

Universidad del Valle de Guatemala

Facultad de Ingeniería



Evaluación de métodos para la producción de etanol a partir de
pulpa de café

Trabajo de graduación presentado por

José Humberto Vásquez Villeda

para optar al grado académico de Licenciado en Ingeniería Química
Industrial

Guatemala

2021

Universidad del Valle de Guatemala

Facultad de Ingeniería



Evaluación de métodos para la producción de etanol a partir de
pulpa de café

Trabajo de graduación presentado por

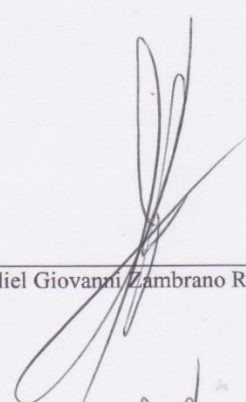
José Humberto Vásquez Villeda

para optar al grado académico de Licenciado en Ingeniería Química
Industrial


Guatemala

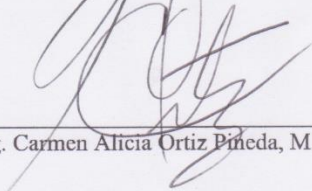
2021

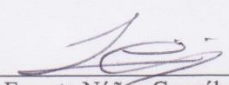
Vo.Bo. Asesor:

(f) 
Ing. Gamaliel Giovanni Zambrano Ruano, M. Sc.

Tribunal Examinador:

(f) 
Ing. Gamaliel Giovanni Zambrano Ruano, M. Sc.

(f) 
Ing. Carmen Alicia Ortiz Pineda, M.A.

(f) 
Ing. Luis Ernesto Núñez González, M. Sc./MBA

Fecha de aprobación: Guatemala, 19 de marzo de 2021

PREFACIO

La elaboración de este trabajo de graduación, fue un reto, ya que se trabajó directamente con un beneficio húmedo del municipio de Antigua Guatemala, con el objetivo de proveerle una solución para disminuir la contaminación orgánica provocada por la pulpa de café y de obtener un producto con valor agregado a partir de este subproducto. Proporcionó la oportunidad de proponer una solución de un problema real en la industria cafetalera de Guatemala.

También fue una experiencia retadora realizar esta investigación durante la pandemia provocada por el COVID 19, en especial, por las restricciones de tránsito vehicular que dispuso el Gobierno de Guatemala en los primeros meses del año 2020, que dificultaron la obtención y limitaron la disponibilidad de la materia prima para las pruebas realizadas en esta investigación.

Gracias a mis padres, que me apoyaron incondicionalmente durante todo el proceso. Así como al Ing. Cristián Rossi, Ing. Luis Núñez, Ing. Gamaliel Zambrano, Ing. Carmen Ortiz y a todo el Departamento de Ingeniería Química por su apoyo en asesoramiento y revisiones del trabajo de graduación.

ÍNDICE

PREFACIO	i
LISTA DE CUADROS	v
LISTA DE FIGURAS	ix
RESUMEN.....	ix
I. INTRODUCCIÓN	1
II. OBJETIVOS	3
A. Objetivo general	3
B. Objetivos específicos.....	3
III. JUSTIFICACIÓN	5
IV. MARCO TEÓRICO	7
A. Café arábigo.....	7
B. Cultivo y producción del café en Guatemala.....	7
C. Clasificación interna del café arábigo según la altura a la que se cultiva	8
D. Proceso de producción de café en Guatemala.....	9
E. Impacto ambiental de la producción de café.....	11
F. Materiales lignocelulósicos	15
G. Pretratamiento de la celulosa e hidrólisis.....	17
H. Hidrólisis ácida	18
I. Monosacáridos.....	25
J. Glucosa o dextrosa.....	26
K. Fermentación alcohólica.....	28
L. Operación de destilación.....	37
V. ANTECEDENTES	57
VI. METODOLOGÍA.....	61
A. Equipo:.....	61
B. Cristalería:	61
C. Reactivos y materiales	62
D. Recolección y almacenamiento de la materia prima.....	62
E. Caracterización de la pulpa de café	62

F.	Licuado de la pulpa de café	64
G.	Determinación de la densidad de la pasta de pulpa licuada.....	64
H.	Determinación de la temperatura con mejor rendimiento de hidrólisis ácida de pulpa de café licuada.....	65
I.	Determinación de la concentración de ácido sulfúrico con mejor rendimiento de hidrólisis ácida de pulpa de café licuada.....	67
J.	Prensado de pulpa de café.....	67
K.	Caracterización del jugo de pulpa de café prensado.....	68
L.	Secado.....	69
M.	Molienda.....	70
N.	Tamizado	71
O.	Determinación de la concentración de ácido sulfúrico con mejor rendimiento de hidrólisis ácida de pulpa de café seca, molida y tamizada	71
P.	Limpieza del fermentador y pasteurización del jugo de pulpa de café prensado.....	72
Q.	Preparación del medio de rehidratación (inóculo) e inoculación del mosto	72
R.	Fermentación alcohólica y toma de muestras	73
S.	Determinación del crecimiento celular por peso seco	74
T.	Determinación de la concentración de etanol y azúcares y densidad del jugo de pulpa de café fermentado	75
U.	Determinación de la densidad del jugo de pulpa de café prensado.....	75
V.	Destilación del caldo de fermentación.....	76
W.	Fermentación del hidrolizado de harina de pulpa de café.....	79
VII.	RESULTADOS	81
VIII.	ANÁLISIS DE RESULTADOS.....	85
IX.	CONCLUSIONES.....	93
X.	RECOMENDACIONES.....	95
XI.	BIBLIOGRAFÍA	97
XII.	ANEXOS	102
A.	Datos originales	102
B.	Datos calculados	112
C.	Cálculos de muestra.....	125
XIII.	GLOSARIO	151

LISTA DE CUADROS

Cuadro 1: Caracterización de la pulpa de café.....	81
Cuadro 2: Contenido de azúcares presentes en el licuado de pulpa de café y la harina de pulpa de café.....	81
Cuadro 3: Resultados de las pruebas de hidrólisis de suspensiones de pulpa licuada de café o harina de pulpa de café y ácido sulfúrico diluido, a diferentes temperaturas de reacción y concentraciones de ácido.....	82
Cuadro 4: Rendimiento de la hidrólisis ácida de suspensiones de pulpa licuada de café y harina de pulpa de café y soluciones diluidas de ácido sulfúrico, a diferentes temperaturas de reacción y concentraciones de ácido.....	83
Cuadro 5: Rendimiento de producción de etanol en la fermentación de jugo de pulpa prensada de café.....	83
Cuadro 6: Rendimientos de etanol producido en la fermentación de jugo de pulpa prensada de café.....	83
Cuadro 7: Rendimientos de etanol producido a partir de la destilación de jugo fermentado de pulpa de café.....	83
Cuadro 8: Rendimientos de producción de etanol sobre azúcares iniciales totales y azúcares consumidas en la fermentación del hidrolizado de harina de pulpa de café.....	84
Cuadro 9: Rendimientos de etanol producido por fermentación y destilación de jugo de pulpa prensada de café.....	84
Cuadro 10: Humedad absoluta de muestras de pulpa de café.....	102
Cuadro 11: Datos originales para el cálculo de la densidad aparente de la pulpa de café.....	102
Cuadro 12: Datos originales para el cálculo de la densidad del jugo de pulpa de café prensado y el jugo de pulpa de café fermentado.....	102
Cuadro 13: Mediciones de temperatura de bulbo seco, humedad relativa y velocidad lineal del aire de la prueba de secado.....	103
Cuadro 14: Datos originales de masas medidas en el proceso de prensado.....	104
Cuadro 15: Mediciones de pérdida de humedad de la pulpa de café en el tiempo.....	105
Cuadro 16: Humedad de la pulpa de café antes y después del proceso de secado obtenido con balanza de humedad OHAUS.....	105
Cuadro 17: Masas de bolsas de pulpa de café después del proceso de secado y el proceso de molienda.....	106
Cuadro 18: Datos originales de masas medidas en el proceso de tamizado.....	106
Cuadro 19: Datos originales de pruebas de hidrólisis ácida de pulpa de café licuada.....	107
Cuadro 20: Datos originales de pruebas de hidrólisis ácida de harina de pulpa de café.....	107
Cuadro 21: Resultados de HPLC para concentración de azúcares en muestras de soluciones filtradas antes y después de las distintas pruebas de hidrólisis ácida de la pulpa de café.....	108
Cuadro 22: Datos originales de mediciones realizadas para la filtración de las suspensiones de pulpa de café y ácido sulfúrico.....	108

Cuadro 23: Concentración de azúcares y etanol en muestras de jugo de pulpa de café fermentado por HPLC	109
Cuadro 24: Datos originales para determinación de crecimiento de biomasa en el fermentador	109
Cuadro 25: Datos originales para la curva de calibración de soluciones de etanol y agua	110
Cuadro 26: Mediciones de índice de refracción del destilado y temperatura del último plato de la columna de destilación.....	110
Cuadro 27: Datos originales del destilado total obtenido en el proceso de destilación discontinua	111
Cuadro 28: Datos originales del filtrado de pulpa de café hidrolizada	111
Cuadro 29: Datos originales de la filtración de la suspensión neutralizada.....	111
Cuadro 30: Concentraciones de azúcares, etanol y levadura antes y después de la fermentación del hidrolizado	112
Cuadro 31: Humedad promedio de la pulpa de café antes y después del proceso de secado	112
Cuadro 32: Densidad aparente de la pulpa de café	112
Cuadro 33: Densidades del jugo de pulpa de café antes y después de la fermentación.....	113
Cuadro 34: Balance de masa en el proceso de prensado.....	113
Cuadro 35: Datos del balance de masa total del proceso de secado	114
Cuadro 36: Datos del balance de masa del proceso de molienda	114
Cuadro 37: Mediciones de pérdida de humedad promedio de la pulpa de café en el secador de bandejas	115
Cuadro 38: Balance de masa del proceso de tamizado	115
Cuadro 39: Concentración de azúcares en suspensión de pulpa de café y ácido sulfúrico antes y después de las distintas pruebas de hidrólisis ácida de la pulpa de café	116
Cuadro 40: Rendimiento de la hidrólisis de suspensiones de pulpa de café licuada y harina de pulpa de café y soluciones de ácido sulfúrico diluidas, a diferentes temperaturas de reacción y concentraciones de ácido	116
Cuadro 41: Datos calculados para el balance de masa del proceso de filtrado de las suspensiones de pulpa de café y ácido sulfúrico.....	117
Cuadro 42: Valores promedio de las condiciones del aire en la entrada y en la salida del secador de bandejas	117
Cuadro 43: Condiciones de entrada y salida del aire en el secador de bandejas.....	118
Cuadro 44: Datos calculados para crecimiento de biomasa en el fermentador por el método de peso seco	118
Cuadro 45: Proporciones del consumo de sustrato (azúcares fermentables)	119
Cuadro 46: Rendimiento de producción de etanol de la fermentación de jugo de pulpa de café prensado.....	119
Cuadro 47: Concentración de etanol en el destilado en el transcurso de la destilación discontinua	120
Cuadro 48: Balance de masa de la destilación discontinua de jugo de pulpa de café fermentado	120
Cuadro 49: Datos calculados para la filtración de suspensión de pulpa de café hidrolizada	120

Cuadro 50: Fracción másica de azúcares en torta de pulpa de café, líquido filtrado y suspensión total de harina de pulpa de café y ácido sulfúrico al 6% (m/m), antes y después de la hidrólisis ácida	121
Cuadro 51: Datos calculados para la filtración de la suspensión neutralizada.....	121
Cuadro 52: Concentración másica de azúcares en torta de sólidos suspendidos y líquido filtrado (filtración de la suspensión neutralizada).....	122
Cuadro 53: Rendimientos de producción de etanol sobre azúcares iniciales totales y azúcares consumidas en la fermentación del hidrolizado de harina de pulpa de café	122
Cuadro 54: Proporciones del consumo de sustrato (azúcares fermentables) en la fermentación del hidrolizado de harina de pulpa de café.....	123
Cuadro 55: Balance de masa para la hidrólisis ácida de harina de pulpa de café (Base de cálculo - 530.52 g de harina de pulpa de café con granulometría menor o igual a 250 μm)	123
Cuadro 56: Balance de masa para la filtración del hidrolizado (Base de cálculo - 530.52 g de harina de pulpa de café con granulometría menor o igual a 250 μm).....	124
Cuadro 57: Balance de masa para la neutralización y filtración del líquido neutralizado (Base de cálculo - 530.52 g de harina de pulpa de café con granulometría menor o igual a 250 μm)	124
Cuadro 58: Balance de masa para la fermentación del producto hidrolizado (Base de cálculo - 530.52 g de harina de pulpa de café con granulometría menor o igual a 250 μm)	125

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Volumen de exportación de café de Guatemala en millones de quintales de café oro.....	8
Figura 2: Matriz de conversiones de café por tipo de productos y subproductos	8
Figura 3: Diagrama de los ejes estratégicos de la Política Ambiental y Cambio Climático para el Sector Café de Guatemala.....	12
Figura 4: Actividades principales y procedimientos secundarios de la cadena de valor del Sector Café en Guatemala	13
Figura 5: Matriz de valorización de impactos ambientales de los procedimientos secundarios del beneficio húmedo de café en Guatemala	14
Figura 6: Plan de gestión ambiental de los procedimientos secundarios (gestión de pulpa)	15
Figura 7: Esquema de la estructura de las fibrillas de celulosa en la pared celular de las plantas.	15
Figura 8: Estructura de la celulosa.....	17
Figura 9: Mecanismo de reacción de la hidrólisis de celulosa.....	21
Figura 10: Dependencia de la concentración de glucosa con el tiempo para diferentes concentraciones de ácido y diferentes temperaturas de operación en la reacción de hidrólisis de bagazo de caña de azúcar.....	24
Figura 11: Dos formas isoméricas de la glucosa.....	26
Figura 12: Proyección de Fischer de los isómeros de D-glucosa.....	26
Figura 13: Proyección de Haworth para la α -D-glucosa.....	27
Figura 14: Diferentes productos derivados de la fermentación de ácido pirúvico producido a partir de la glicólisis de azúcares.....	30
Figura 15: Fermentación de glucosa para producción de etanol.....	31
Figura 16: Mecanismo de reacción para la fermentación alcohólica de sacarosa.....	32
Figura 17: Diagrama general de un fermentador de tanque agitado (STR)	35
Figura 18: Equilibrios a presión constante vapor-líquido	38
Figura 19: Datos de equilibrio vapor-líquido para el sistema binario etanol-agua a 1 atm de presión en fracciones molares.....	39
Figura 20: Balances de materia y entalpía total de un fraccionador	40
Figura 21: Balances de materia y entalpía del condensador de una torre de destilación	41
Figura 22: Arreglo de olla con chaqueta para el rehervidor de una torre de destilación	42
Figura 23: Rehervidor interno con intercambiador de calor tubular para una torre de destilación	43
Figura 24: Sección de enriquecimiento de una torre de varias etapas (platos)	44
Figura 25: Sección de agotamiento de una torre de varias etapas (platos)	45
Figura 26: Plato de alimentación en un fraccionador	46
Figura 27: Localización de la línea q para condiciones típicas de alimentación	47
Figura 28: Diagrama de un rehervidor o calderín con una columna de fraccionamiento	49
Figura 29: Determinación del reflujo mínimo para una operación de destilación discontinua con reflujo (curva de equilibrio sin punto de inflexión)	50
Figura 30: Determinación del reflujo mínimo para una operación de destilación discontinua con reflujo (curva de equilibrio con punto de inflexión)	51

Figura 31: Esquema de una operación de rectificación o destilación discontinua (por lotes)	52
Figura 32: Variación de las composiciones del destilado y el líquido en el calderín en una destilación discontinua operando con reflujo constante.....	53
Figura 33: Método gráfico para operación de destilación discontinua con reflujo constante.....	53
Figura 34: Diagramas de McCabe-Thiele para una destilación discontinua. Línea de operación más alta y líneas continuas: condiciones iniciales; línea de operación más baja y líneas de trazos discontinuos: después de retirar un tercio de la carga.....	54
Figura 35: Dependencia de la concentración de glucosa con el tiempo para diferentes concentraciones de ácido y diferentes temperaturas de operación en la reacción de hidrólisis de bagazo de caña de azúcar	58
Figura 36: Balance de masa del prensado, fermentación y destilación de pulpa de café.....	80
Figura 37: Balance de masa del secado, molienda y tamizado de pulpa prensada de café.....	81
Figura 38: Balance de masa de la hidrólisis, filtrado, neutralización y fermentación de la harina de pulpa de café con granulometría menor o igual a 250 μm	82
Figura 39: Resultados de calculadora psicrométrica para condiciones promedio del aire en la salida del secador	128
Figura 40: Resultados de calculadora psicrométrica para condiciones promedio del aire en la entrada del secador.....	129
Figura 41: Concentración de azúcares, etanol y levadura en el tiempo de la fermentación de jugo de pulpa de café de prensado	136
Figura 42: Curva de calibración par soluciones de etanol-agua a diferentes concentraciones y ecuación para línea de tendencia polinómica de grado 2.....	138
Figura 43: Determinación del reflujo mínimo necesario para obtener una concentración de destilado inicial del 90 % (m/m) por el método gráfico de McCabe-Thiele	141
Figura 44: Determinación del reflujo necesario para obtener una concentración de destilado inicial del 90 % (m/m) para una columna de destilación discontinua de ocho etapas, por el método gráfico de McCabe-Thiele.....	142

RESUMEN

Este trabajo tuvo como objetivo la evaluación de métodos para la producción de etanol usando pulpa residual de café arábica, variedad Bourbon, de un beneficio húmedo para establecer la cantidad de azúcares fermentables disponibles en la misma, hacer una hidrólisis ácida y finalmente, producir etanol. Para el cumplimiento de este objetivo, se preparó la pulpa para el proceso de hidrólisis ácida con un proceso de licuado y se estudió el proceso de hidrólisis ácida de una suspensión de pulpa licuada de café y ácido sulfúrico diluido, variando la temperatura de reacción y la concentración del ácido, dentro de los rangos determinados. Se determinó que la hidrólisis de la suspensión de pulpa licuada a 118 °C y una concentración de H₂SO₄ del 6 % (m/m) tuvo el mejor rendimiento de todas las condiciones evaluadas (8.921 ± 0.002 %). En vista de que se obtuvo rendimientos bastante bajos en todas las pruebas de hidrólisis de pulpa licuada, se evaluó el tamaño de partícula como una variable en el proceso. Se estudió el proceso de prensado de la pulpa de café, la fermentación y destilación del jugo de pulpa de café prensado y el secado, molienda y tamizado de las cáscaras de pulpa de café prensadas. Se evaluó nuevamente la hidrólisis ácida de harina de pulpa de café con granulometría menor a 250 µm a tres diferentes concentraciones de ácido y a una temperatura de reacción de 118 °C y posteriormente la fermentación del hidrolizado. Se obtuvo el mejor rendimiento en la hidrólisis ácida de harina de pulpa de café a 118 °C y una concentración de H₂SO₄ del 6 % (m/m) (38.667 ± 0.002 %). Se produjo etanol por fermentación del jugo de pulpa prensada de café y del hidrolizado de harina, utilizando *Saccharomyces cerevisiae*, en las condiciones evaluadas. Se produjo un total de 17.0 ± 0.2 g etanol/kg pulpa de café, en la fermentación del jugo de pulpa de café y la fermentación de la suspensión hidrolizada. Además, se obtuvo 16.1 ± 0.1 g destilado al 76.56 % (m/m) /kg pulpa de café en la destilación del jugo de pulpa de café.

I. INTRODUCCIÓN

En Guatemala se produce principalmente el café de tipo arábigo (95%) y solo se produce un ligero porcentaje de café tipo robusta (5%). El proceso de la producción de café arábigo en Guatemala se inicia con la siembra de cafetos y termina con la producción de café oro para exportación. Sin embargo, el proceso se divide en el beneficiado húmedo para la producción de café pergamino y el beneficiado seco para producir el café oro. Pendergast (2010) menciona que los estándares de producción en Guatemala requieren procesos como el lavado en el beneficiado húmedo, para la remoción de la pulpa y el mucílago, y el cultivo en sombra para la producción de un café de calidad superior. Se pueden identificar tres subproductos inherentes al fruto de café: la pulpa, el mucílago y la cascarilla. La pulpa y el mucílago son subproductos del proceso de beneficiado húmedo de café para la producción de café pergamino, mientras que la cascarilla es un subproducto del proceso del beneficiado seco para la producción de café oro, el insumo básico para la elaboración del café tostado. La pulpa es el componente más abundante del fruto maduro que se encuentra en los cafetos, llamado la cereza de café., representando el 40% de la masa total de este fruto. Por lo tanto, posee el mayor potencial de aprovechamiento de los tres residuos mencionados anteriormente para la obtención de un producto con valor agregado.

El objetivo de este Trabajo de Graduación fue la evaluación de producción de etanol a partir de pulpa residual de café. Se evaluó la fermentación, utilizando como cepa *Saccharomyces cerevisiae*, del jugo prensado de pulpa de café y del producto de hidrólisis ácida de la pulpa residual de harina de la pulpa café. Se trabajó con pulpa residual de un beneficio húmedo, localizado en el municipio de Antigua Sacatepéquez, Guatemala. El uso de este residuo como materia prima para la producción de etanol, proporcionaría una oportunidad para los beneficios guatemaltecos de disminuir la carga contaminante de residuos orgánicos y la generación de un producto con valor agregado que puede traer un beneficio económico. Se produjo etanol por fermentación del jugo de pulpa prensada y del hidrolizado de harina, utilizando *Saccharomyces cerevisiae*, con un rendimiento de 17.0 ± 0.2 g etanol/kg pulpa de café. Además, se obtuvo 16.1 ± 0.1 g destilado al 76.56 % (m/m) /kg pulpa de café por destilación del mosto de jugo de pulpa de café.

En el presente documento se presenta los resultados de la investigación en la que se realizó una caracterización de la pulpa de café residual, variedad Bourbon, proveniente de un beneficio para establecer su humedad, densidad aparente y demás características pertinentes. Además, se preparó la pulpa para el proceso de hidrólisis ácida licuando (como pretratamiento mecánico) para reducir su tamaño de partícula y aumentar su superficie de contacto. Posteriormente, se estudió el proceso de hidrólisis ácida de una suspensión de pulpa de café y ácido sulfúrico diluido, variando únicamente la temperatura de la reacción y la concentración del ácido. También, se determinó el rendimiento de producción de etanol de la fermentación del hidrolizado, en condiciones determinadas. Finalmente, se destiló el mosto obtenido de la fermentación para determinar la pureza y el rendimiento total de etanol con respecto a la cantidad de pulpa total.

II. OBJETIVOS

A. Objetivo general

Evaluar métodos de hidrólisis ácida y fermentación de pulpa residual de café arabica de un beneficio, variedad Bourbon, para la producción de etanol.

B. Objetivos específicos

- Determinar la humedad absoluta y densidad aparente de pulpa de café, variedad Bourbon, para establecer las condiciones del proceso de hidrólisis.
- Preparar la pulpa para el proceso de hidrólisis ácida con un proceso de licuado y determinar el contenido de azúcares presentes en el licuado de pulpa por cromatografía líquida de alta resolución (HPLC, por sus siglas en inglés).
- Preparar la pulpa para el proceso de hidrólisis ácida con un proceso de prensado, secado, molienda y tamizado, y determinar el contenido de azúcares presentes en la harina de pulpa, por cromatografía líquida de alta resolución (HPLC, por sus siglas en inglés).
- Estudiar el proceso de hidrólisis ácida de una suspensión de pulpa de café y ácido sulfúrico diluido, variando la temperatura de reacción y la concentración del ácido, dentro de los rangos determinados.
- Determinar el rendimiento de producción de etanol de las fermentaciones del hidrolizado de pulpa de café y el jugo prensado de pulpa de café, utilizando como cepa *Saccharomyces cerevisiae*, en las condiciones evaluadas.
- Destilar el mosto obtenido de la fermentación del jugo prensado en la columna de destilación de la planta de producción de bioetanol del Laboratorio de Operaciones Unitarias para determinar la pureza y el rendimiento total de etanol con respecto a la pulpa inicial utilizada.

III. JUSTIFICACIÓN

La pulpa de café es un subproducto del proceso del beneficiado de café para la producción del café pergamino a partir del café cereza que es cosechado. De acuerdo con Juárez (2018), la pulpa de café representa el 40 % de la masa total de la cereza de café y junto con el mucílago, otro subproducto del beneficio de café, son los principales responsables de la contaminación ambiental de la industria cafetalera cuando se dispone de forma incorrecta de ellos. Estos residuos, tienen el potencial de alterar las condiciones de suelos y aguas. La pulpa de café por lo general es desaprovechada a pesar de que tiene el potencial de utilizarse como materia prima para la producción de etanol a partir de su fermentación.

El etanol se produce a partir de la fermentación de azúcares presentes en distintas fuentes de biomasa. El manejo adecuado de residuos agrícolas puede contribuir a la conversión de biomasa en un producto con valor agregado y a la disminución de materia orgánica contaminante. El café representó 8.5% del total de las exportaciones de Guatemala en el año 2018, siendo el segundo bien más comercializado por el país después de los textiles (Banco de Guatemala, 2018). De acuerdo con las estadísticas de ANACAFÉ, en este mismo año se tuvo un volumen de exportación de 203.64 millones de toneladas métricas de café oro y según la matriz de conversiones establecida por esta misma entidad, cada 45.45 kg de café cereza cosechado genera entre 13.64-18.18 kg de pulpa de café y a partir de cada 45.4 kg de café cereza se produce entre 5.91 – 6.81 kg de café oro. Esto quiere decir que la producción total de café en el año 2018 generó, aproximadamente, 475-548 millones de toneladas métricas de pulpa residual de café. Rodríguez (2013) reportó un rendimiento promedio de 6.09 mL de etanol/ kg de pulpa de café arábigo, después de realizar una hidrólisis ácida, una fermentación, utilizando como cepa *Saccharomyces cerevisiae* y una destilación al jugo de pulpa. De acuerdo con este rendimiento, se calcula que podría producirse en Guatemala, aproximadamente, 2.85 – 3.28 millones de m³ de etanol a partir de la fermentación de pulpa residual de café.

En el año 2016, la Asociación Nacional del Café (ANACAFÉ) lanzó su “Política de Ambiente y Cambio Climático para el Sector Café de Guatemala”, con el objetivo general de proporcionar lineamientos estratégicos para mejorar la gestión ambiental, la conservación de la biodiversidad, la adaptación al cambio climático, la competitividad y el desarrollo con bajas emisiones en toda la cadena de producción del sector café (ANACAFÉ, 2016). Una de las trece líneas de acción específicas de esta Política Ambiental es “fomentar la eficiencia energética y uso de energía renovable en la cadena agroindustrial del sector café”. ANACAFÉ busca que, con la implementación de esta línea de acción, se promueva el uso de energía renovable con el aprovechamiento de subproductos de la agroindustria de la cadena productiva del café y otras fuentes de energía renovable.

Como parte de la Política de Ambiente y Cambio Climático para el Sector Café de Guatemala, la Junta Directiva de ANACAFÉ presentó una propuesta de “Guía Ambiental

para el Sector Café de Guatemala” al Ministerio de Ambiente y Recursos Naturales (MARN). En el año 2018, fue publicado el Acuerdo Ministerial Número 314-2018 del Ministerio de Ambiente y Recursos Naturales, por medio del cual se aprueba la Guía Ambiental para el Sector Café de Guatemala. Esta guía ambiental es una herramienta que tiene como propósito ser un referente técnico mínimo aplicable a las distintas etapas de la cadena productiva de la producción de café y fomentar la caficultura sostenible para el sector café en Guatemala. Esta Guía propone un “Plan de Gestión Ambiental de los Procedimientos Secundarios del Beneficio de Café Húmedo en Guatemala” en donde se establecen medidas de mitigación para la gestión de pulpa residual de café. En este Plan de Gestión Ambiental se propone un plan de buenas prácticas de manejo de subproductos del café y el aprovechamiento de los subproductos orgánicos como la pulpa y el mucílago como fuentes para la producción productos con valor que le den una mayor competitividad a los beneficios de café guatemaltecos.

La producción de etanol a partir de la pulpa residual de café proporciona una oportunidad para disminuir la contaminación orgánica de los beneficios de café en Guatemala y generar un producto con valor agregado, promoviendo la caficultura sostenible y el cumplimiento de los ejes temáticos de la “Política de Ambiente y Cambio Climático para el Sector Café en Guatemala” y de la “Guía Ambiental para el Sector Café de Guatemala”.

IV. MARCO TEÓRICO

A. Café arábigo

El Coffe Research Institute (2006) menciona que existen numerosas especies de café en el mundo, sin embargo, las dos especies más cultivadas actualmente son el café arábigo y el café robusta. De acuerdo a Juárez (2018) el café arábigo tiende a producir granos de mayor calidad y sabor mientras que el café robusta produce granos más resistentes, con un sabor de menor calidad y una mayor cantidad de cafeína.

El café arábigo requiere de condiciones climáticas más estrictas que el café robusta para su crecimiento. Las condiciones ideales para su cultivo se encuentran a lo largo del “cinturón de café” localizado entre la latitud 25 ° Norte y 30 ° Sur. Este tipo de café crece mejor a grandes alturas y temperaturas no muy elevadas, mientras que el café robusta crece mejor en ambientes con temperaturas más elevadas y menor altitud (Juárez, 2018).

B. Cultivo y producción del café en Guatemala

El café es un cultivo con una gran importancia económica y cultural en Guatemala. La industria del café tomó relevancia en el país en el año 1859, año en el que se realizó la primera exportación de este producto. Para el año 1880, este cultivo representaba 80 % del total de exportaciones del país y desde entonces se ha considerado como uno de los productos de mayor importancia nacional. En el año 2018, el café representó 8.5 % del total de las exportaciones de Guatemala, siendo el segundo bien más comercializado por el país después de los textiles (Banco de Guatemala, 2018). Se produjo un total de 3,800,000 sacos de 60 kg en este mismo año (ICO, 2018).

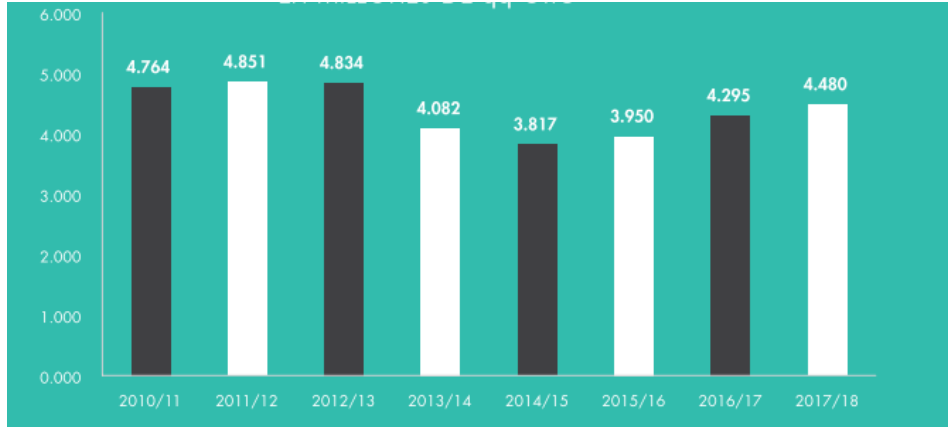
El periodo de cosecha del café en Guatemala se encuentra entre septiembre y abril, dependiendo de la altitud, y el ciclo alto de cosecha se realiza entre los meses de septiembre a febrero. De septiembre a diciembre se cosecha el café en las zonas bajas (hasta 1,000 metros), de noviembre a enero en alturas intermedias (hasta 1400 metros sobre el nivel del mar (msnm)) y de enero a abril se realiza en las zonas de mayor altitud (más de 1,400 msnm). En el país se produce, en su mayoría, café del tipo arábigo lavado (MARN, 2016).

La producción nacional se distribuye en los 22 departamentos del país, de los cuales las mayores producciones se concentran en los departamentos de Santa Rosa (18.9%), San Marcos (11.8%), Chimaltenango (9.3%), Huehuetenango (9.1%), Alta Verapaz (7%), Suchitepéquez (5.3%) y los demás departamentos en conjunto constituyen el 38.5% restante (MARN, 2016).

El café guatemalteco se distingue por su aroma limpio y penetrante, su acidez marcada, su cuerpo pesado, entre otras características. La calidad y características del café guatemalteco son el resultado de una combinación de factores que le dan una ventaja comparativa y competitiva sobre el café de otras regiones. El clima templado subtropical,

los suelos con abono de desechos volcánicos, la altura y calidad de las plantaciones y un esmerado proceso de beneficio húmedo (lavado) (MARN, 2016).

Figura 1: Volumen de exportación de café de Guatemala en millones de quintales de café oro



Fuente: (Anacafé, 2018)

Figura 2: Matriz de conversiones de café por tipo de productos y subproductos

UNIDAD FUNCIONAL	RANGO	PRODUCTO	SUBPRODUCTO
Un quintal de café cereza	0.18 – 0.22 quintales	Café pergamino	
	30 – 40 libras		Pulpa fresca
	100 – 500 litros		Agua miel
Un quintal de café pergamino	0.70 – 0.80 quintales	Café oro	
	0.18 – 0.22 quintales		Cascabillo

(Fuente: elaboración propia del Unidad de Calidad y Poscosecha, Anacafé)

Fuente: (Anacafé, 2019)

C. Clasificación interna del café arábigo según la altura a la que se cultiva

De acuerdo con Juárez (2018) en Guatemala existe una clasificación interna para el café arábigo en función de la altitud a la cual se cultiva. Las categorías son Prima Lavado, que se cultiva de 760 a 915 msnm (2,500 a 3,000 ft sobre el nivel del mar), Extra-prima Lavado 915 a 1070 msnm (3,000-3,500 ft sobre el nivel del mar.), Semiduro 1070 a 1220 msnm (3,500-4,000 ft sobre el nivel del mar), Duro 1220 a 1372 msnm (4,000-4,500 ft sobre el nivel del mar) y Estrictamente Duro arriba de 1372 msnm (arriba de los 4,500 ft sobre el nivel del mar). El café cultivado a alturas superiores se considera de mejor calidad que el café cultivado a altitudes inferiores.

D. Proceso de producción de café en Guatemala

De acuerdo con Arango (1997) la cadena de transformación del café consiste en cambiar la forma que tiene el café. El proceso de transformación empieza con la conversión de café cereza a café pergamino, de café pergamino a café oro y finalmente el café oro se transforma a café tostado y molido. Existen cuatro etapas en la cadena de transformación del café. La producción (cultivo), el beneficio húmedo, el beneficio seco y la industrialización.

1. Cultivo y cosecha de café

El proceso de producción de café en Guatemala inicia con la siembra del cafeto y finaliza con el café oro listo para ser transportado o exportado. Luego de la siembra del cafeto sigue la cosecha del café cereza. La cosecha del café cereza en Guatemala se hace por medio de recolección selectiva del fruto, por lo general. En este tipo de recolección, los agricultores seleccionan uno por uno los granos de café maduro para su cosecha a manera de garantizar la calidad del fruto. La utilización del método selectivo de recolección ha hecho que el costo de mano de obra represente el 70% de los costos totales de la producción del café oro (Juárez, 2018).

De acuerdo con el Instituto Interamericana de Cooperación para la Agricultura, IICA, (2010) el fruto de café recién cosechado es propenso a sufrir procesos de fermentación debido a su alto contenido de azúcares en la pulpa, mucílago y en la misma semilla. El café fruta es un producto perecedero y por lo tanto su contaminación y deterioro deben evitarse tomando precauciones adecuadas. El transporte del café debe realizarse con prontitud para que su proceso de beneficiado se lleve a cabo durante el mismo día que fue cosechado.

2. Proceso de beneficiado húmedo de café

El beneficio de café es el proceso de transformación del grano de café cereza en café pergamino seco. En este proceso se separan las partes del fruto y luego se seca el grano para su conservación. Existen dos métodos para el beneficiado de café: el beneficio por vía húmeda y el beneficio por vía seca. En Colombia, Costa Rica, Guatemala, México, El Salvador y algunos países del centro de África, se beneficia el café por vía húmeda. En cambio, en Brasil y la mayoría de los países de África se realiza un beneficio seco (Puerta-Quintero, 2000). Los estándares de producción en Guatemala requieren procesos de beneficiado húmedo para poder producir un café de mejor calidad (Pendergast, 2010).

El proceso de beneficio por vía húmeda consiste en cinco etapas: la recolección del café cereza, el despulpado, la remoción del mucílago, el lavado y el secado. Al final de todo este proceso se obtiene el café pergamino seco como producto final (Puerta-Quintero, 2000).

3. Despulpado

a. Separación de cuerpos extraños

Por lo general, previo al proceso de despulpado se remueven piedras y otros cuerpos extraños que se mezclan con el café fruta durante la cosecha y el transporte por medio de una canaleta. Los cuerpos extraños se deben remover porque pueden dañar las máquinas despulpadoras. El café cereza es transportado por una corriente de agua a través de la canaleta que tiene una serie de compartimientos en el fondo. La corriente de agua arrastra el café, pero las piedras y otros objetos más densos se hunden en los compartimientos (IICA, 2010).

b. Clasificación del café cereza (separación por flotación)

La clasificación del café cereza debe realizarse antes del proceso de despulpado. Esta clasificación consiste en la separación de los frutos defectuosos, y de ser posible, uniformizar el tamaño mediante la separación de los frutos pequeños. Los frutos defectuosos son aquellos que están inmaduros, sobremaduros, secos en fruta o atacados por enfermedades o insectos (IICA, 2010).

La técnica más tradicional para la clasificación del café cereza es la separación por flotación. Este proceso consiste en la inmersión del fruto en un tanque lleno de agua en el que los frutos defectuosos flotan en la superficie del tanque mientras que el fruto sano se sumerge. Luego, los frutos flotantes son separados por arrastre superficial y se conducen para un proceso separada. El café que se sumerge luego pasa a una tubería en el fondo del tanque que lleva el fruto a las despulpadoras (IICA, 2010).

c. Despulpado (remoción del exocarpio o cáscara del fruto)

En la mayoría de las fincas cafetaleras, el despulpado se realiza el mismo día que la cosecha o al día siguiente de la cosecha debido a niveles bajos de producción. La cereza del café se ingresa a una máquina despulpadora, que separa la pulpa o cáscara del fruto de café. El proceso de despulpado se puede llevar a cabo por despulpadoras manuales o despulpadoras automáticas eléctricas que están conectadas a un motor (Giraldo, Niño y Vianchá, 2017).

4. Remoción del mucílago y lavado

De acuerdo con Giraldo, Niño y Vianchá (2017) en la mayoría de fincas cafetaleras se realiza la remoción del mucílago del café por fermentación natural. El café despulpado es depositado en tanque de fermentación, para obtener la fluidización del mucílago mediante la acción de enzimas propias del grano y de microorganismos (fermentación

natural del mucílago). La fermentación del mucílago procede a través de una degradación de la pectina y otras sustancias pépticas a un ácido orgánico. Además, los azúcares presentes en el mucílago se transforman a alcoholes y posteriormente a ácidos orgánicos si se prolonga la fermentación en un medio aeróbico. El objetivo de la fermentación es degradar la capa de mucílago lo suficiente para que se pueda desprender fácilmente del grano de café por medio de un lavado con agua (IICA, 2010).

E. Impacto ambiental de la producción de café

1. Política de ambiente y cambio climático para el sector café de Guatemala

En el año 2016, Anacafé lanzó su “Política de Ambiente y Cambio Climático para el Sector Café de Guatemala”, con el objetivo general de “brindar los lineamientos estratégicos para mejorar la gestión ambiental, la conservación de la biodiversidad, la adaptación al cambio climático, la competitividad y el desarrollo con bajas emisiones en toda la cadena de producción del sector café” (Anacafé, 2016).

El sector cafetalero, por acciones de Anacafé, ha buscado mejorar y optimizar sus procesos productivos, creando instrumentos que promueven un mejor desempeño ambiental, una mejor productividad y mejoras en este sector para adaptarse y mitigar el cambio climático (Anacafé, 2016). Anacafé a través de esta Política Ambiental busca construir un marco de referencia para la elaboración e implementación de un plan de acción enfocado en la búsqueda de la sostenibilidad, la adaptación y mitigación del cambio climático. Además, busca brindar herramientas e instrumentos específicos que promuevan prácticas sostenibles que mejoren la ventaja competitiva del sector café de Guatemala.

Para el cumplimiento de los objetivos de la Política de Ambiente, Anacafé planteó cuatro ejes estratégicos y 13 líneas de acción para contar con directrices y estrategias enfocadas a la promoción y ejecución de acciones en la cadena productiva del sector café para mejorar su competitividad y sostenibilidad a corto y mediano plazo (Anacafé, 2016). Estas acciones están enfocadas en disminuir la vulnerabilidad del sector café ante el cambio climático, la mitigación de gases de efecto invernadero, el cumplimiento legal ambiental, gestionar integralmente los recursos hídricos y la conservación y generación de bienes y servicios ecosistémicos.

Figura 3: Diagrama de los ejes estratégicos de la Política Ambiental y Cambio Climático para el Sector Café de Guatemala



Fuente: (ANACAFÉ, 2016)

Como parte del eje temático No. 1 de la Política Ambiental, “adaptación y mitigación del cambio climático en el sector café”, ANACAFÉ planteó las siguientes líneas de acción específicas (ANACAFÉ, 2016):

- Establecer un sistema Nacional de Información para la disminución de la vulnerabilidad y el incremento de la productividad en el sector café
- Desarrollar investigaciones que vinculen la adaptación y mitigación al cambio climático, cumplimiento de la legislación ambiental nacional y servicios ecosistémicos en el sector café
- Fomentar la implementación de prácticas y tecnologías efectivas para la adaptación y mitigación del cambio climático, así como para el cumplimiento legal ambiental, en la cadena agro industrial del sector café.
- Determinar la huella de carbono para la implementación de planes de mitigación de gases de efecto invernadero en la cadena agroindustrial del sector café
- Fomentar la eficiencia y uso de energía renovables en la cadena agroindustrial del sector café

La quinta línea de acción de la Política Ambiental es “fomentar la eficiencia energética y uso de energía renovable en la cadena agroindustrial del sector café”. ANACAFÉ espera que con la implementación de esta línea de acción se fomente la implementación de hábitos, tecnologías y prácticas de eficiencia energética para la disminución de los costos de operación y producción. Además, busca que se promueva el uso de energía renovable a través del aprovechamiento de subproductos de la agroindustria de la cadena productiva del café y otras fuentes de energía renovable (ANACAFÉ, 2016).

2. Guía ambiental para el sector café de Guatemala

Como parte de esta Política de Ambiente y Cambio Climático para el Sector Café de Guatemala, la Junta Directiva de ANACAFÉ presentó una propuesta de “Guía

Ambiental para el Sector Café de Guatemala” al Ministerio de Ambiente y Recursos Naturales (MARN) (ANACAFÉ, 2019).

En el año 2018, fue publicado el Acuerdo Ministerial Número 314-2018 del Ministerio de Ambiente y Recursos Naturales, por medio del cual se aprueba la Guía Ambiental para el Sector Café de Guatemala. Esta guía ambiental es una herramienta que tiene como propósito ser un referente técnico mínimo aplicable a las distintas etapas de la cadena productiva de la producción de café y fomentar la caficultura sostenible para el sector café en Guatemala (ANACAFÉ, 2019).









“Los sistemas agroforestales, beneficios húmedos y secos, así como tostadurías pueden ocasionar algunos impactos sobre el entorno” (ANACAFÉ, 2019). El MARN realizó una evaluación de los impactos ambientales aplicando la metodología de la Matriz de Leopold Modificada, en la cual se reflejan las relaciones causa-efecto entre las distintas actividades de la cadena productiva de la producción de café y los componentes ambientales. Las actividades evaluadas fueron desglosadas y se pueden observar en la siguiente figura.

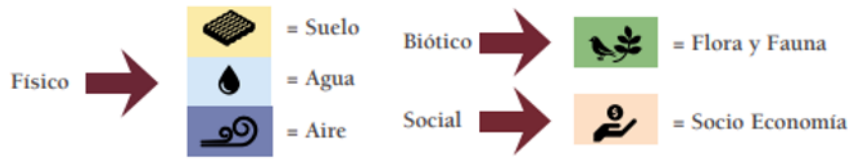
Figura 4: Actividades principales y procedimientos secundarios de la cadena de valor del Sector Café en Guatemala

ETAPA	ACTIVIDAD
Sistema agroforestal de café	Establecimiento de semillero, almácigo y área de aboneras Riego de almácigo Preparación del terreno para establecimiento y renovación de plantaciones (siembra) Gestión de sombra Manejo de poda Manejo de nutrición en el cultivo y control fitosanitario Cosecha (corte de café)
Beneficiado húmedo	Recibo Despulpado Remoción de muclago o miel Lavado Secamiento Almacenamiento o acopio
Beneficiado seco	Recibo Limpieza de café Trillado y pulido Clasificación Empacado y embalado Almacenamiento o acopio
Tostaduría	Recibo Trillado (cuando aplique) Tostado y enfriado Molido Empacado Almacenamiento o acopio
Procedimientos secundarios	Gestión de pulpa Gestión de aguas mieles y lodos Gestión de residuos y desechos sólidos Acopio Gestión de módulos habitacionales (cuando aplique) Seguridad y salud ocupacional

Fuente: (ANACAFÉ, 2019).

Figura 5: Matriz de valorización de impactos ambientales de los procedimientos secundarios del beneficio húmedo de café en Guatemala

ETAPAS	VARIABLES, FACTORES O MEDIOS AMBIENTALES	FÍSICO					BIÓTICO		SOCIAL						
															
ETAPAS	Impactos ambientales	Generación de residuos sólidos	Estructura química del subsuelo	Calidad de escorrentía	Calidad de agua	Calidad de aguas subterráneas	Cantidad de agua	Emisión de material particulado	Emisión de ruido	Generación de emisiones gaseosas	Afectación de flora	Afectación de fauna	Servicios ecosistémicos	Salud ocupacional de trabajadores	Generación de empleo
	Actividades del proceso productivo														
PROCEDIMIENTO SECUNDARIO	Gestión de pulpa		+	-						-	+		+	-	+
	Gestión de aguas mieles y lodos				+	+	+			-					
	Manejo de residuos y desechos sólidos ordinarios	+	+					-					+	-	+
	Manejo de desechos ordinarios, de conformidad al AM 166-2005	+	+					-					+	-	+
	Gestión de módulos habitacionales	-			-										
	Seguridad y salud ocupacional														-



Fuente: (ANACAFÉ, 2019).

Como se puede observar en la Figura No. 6, la gestión de la pulpa residual del beneficiado de café tiene un impacto ambiental negativo la calidad de la escorrentía y del agua residual utilizada para el lavado en los beneficios, debido al mal manejo de subproductos de café y a la acumulación de pulpa con alta carga orgánica. Por esta razón, la Guía Ambiental para el Sector Café de Guatemala propone un Plan de Gestión Ambiental de los Procedimientos Secundarios del Beneficio de Café Húmedo en Guatemala en donde se establecen medidas de mitigación para la gestión de pulpa residual de café (MARN, 2019). En este Plan de Gestión Ambiental se propone un plan de buenas prácticas de manejo de subproductos del café y el aprovechamiento de los subproductos orgánicos como la pulpa y el mucílago como fuentes para la producción de abono para el acondicionamiento de suelos, reúso de aguas mieles para fertirriego, entre otras propuestas para dar un valor agregado a estos subproductos y darle una mayor competitividad a los beneficios de café guatemaltecos.

Figura 6: Plan de gestión ambiental de los procedimientos secundarios (gestión de pulpa)

PLAN DE GESTIÓN AMBIENTAL DE LOS PROCEDIMIENTOS SECUNDARIOS

PLAN DE GESTIÓN AMBIENTAL			SISTEMA DE MONITOREO Y EVALUACIÓN			
ACTIVIDAD	VARIABLES, FACTORES O MEDIOS AMBIENTALES	IMPACTO AMBIENTAL	MEDIDAS DE MITIGACIÓN PROPUESTAS	INDICADORES DE MONITOREO AMBIENTAL	MÉTODOS O TIPOS DE ANÁLISIS	FRECUENCIA DE MONITOREO
Gestión de pulpa	Suelo	Calidad de escorrentía	Según las condiciones topográficas del terreno, establecer y mantener prácticas de conservación de suelos, tales como: barreras vivas o muertas, acequias, entre otras, para disminuir el arrastre de sedimentos y evitar la erosión.	Programa Gremial de Capacitación Permanente Aprendiendo para Competir Mejor	Metodología teórico práctico, inductivo-deductivo	Annual
	Agua	Calidad de agua	<ul style="list-style-type: none"> Plan de buenas prácticas de manejo de subproductos del café Aprovechamiento de este subproducto orgánico (pulpa) como abono para el cultivo de café y otros cultivos Acumulación de pulpa con manejo de lloviznos, para su disposición adecuada 	Informe gremial de resultados de monitoreo de efluentes	<ul style="list-style-type: none"> Fisicoquímico y microbiológico Monitoreo de efluentes, según la regulación vigente en descargas de aguas residuales 	Una vez cada dos años, durante la temporada de operación del beneficio
	Aire	Generación de emisiones gaseosas	<ul style="list-style-type: none"> Plan de buenas prácticas de manejo de subproductos del café Aprovechamiento de este subproducto orgánico (pulpa) como abono para el cultivo de café y otros cultivos 	Programa Gremial de Capacitación Permanente Aprendiendo para Competir Mejor	Metodología teórico práctico, inductivo-deductivo	Annual

Fuente: (Anacafé, 2019).

F. Materiales lignocelulósicos

Los materiales lignocelulósicos tienen una estructura básica muy similar, pero varían en cuanto a composición química y estructura física. Por lo general estos materiales contienen entre 30-60% de celulosa, 10-30% de hemicelulosa y 10-20% de lignina. La celulosa proporciona resistencia y flexibilidad para las plantas, mientras que la lignina protege a la celulosa de ataques químicos y biológicos y le da soporte estructural. Por último, la hemicelulosa es la que une la lignina a la celulosa (Lee, 2009).

La celulosa “nativa” está compuesta básicamente de microfibras que contienen un número indefinido de unidades fibrilares como se muestra en la siguiente figura:

Figura 7: Esquema de la estructura de las fibrillas de celulosa en la pared celular de las plantas

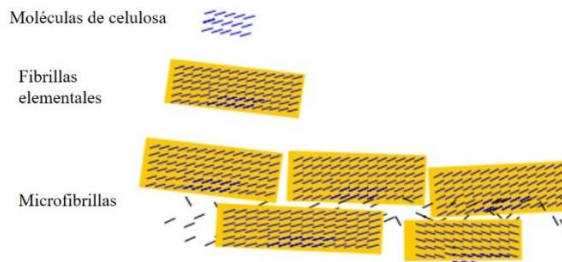


Figura 4.10 Esquema de las fibrillas de celulosa en la pared celular de las plantas

Fuente: (Lee, 2009)

Las moléculas de celulosa son polímeros lineales hidrofílicos que se unen para formar fibrillas elementales (protofibrillas). Los polímeros lineales en una fibrilla elemental están orientados de forma paralela y se unen por medio de enlaces de hidrógeno para formar una región cristalina que está rodeada por una capa desordenada de moléculas de celulosa (región amorfa). Todo este complejo que se forma es llamado una microfibrilla. Las microfibrillas en los componentes de la pared celular están rodeados por una capa de hemicelulosa y lignina (Lee, 2009).

La celulosa y lignina son ambos polímeros, y componentes principales de la biomasa leñosa, sin embargo, sus características químicas son completamente diferentes.

1. Lignina

La lignina es un biopolímero aromático complejo de gran peso molecular y se forma por la polimerización de radicales alcoholes p-hydroxyciannamyl (Lee, 2009).

Es importante comprender que el término lignina no se refiere a un compuesto específico, sino que es un término colectivo que agrupa a una serie de polímeros grandes con estructuras similares. La complejidad de la estructura química de la lignina hace que sea muy difícil de utilizar excepto como un combustible sólido, debido a su alto poder calorífico 8.19 kW/kg (12,700 BTU/lb) (Lee, 2009).

2. Hemicelulosa

La hemicelulosa está compuesta principalmente por xilano, un polímero ramificado compuesto por un azúcar de cinco carbonos (xilosa). El grado de polimerización típico de la hemicelulosa es de 50-200, indicando que es un polímero de menor tamaño que las moléculas de celulosa. La hidrólisis ácida de la hemicelulosa $(C_6H_{10}O_5)_n$ produce principalmente xilosa $(C_6H_{10}O_5)$ y glucosa $(C_6H_{12}O_6)$ (Lee, 2009). La xilosa es un azúcar que puede convertirse a furfural o que puede fermentarse para la producción de etanol. McMillan (1993) menciona que las cepas *Candida shehatae*, *Pa. Tannophilus* y *P. stipitis* son las especies de levadura más prometedoras para la producción de etanol a partir de la fermentación de xilosa.

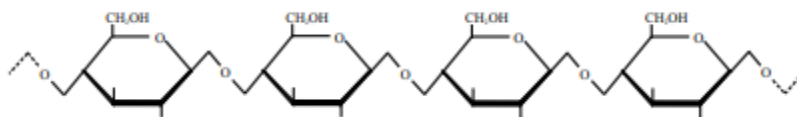
Sánchez *et al* (2010) mencionan que la hemicelulosa está compuesta por heteropolímeros lineales y ramificadas de pentosas (como xilosa y arabinosa) y hexosas (manosa, glucosa y galactosa). De acuerdo con Gladysenko (2011) la hemicelulosa puede hidrolizarse a sus componentes monoméricos, relativamente fácil utilizando ácidos. Los componentes monoméricos de la hemicelulosa son D-glucosa, D-manosa, D-xilosa, L-arabionasa y pequeñas cantidades de L-ramnosa. La composición de la hemicelulosa varía significativamente para cada tipo de biomasa. Generalmente, la biomasa lignocelulósica

dura contiene una proporción alta de unidades de xilosa y más grupos acetilo que la biomasa lignocelulósica blanda. Por el contrario, la biomasa lignocelulósica blanda, por lo general, contiene una mayor proporción de unidades de manosa y galactosa (Gladysenko, 2011).

3. Celulosa

Los polisacáridos consisten en muchas unidades de azúcares simples unidas. La celulosa, es un polisacárido formado por 1,800-3,000 unidades de glucosa unidas unas a otras. La celulosa puede llegar a tener un peso molecular con un rango entre 300,000 – 500,000 g/mol. La celulosa es uno de los tres principales componentes estructurales de la membrana celular de las plantas, junto con la hemicelulosa y la lignina. Este polisacárido es el compuesto orgánico de origen natural más abundante en el planeta tierra (Lee, 2009).

Figura 8: Estructura de la celulosa



Fuente: (Lee, 2009)

Debido al gran número de grupos carboxilo unidos a los carbonos de las unidades de glucosa en la cadena de celulosa, este polisacárido puede ramificarse por medio de enlaces glucosídicos (Lee, 2009). Sánchez *et al* (2010) mencionan que la celulosa está conformada por subunidades de D-glucosa, unidas por β -1,4 glicosídicos y que posee dos estructuras: una cristalina (organizada) y otra amorfa. Las cepas de celulosa son paquetes llamados fibrillas de celulosa. Estas fibrillas de celulosa, por lo general, son independientes y están vinculadas muy débilmente a través de puentes de hidrógeno.

El sistema digestivo de los seres humanos y la mayoría de los animales (excepto los rumiantes) no contiene las enzimas necesarias (celulasa) para la hidrolizar los enlaces β -glucosídicos. Sin embargo, la celulasa se encuentra en el sistema digestivo de rumiantes, la mayoría de insectos, hongos, algas y bacterias y es por eso que pueden consumir plantas como fuente de alimento (Lee, 2009).

G. Pretratamiento de la celulosa e hidrólisis

En los procesos de síntesis por vía biológica de etanol se utilizan comúnmente los azúcares contenidos en jugos de diferentes frutas, caña de azúcar, remolacha, entre otros. Sin embargo, la biomasa celulósica puede representar una fuente de materia prima para la

producción de etanol a partir de su fermentación. La limitante de este tipo de biomasa es la poca disponibilidad de azúcares fermentables que tienen. De acuerdo con Jiménez *et al.* (2012) para poder obtener un mejor rendimiento en la fermentación alcohólica de este tipo de biomasa es necesario incorporar un pretratamiento de hidrólisis que modifique la estructura de la biomasa celulósica.

Los principales obstáculos en la hidrólisis de la celulosa es la interferencia de la lignina (que adhiere las fibras de celulosa unas con otras) y la estructura cristalina ordenada de la celulosa. Por lo general se requiere de un pretratamiento para disminuir la interferencia de estos obstáculos y poder separar las fibrillas celulósicas elementales. Esto con el fin de mejorar la degradación del material lignocelulósico a glucosa (Lee, 2009). El pretratamiento más utilizado es la molienda del material lignocelulósico utilizando un molino de bolas. Este pretratamiento reduce la cristalinidad, separa gran parte de la lignina adherida a la celulosa y reduce el tamaño de partícula del material, de manera que se aumenta la superficie de contacto, la densidad de bulto y la solubilidad en el agua. Sin embargo, el mayor inconveniente de la molienda de la celulosa son el costo y el hecho de que no se remueven las sustancias no celulósicas, como la lignina (Lee, 2009).

La porosidad del material es un factor importante en la remoción de los enlaces cruzados intermoleculares entre la hemicelulosa, celulosa y lignina. Dependiendo de la composición de la biomasa el pretratamiento es eficaz para un posterior ataque químico o enzimático para degradar la celulosa (Fan *et al.*, 1987).

H. Hidrólisis ácida

El material lignocelulósico, como los residuos agrícolas, son un recurso renovable abundante para la producción de azúcares por medio de un proceso de sacarificación en un medio catalizado por ácidos o enzimas. Los métodos industriales de hidrólisis catalizada por ácido se pueden dividir en dos categorías generales: los procesos a baja temperatura y una solución concentrada de ácido y los procesos a alta temperatura con soluciones de ácido diluidas. Dependiendo de las condiciones de operación y de la naturaleza del material lignocelulósico, la hidrólisis puede solubilizar distintos tipos de polisacáridos como la celulosa, la hemicelulosa, entre otros (Urbanejo *et al.*, 1996).

Sánchez *et al.* (2010) define la hidrólisis ácida como un proceso químico que emplea catalizadores ácidos para transformar las cadenas de polisacáridos que forma la biomasa (hemicelulosa y celulosa) en sus monómeros elementales (xilosa y glucosa, respectivamente). Este tipo de hidrólisis utiliza distintos tipos de ácidos como catalizadores de la reacción, como, ácido sulfuroso, clorhídrico, sulfúrico, fosfórico, nítrico y fórmico. A nivel industrial los ácidos más utilizados como catalizadores de la reacción de hidrólisis son el ácido sulfúrico y el ácido clorhídrico.

Brethauer y Wyman (2010) mencionan que para poder liberar azúcares fermentables la celulosa y hemicelulosa de la biomasa lignocelulósica deben hidrolizarse química o enzimáticamente. Este tipo de biomasa puede hidrolizarse químicamente por medio de la adición de ácidos, siendo el ácido sulfúrico el más utilizado debido a su costo y baja toxicidad. De acuerdo con Kumar *et al* (2010) la biomasa lignocelulósica es altamente resistente a la hidrólisis, ya que el conjunto de celulosa, hemicelulosa y lignina, están unidos entre sí por enlaces covalentes, puentes intermoleculares y fuerzas de van der Waals

Por lo general, la hemicelulosa es más susceptible a la hidrólisis ácida que la celulosa. Se puede obtener un rendimiento de 85% de conversión de hemicelulosa a azúcares fermentables a condiciones relativamente moderadas, sin embargo, solo una pequeña parte de la celulosa es hidrolizada a glucosa (Brethauer y Wyman, 2010).

En condiciones más severas (mayor concentración de ácido) se puede obtener un mayor rendimiento de conversión de celulosa a glucosa, sin embargo, puede haber una degradación de las azúcares de la hemicelulosa. Eso puede resultar en un menor rendimiento de conversión de hemicelulosa y en la producción de subproductos no deseados que pueden actuar como inhibidores en el proceso de fermentación de azúcares. Los potenciales inhibidores que pueden formarse a partir del tratamiento de la hemicelulosa, la celulosa y la lignina son el HMF, ácido acético, ácido fórmico, ácido hydrobenzoico, vainillina, fenol, formaldehído y furfural (Brethauer y Wyman, 2010).

Como se mencionó anteriormente, la hidrólisis ácida del material lignocelulósico libera algunos inhibidores para la fermentación de azúcares. Existen métodos de desintoxicación química como intercambio iónico, adsorción, adición de carbón activado, extracción líquido-líquido con un solvente o extracción por vapor que pueden mejorar el rendimiento de la fermentación del hidrolizado, pero estos procedimientos son muy costosos. Sin embargo, si la concentración de inhibidores en el hidrolizado es suficientemente baja, se puede obtener buenos rendimientos en la fermentación (Brethauer y Wyman, 2010).

1. Hidrólisis ácida diluida

Los ácidos diluidos pueden utilizarse como catalizadores de una hidrólisis limitada llamada prehidrólisis. Esta consiste en la hidrólisis de la fracción de hemicelulosa. Las fracciones de celulosa y lignina permanecen prácticamente inalteradas. Los ácidos más utilizados para este tratamiento son el ácido sulfúrico (H_2SO_4) y el ácido clorhídrico (HCl) (Sánchez *et al*, 2010).

Los ácidos liberan protones que rompen el enlace heterocíclico del éter entre los monómeros que conforman las cadenas poliméricas formadas por la hemicelulosa y celulosa. El rompimiento de estos enlaces libera diferentes compuestos, en su mayoría

azúcares tales como xilosa, glucosa y arabinosa. La glucosa es la principal azúcar liberada durante la hidrólisis de las fracciones celulósicas o hemicelulósicas.

En este tipo de reacciones se utilizan soluciones con concentraciones de ácido aproximadamente entre 1-5% a temperaturas de reacción altas y con un tiempo de retención relativamente corto (Sánchez *et al*, 2010). Este proceso se caracteriza por un bajo consumo de reactivo y tiempos de reacción relativamente cortos. De acuerdo con Brethauer y Wyman (2010), por lo general, estos procesos operan a una temperatura de 100 a 240 °C. A concentraciones de ácido inicial de 3 a 5 % (p/v) y final de 0.5 a 1% (p/v) y tiempos de reacción variados que van desde 30 minutos hasta 5 horas. El hidrolizado líquido debe ser neutralizado y de ser posible se deben remover los compuestos inhibidores generados, como el HMF producido a partir de la degradación de la glucosa a altas temperaturas, antes de enviarlo a la etapa de fermentación.

La exposición a ácidos diluidos a temperaturas altas se ha desarrollado como un pretratamiento para la sacarificación del material lignocelulósico. Es preferible un procedimiento utilizando una concentración diluida de ácido, debido a que las concentraciones altas de ácido pueden destruir la fracción de xilano de la hemicelulosa. En cambio, los procedimientos que utilizan condiciones menos severas consiguen altos rendimientos de conversión de xilano a xilosa. Es importante obtener un rendimiento alto de conversión de xilano a xilosa para alcanzar un buen rendimiento del proceso en general, ya que el xilano, por lo general, representa un tercio del total de carbohidratos en la mayoría de biomasa lignocelulósica. Sin embargo, la hidrólisis ácida requiere de altas temperaturas de operación, por lo que puede haber descomposición de los azúcares y perjudicar el rendimiento de la fermentación alcohólica posterior. Sin embargo, el Laboratorio Nacional de Energía Renovable de Estados Unidos (NREL, por sus siglas en inglés) favorece la hidrólisis ácida diluida como el proceso de pretratamiento para la producción comercial de etanol a partir de biomasa (Himmel, Baker y Overend, 1994).

Himmel, Baker y Overend (1994) describen de la siguiente forma el proceso de hidrólisis ácida diluida. La biomasa es molida y las partículas con un tamaño nominal menor o igual a 1mm son impregnadas en una solución de ácido sulfúrico con una concentración de 1% (masa/masa) de H₂SO₄. Luego la suspensión de partículas de biomasa y solución de ácido sulfúrico se incuba a una temperatura de 140°C-160°C por un periodo que varía desde algunos minutos hasta una hora. Los autores mencionan que estudios realizados por el NREL de hidrólisis ácida diluida sobre distintos materiales lignocelulósicos como cultivos herbáceos, materiales leñosos y residuos agrícolas, han demostrado que el tratamiento de hidrólisis ácida diluida a temperaturas altas causa que la hemicelulosa se hidrolice. La remoción de la celulosa aumenta la porosidad del material y mejora la posterior hidrólisis de la celulosa en glucosa. El rendimiento de la hidrólisis varía con la temperatura. Para la mayoría de materiales leñosos y cultivos herbáceos, la hidrólisis completa de la hemicelulosa ocurre en 5-10 minutos a una temperatura de 160°C, o en 30-60 minutos a una temperatura de 140°C.

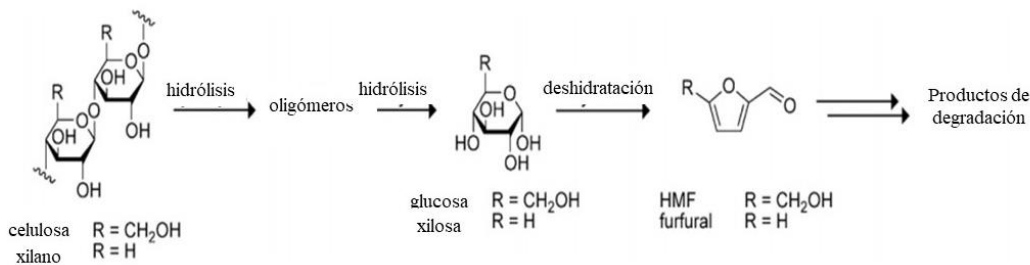
Los factores dominantes que influyen en el rendimiento de la hidrólisis para una variedad de procesos de pretratamiento se pueden entender al examinar la cinética de la hidrólisis ácida diluida (Himmel, Baker y Overend, 1994). El objetivo principal de un pretratamiento de hidrólisis ácida diluida es alcanzar un rendimiento alto de sacarificación mientras que se minimiza la degradación de los azúcares. Las reacciones de hidrólisis de la celulosa, hidrólisis de la hemicelulosa y degradación de azúcares pueden considerarse como procesos de primer orden

2. Mecanismo de la reacción de hidrólisis ácida diluida

La reacción de hidrólisis de polímeros de azúcares en un medio ácido diluido es bastante compleja. El sustrato se encuentra suspendido en estado sólido y el catalizador (ácido) se encuentra disuelto en la fase líquida. Aguilar *et al.* (2002) mencionan que el mecanismo de la reacción de hidrólisis incluye:

- Difusión de protones a través de la matriz lignocelulósica
- Protonación del oxígeno del enlace de éter entre los monómeros
- Rompimiento del enlace
- Generación de un carbocatión como intermediario
- Solvatación del carbocatión con agua
- Regeneración del protón con cogeneración del monómero de azúcar, oligómero o polímero, dependiendo de la del enlace de éter.
- Difusión de los productos en la fase líquida.
- Repetición del mecanismo

Figura 9: Mecanismo de reacción de la hidrólisis de celulosa

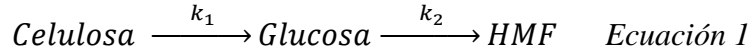


Fuente: (Brethauer y Wyman, 2010)

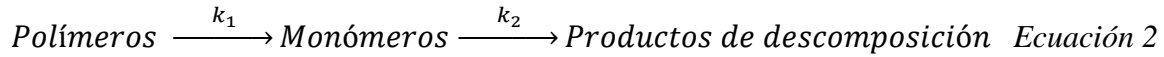
3. Cinética de la hidrólisis ácida

Debido a la dificultad de modelar esta cadena de procesos, se han desarrollado modelos empíricos simplificados para determinar la cinética de la hidrólisis de material lignocelulósico. Los modelos propuestos en la literatura utilizan reacciones irreversibles

en serie de primer orden (Aguilar *et al.*, 2002) El primer modelo exitoso fue propuesto por Saeman:



El producto de descomposición de la glucosa es 5-hidroximetil-2-furfural (HMF). El modelo se aplica a la hidrólisis de la fracción hemicelulósica y por lo tanto se puede generalizar de la siguiente forma:



Para la hidrólisis ácida de biomasa lignocelulósica, el polímero puede ser celulosa o hemicelulosa. La ecuación de diseño para la hidrólisis ácida, en un reactor discontinuo, propuesta por Seaman (Modelo de Seaman) es la siguiente:

$$\frac{C_B}{C_{A0}} = \frac{k_1}{k_2 - k_1} (e^{-k_1 t} - e^{-k_2 t}) \quad \text{Ecuación 3}$$

Donde C_B es la concentración del polímero y C_A es la concentración del monómero. La constante cinética “ k_1 ” (min^{-1}) es la constante de la reacción de generación y “ k_2 ” (min^{-1}) es la constante de la reacción de descomposición. De acuerdo, a Levenspiel (2004) las ecuaciones de la velocidad de reacción para las reacciones irreversibles en serie son:

$$\frac{dC_A}{dt} = -r_A = k_1 C_A \quad \text{Ecuación 4}$$

$$\frac{dC_B}{dt} = -r_R = k_1 C_A - k_2 C_R \quad \text{Ecuación 5}$$

En donde C_A es la concentración del polímero y C_R es la concentración del monómero. El término “ r_A ” es la velocidad cinética de la reacción de generación y “ r_R ” es la velocidad cinética de la reacción de descomposición. De acuerdo con Levenspiel (2004) la ecuación de diseño para reacciones irreversibles en serie de primer orden, en un reactor por lotes es:

$$\frac{C_R}{C_{A0}} = \frac{k_1}{k_2 - k_1} (e^{-k_1 t} - e^{-k_2 t}) \quad \text{Ecuación 6}$$

Se puede observar que la ecuación de diseño propuesta por Levenspiel para reacciones irreversibles en serie de primer orden, en un reactor por lotes (Ecuación 6) y el Modelo de Seaman (Ecuación 3) son exactamente iguales.

4. Correlación de los coeficientes cinéticos (efecto de la temperatura y la concentración de ácido en la reacción de hidrólisis)

“El valor de los coeficientes cinéticos aumenta a medida que aumenta la temperatura y la concentración del catalizador” (Aguilar *et al*, 2002). Los coeficientes cinéticos pueden correlacionarse con la temperatura aplicando la ecuación de Arrhenius:

$$k_i = k_{i0} e^{-\frac{E_a}{RT}} \quad \text{Ecuación 7}$$

En donde:

k_i = el coeficiente cinético (i = 1 o 2)

k_{i0} = factor preexponencial (mismas unidades que k)

E_a = energía de activación (kJ/mol)

R = constante de gases

T = temperatura en unidades absolutas.

Aguilar *et al* (2002) modificaron la ecuación de Arrhenius para modelar el efecto de la concentración de ácido (C) de la siguiente forma:

$$k_i = aC^n e^{-\frac{E_a}{RT}} \quad \text{Ecuación 8}$$

En donde:

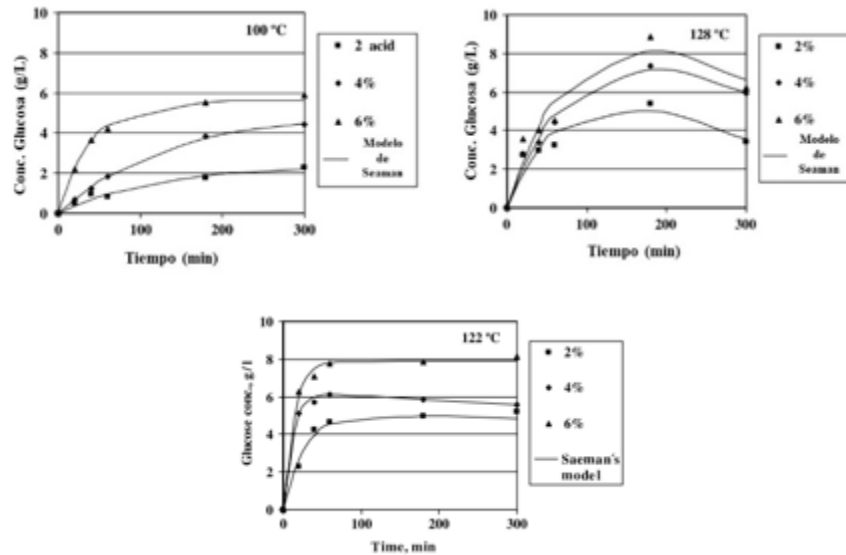
“a” y “n” = parámetros de la regresión (se determinan experimentalmente por ajuste de curvas)

C = concentración de ácido en porcentaje másico %(m/m).

El producto de descomposición de la glucosa es principalmente 5-hidroximetil-2-furfural (HMF). Este compuesto es formado en medio ácido debido a la liberación de tres moléculas de agua de una molécula de glucosa. Aguilar *et al* (2002) hicieron estudios sobre la hidrólisis ácida de bagazo de caña de azúcar diferentes temperaturas y con distintas concentraciones de ácido sulfúrico.

Los resultados de su investigación demuestran que para temperaturas entre 100 – 122°C los valores de la constante cinética de la reacción de descomposición “ k_2 ” son demasiado pequeños en comparación con los valores de la constante cinética de la reacción de generación “ k_1 ”. Esto se debe a que, a estas temperaturas, la reacción de degradación es prácticamente inexistente y puede despreciarse. Sin embargo, como se puede observar en la Figura 10, la concentración de celulosa en el medio llega a un punto máximo y luego la concentración disminuye al realizar la hidrólisis a una temperatura de 128°C. Esto se debe a que la reacción de degradación es tan predominante como la reacción de generación y la glucosa empieza a degradarse a HMF (Aguilar *et al*, 2002).

Figura 10: Dependencia de la concentración de glucosa con el tiempo para diferentes concentraciones de ácido y diferentes temperaturas de operación en la reacción de hidrólisis de bagazo de caña de azúcar



Fuente: (Aguilar *et al*, 2002)

Las figuras demuestran que, a temperaturas y concentraciones de ácido sulfúrico moderadas, un pequeño porcentaje de los glucanos son susceptibles a hidrolizarse. Aguilar *et al* (2002) consideran que a estas condiciones la fracción de los polímeros hidrolizados corresponde únicamente a la hemicelulosa. En las condiciones más severas de temperatura y pH, una mayor fracción de los glucanos son susceptibles a hidrólisis. Los autores sugieren que en estas condiciones se hidroliza toda la fracción de hemicelulosa y se empieza a hidrolizar la fracción de celulosa del material. Sin embargo, a estas condiciones también hubo una mayor degradación de la glucosa a HMF que puede actuar como un inhibidor en una posterior fermentación del hidrolizado. La celulosa por lo general no es hidrolizada en el rango de las condiciones operación utilizadas comúnmente para la hidrólisis ácida. Por lo tanto, la glucosa liberada procede casi por completo de la hidrólisis de hemicelulosa (Aguilar *et al*, 2002).

De acuerdo con Vásquez (2015) los polisacáridos, oligosacáridos y monosacáridos a temperaturas elevadas y medios ácidos, sufren una deshidratación por acción de los catalizadores ácidos y el agua, que favorece la hidrólisis del enlace glucosídico y lleva a la formación de un compuesto en forma de anillo pentagonal de furfural o hidroximetilfurfural (HMF), según sea el origen, ya sea de pentosas o hexosas.

5. Hidrólisis ácida concentrada

Brethauer y Wyman (2010) los procesos de hidrólisis ácida concentrada operan a bajas temperaturas (aproximadamente 40°C) y entregan rendimientos de azúcar de hasta 90% comparado con el rendimiento de glucosa teórico. Sin embargo, para estos procesos el consumo de ácido es bastante alto y el equipo utilizado para la reacción puede sufrir algún tipo de corrosión. Además, para las reacciones de hidrólisis ácida concentrada se requieren tiempos de retención bastante largos (2-6 horas). Los métodos industriales de hidrólisis concentrada operan con concentraciones de ácido entre 10-30% (Sánchez *et al*, 2010).

I. Monosacáridos

Los monosacáridos o azúcares simples son los carbohidratos más simples que existen. Estos carbohidratos son polihidroxialdehídos, polihidroxicetonas y sus derivados. Todos los monosacáridos simples tienen la siguiente fórmula empírica general $(CH_2O)_n$ en donde n es un número entre 3-8. Todos los monosacáridos pueden agruparse dentro de dos categorías generales (Lee, 2009):

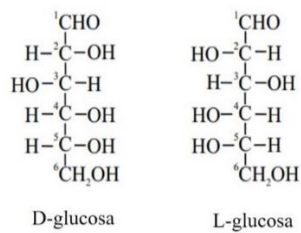
- Aldosas: monosacáridos que contienen un grupo funcional aldehído (-CHO)
- Cetosas: monosacáridos que contienen un grupo funcional cetona (>CO)

Los monosacáridos tienen carbonos asimétricos o carbonos quirales. Un carbono asimétrico es aquel que tienen cuatro átomos o grupos de átomos diferentes unidos a él y que puede representar una fuente de asimetría en la molécula. De acuerdo con Lee (2009) los carbonos asimétricos pueden tener dos posibles arreglos de los grupos que se encuentran alrededor de ellos. Las dos estructuras, llamadas enantiómeros, tienen los mismos átomos y enlaces, pero no pueden superponerse una sobre la otra. Cada enantiómero puede desviar la luz polarizada en la misma medida, pero en direcciones diferentes, por lo que se llaman formas ópticamente activas. El número de posibles isómeros ópticos para un compuesto se puede determinar por la fórmula 2^n , donde “n” es el número de carbonos quirales en el compuesto. Puede haber dos formas asimétricas de un compuesto: la forma D y la forma L. La forma D tiene el grupo hidroxilo (OH) en el lado derecho del carbono asimétrico con numeración más alta y rota la luz polarizada en la dirección positiva, mientras que la forma L tiene el grupo carboxilo en el lado izquierdo y gira la luz polarizada en la dirección negativa.

J. Glucosa o dextrosa

La glucosa es la hexosa más común e importante y se encuentra en la mayoría de las frutas dulces y en el azúcar de la sangre. La glucosa es una aldohexosa que tiene dos formas isoméricas (D y L) como se muestra en la siguiente figura.

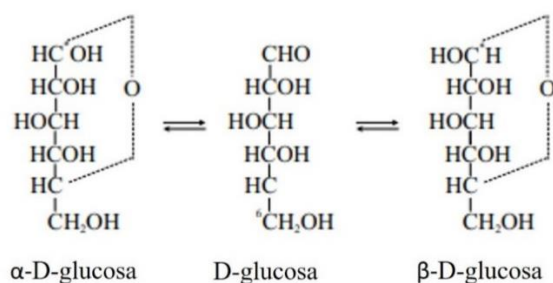
Figura 11: Dos formas isoméricas de la glucosa



Fuente: (Lee, 2009)

De acuerdo con Lee (2009) el isómero D de la glucosa predomina más en la naturaleza. Existen muy pocas azúcares en solución que tengan grupos funcionales aldehído o cetona libres. Los grupos aldehído e hidroxilo en una molécula de glucosa pueden reaccionar para formar un hemiacetal cíclico. El hidrógeno del grupo hidroxilo unido al quinto carbono se une con el grupo aldehído y el oxígeno del mismo grupo OH se une con el carbono 1 como se muestra en la siguiente figura.

Figura 12: Proyección de Fischer de los isómeros de D-glucosa



Fuente: (Lee, 2009)

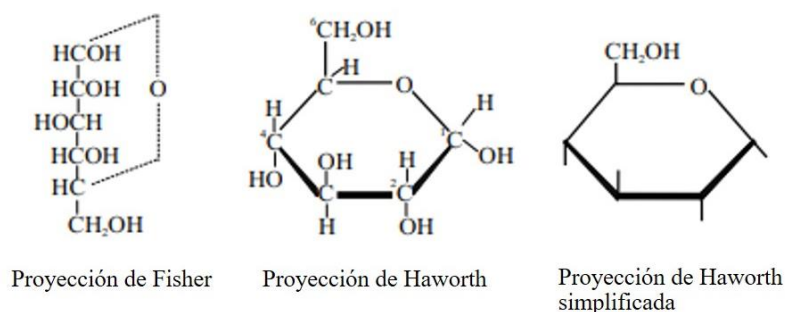
Las aldosas tienen dos grupos funcionales, el carbonilo (C = O) y el hidroxilo (OH), que son capaces de reaccionar entre sí. De acuerdo con Carey y Giuliano (2014) la adición nucleofílica de una función alcohol a un grupo carbonilo forma un hemiacetal y cuando los grupos hidroxilo y carbonilo son parte de la misma molécula, se forma un hemiacetal cíclico. La formación de los hemiacetales cíclicos es más común cuando el anillo que

resulta tiene cinco o seis miembros. Los hemiacetales cíclicos de cinco miembros son llamados furanosas y los de seis miembros son llamados piranosas.

El hemiacetal cíclico formado tiene una forma de anillo y existe un equilibrio entre la forma cíclica y la forma abierta. La formación de un hemiacetal cíclico genera un carbono asimétrico adicional en el carbonilo original. Este nuevo centro asimétrico es conocido como carbono anomérico (C* en la Figura No. 6). De acuerdo con Lee (2009) este nuevo carbono anomérico crea dos estereoisómeros de la D-glucosa como se puede observar en las proyecciones de Fischer lineales de la figura anterior. La estructura con el grupo hidroxilo anomérico orientado hacia la derecha es llamado la forma alfa “ α ”, mientras que el que está orientado a la izquierda es llamado la forma beta “ β ”.

Lee (2009) menciona que una representación más realista de la estructura cíclica de la glucosa cuando se encuentra presente en una solución es la proyección de Haworth. La proyección de Haworth para la α -D-glucosa se muestra en la siguiente figura:

Figura 13: Proyección de Haworth para la α -D-glucosa



Fuente: (Lee, 2009)

Los prefijos “ α ” y “ β ” indican la configuración relativa del carbono anomérico. La configuración del carbono anomérico se compara con la del centro de quiralidad de número más grande de la molécula, es decir, el carbono que determina si el carbohidrato es “D” o “L”. Las proyecciones de Haworth son bastante satisfactorias para representar las relaciones configuraciones en las formas de las piranosas y además, son fáciles de dibujar e interpretar. Sin embargo, estas proyecciones no informan nada acerca de las conformaciones de los carbohidratos. (Carey y Giuliano, 2014).

K. Fermentación alcohólica

1. Ruta metabólica de la glucosa (Glucólisis o ruta EMP)

Uno de los principales desafíos en el desarrollo de un bioproceso es seleccionar un organismo que pueda sintetizar efectivamente el producto deseado. Es importante entender las capacidades metabólicas de los organismos naturales para utilizarlos directamente y sintetizar un producto deseado. El metabolismo es una actividad ordenada que abarca la totalidad de las operaciones químicas y energéticas de la célula. Las diferencias en el metabolismo de diferentes microorganismos se atribuyen parcialmente a las diferencias genéticas y las diferentes respuestas a cambios en el ambiente. Incluso la misma especie puede producir diferentes productos si crece bajo diferentes condiciones ambientales y nutricionales. El control de las rutas metabólicas por medio de la regulación nutricional y ambiental del medio de cultivo del microorganismo se ha convertido en una consideración importante en la bioingeniería (Shuler y Kargi, 2002)

Por ejemplo, la levadura *Saccharomyces cerevisiae* produce etanol cuando crece bajo condiciones anaerobias (ausencia de oxígeno). Sin embargo, bajo condiciones aeróbicas (presencia de oxígeno) y concentraciones altas de glucosa se observa cierta formación de etanol, indicando que la regulación metabólica está controlada tanto por el oxígeno como por la glucosa. Esto se conoce como el efecto Crabtree. En la discusión de rutas metabólicas existen dos conceptos importantes: catabolismo y anabolismo. El catabolismo es el proceso intracelular en el que se degradan compuestos orgánicos a productos más pequeños y simples, por ejemplo, la degradación de glucosa a dióxido de carbono y agua. Este proceso produce energía para la célula. El anabolismo es la síntesis de compuestos complejos a partir de compuestos simples, por ejemplo, la síntesis de glicógeno a partir de glucosa. El anabolismo requiere energía (Shuler y Kargi, 2002).

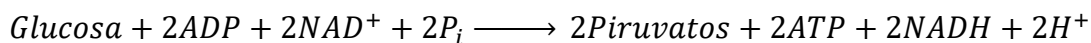
Las reacciones metabólicas son complicadas y varían de un organismo a otro. Como resultado de las reacciones metabólicas los productos se forman dentro de la célula y son liberados. La energía, en los sistemas biológicos, se almacena y transporta principalmente por medio de trifosfato de adenosina (ATP), que contiene enlaces de fosfato altamente energéticos. Las células utilizan ATP para los procesos anabólicos. Las enzimas de las células actúan como catalizadores tanto para las actividades anabólicas como para las actividades catabólicas. La mayoría de las reacciones metabólicas no ocurren lo suficientemente rápido de forma espontánea para mantener los procesos celulares. La presencia de enzimas en la célula cataliza las reacciones metabólicas, aumentando la energía libre y la velocidad de la reacción. Las reacciones metabólicas se componen de múltiples pasos, cada uno catalizado por una enzima. El producto de una reacción es, por lo general, el sustrato para la siguiente reacción (Shuler y Kargi, 2002).

Los microorganismos vivos requieren energía para la biosíntesis, el transporte de nutrientes, la movilidad y el mantenimiento celular. Esta energía se obtiene a partir del catabolismo de compuestos de carbono, en su mayoría carbohidratos. La glucosa es una de las fuentes más importantes de carbono y de energía para muchos organismos vivos, ya

que es un combustible que se oxida fácilmente. Esto quiere decir que la glucosa es un donador de hidrógeno y electrones. Los diferentes microorganismos utilizan distintas rutas metabólicas para el catabolismo de la glucosa. El catabolismo de compuestos orgánicos como la glucosa puede considerarse a través de una serie de tres vías: la glucólisis, también llamada la ruta de Embden.Meyerhoff-Parnas (EMP), el ciclo de Krebs y cadena de transporte de electrones. Cada segmento de la ruta es responsable de un conjunto específico de acciones sobre los productos derivados de la glucosa (Shuler y Kargi, 2002).

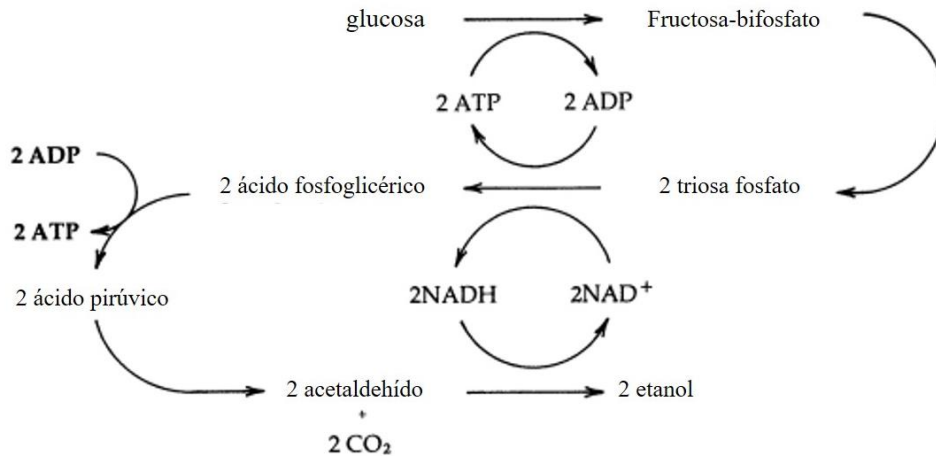
Los productos finales de la fermentación metabólica (etanol, acetona, ácido láctico, etc.) son formados como respuesta a las necesidades de la célula para balancear el consumo y la producción del poder reductor. Este poder reductor es almacenado en NADH o NADPH. El poder reductor puede utilizarse para generar ATP por medio de la cadena de transporte de electrones o por medio de una fermentación. La respiración puede ser aeróbica o anaeróbica, dependiendo del aceptor final de electrones. Si el oxígeno es el aceptor final de electrones para este poder reductor, la respiración es aeróbica. Cuando se utilizan otros aceptores finales de electrones, por ejemplo, un compuesto orgánico, la respiración es anaeróbica. Muchos microorganismos crecen y obtienen energía sin necesidad de utilizar la cadena de transporte de electrones. La generación de energía sin necesidad de utilizar la cadena de transporte de electores o cadena respiratoria se llama fermentación. Esta conversión anaeróbica de la glucosa a algún producto a partir del piruvato es la definición original y exacta de la fermentación, sin embargo, el término ahora abarca una gran gama de conversiones microbiológicas y enzimáticas (Shuler y Kargi, 2002).

La glicolisis es una vía anaeróbica que convierte la glucosa, a través de varios pasos, en ácido pirúvico, como compuesto intermedio. La glucólisis proporciona un medio importante para sintetizar ATP en ausencia de oxígeno. Los primeros pasos de la glicolisis son reacciones catalizadas por una serie de enzimas en las que ocurre la oxidación de la glucosa y existe un consumo de ATP, sin embargo, la reacción global de glicólisis tiene una producción neta de ATP positiva. La síntesis neta de ATP en la glicólisis es de 2 moles de ATP por mol de glucosa bajo condiciones anaeróbicas. Después de varias reacciones enzimáticas se logra la degradación o fermentación de la glucosa a dos moléculas de piruvato o ácido pirúvico, que es un metabolito fundamental para el metabolismo y el procesamiento de nutrientes de los microorganismos. El piruvato puede ser fermentado, bajo condiciones anaeróbicas, a ácido láctico, etanol, ácido acético, acetona, butanol u otros productos o puede oxidarse, bajo condiciones aeróbicas, a CO₂ y NADH por medio del ciclo de Krebs (Shuler y Kargi, 2002). La reacción general de la glicólisis es la siguiente:



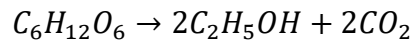
Ecuación 9

Figura 15: Fermentación de glucosa para producción de etanol



Fuente: (Shuler y Kargi, 2002).

De acuerdo con Vázquez y Dacosta (2007) la fermentación alcohólica es una bioreacción que permite degradar azúcares en alcohol y dióxido de carbono. A pesar de que la fermentación alcohólica tiene una serie de reacciones enzimáticas diferentes, el mecanismo de reacción y la estequiometría de ésta pueden representarse mediante la siguiente ecuación química:

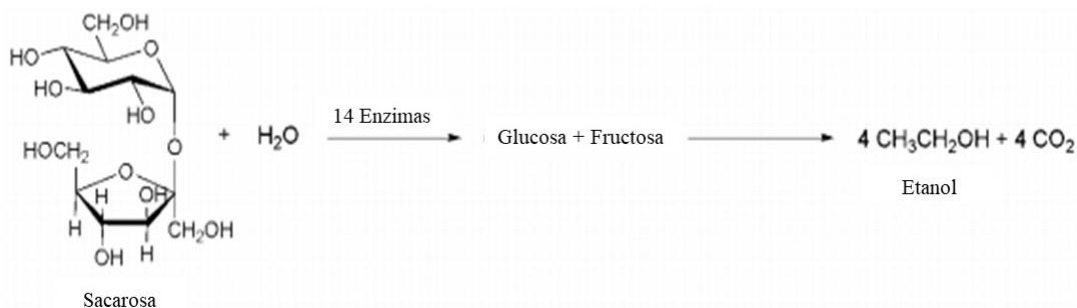


Ecuación 10

Los microorganismos responsables de esta transformación son las levaduras. La cepa *Saccharomyces cerevisiae*, es la especie de levadura más utilizada para la fermentación alcohólica. A pesar de que la estequiometría de la reacción parece simple, realmente la fermentación alcohólica lleva una secuencia de transformaciones complejas para poder transformar la glucosa en dos moléculas de etanol y dos moléculas de dióxido de carbono. Vázquez y Dacosta (2007) mencionan que el rendimiento teórico estequiométrico para la transformación de glucosa en etanol es de 0.511 g de etanol y 0.489 g de dióxido de carbono por cada gramo de glucosa. Este valor teórico fue calculado por Gay Lussac, sin embargo, es muy difícil lograr este rendimiento.

La sacarosa, también conocida como azúcar de mesa, también es utilizada como fuente de carbono para la producción de etanol y dióxido de carbono por parte de microorganismos como la levadura. La sacarosa es un disacárido que es hidrolizada en dos azúcares simples, glucosa y fructosa, con la ayuda de enzimas que el microorganismo sintetiza. La fructosa es convertida a etanol de la misma forma que la glucosa, por lo que la fermentación de un mol de sacarosa produce cuatro moles de etanol y cuatro moles de dióxido de carbono (Williamson, Minard y Masters, 2007). En el siguiente diagrama se puede observar la reacción general de la fermentación de sacarosa en etanol:

Figura 16: Mecanismo de reacción para la fermentación alcohólica de sacarosa



Fuente: Williamson, Minard y Masters (2007)

3. Levaduras

Las levaduras son una especie de hongo. Los hongos son plantas que no contienen clorofilas y por lo tanto no son organismos autótrofos, es decir, que no puede sintetizar su propia fuente de energía. Las levaduras están distribuidas extensamente en la naturaleza. Se encuentran en frutas, granos y otros alimentos que contienen azúcares. También se encuentran en la tierra, el aire, en la piel y en el intestino de animales. Debido a que las levaduras no tienen clorofila, dependen de otras plantas y animales para obtener una fuente energética. Las levaduras son organismos unicelulares que tienen una forma esférica u ovoide. Su tamaño es de 1-5 μm de ancho y 5-30 μm de largo. Su membrana celular es bastante delgada para células jóvenes pero el espesor de ésta aumenta con la edad (Lee, 2009).

El patrón de crecimiento común de las levaduras son los brotes, que es un proceso asexual en el cual una célula hija se forma en la superficie de la célula madura. El brote o célula hija crece y se llena de material nuclear y citoplásmico de la célula madre. Cuando el brote es del tamaño de la célula madre, las dos células se separan (Lee, 2009).

4. Cultivo de microorganismos

El crecimiento de poblaciones de microorganismos en ambientes artificiales se llama cultivo. Un cultivo que contiene solamente un tipo de microorganismo se llama cultivo puro. Un cultivo mixto es una población que contiene más de un tipo de microorganismo. De acuerdo con Lee (2009) existen tres pasos necesarios para el cultivo de un microorganismo: preparar un medio de cultivo en el cual los microorganismos puedan crecer de mejor forma, esterilizar el medio de cultivo e inocular el microorganismo en el medio preparado. De acuerdo con Shuler y Kargi (2002) el control de las rutas metabólicas por medio de la regulación nutricional y ambiental del medio de cultivo del microorganismo se ha convertido en una consideración importante en la bioingeniería.

a. Preparación del medio de cultivo

Para cultivar microorganismos, el medio de cultivo se debe preparar en un tubo de ensayo, un Erlenmeyer, una caja Petri o un fermentador. Existen dos tipos principales de medio de cultivo: naturales y sintéticos. Estos dos tipos de medio de cultivo varían en forma y composición, dependiendo de la especie de microorganismo que se va a cultivar y el propósito del cultivo. Los medios de cultivo naturales son aquellos utilizados en base a la experiencia y no en base a conocimiento exacto de su composición y acción. Por lo general, para este tipo de medios se utilizan extractos de componentes biológicos encontrados en la naturaleza. Cuando se dese un medio de cultivo sólido se puede incorporar un medio de solidificación como gelatina o agar nutritivo al medio. Los medios de cultivo sintéticos consisten de soluciones diluidas de compuestos orgánicos e inorgánicos conocidos y puros. Es un medio químicamente definido. Por lo general, estos medios de cultivo se utilizan para trabajos de investigación. Estos medios de cultivo tienen la ventaja de ser replicables, ya que se puede obtener la misma composición si se sigue cierta metodología. Es importante preparar un medio de cultivo con un ambiente nutricional y ambiental regulado para asegurar que los microorganismos puedan crecer de mejor forma (Lee, 2009).

b. Esterilización

Cuando se selección un medio de cultivo apropiado para un microorganismo específico, este se introduce en un recipiente de cultivo. Es importante que el recipiente de cultivo esté cubierto para que el medio de cultivo esté completamente aislado, de manera que no exista un intercambio de gases con la atmósfera y que microorganismos extraños no ingresen al medio de cultivo. El medio de cultivo se esteriliza para eliminar todos los microorganismos vivos que se encuentran en el medio y el recipiente de cultivo. El método más común de esterilización es por vapor a alta presión dentro de una autoclave. Generalmente, la autoclave se opera a una presión de 103.42 Pa y a una temperatura de 121°C. El tiempo de esterilización depende de la naturaleza del material, el tipo de contenedor y el volumen del medio de cultivo (Lee, 2009).

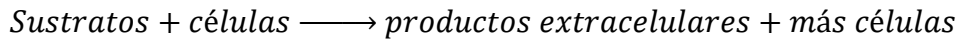
c. Inoculación

La inoculación es el sembrado de un material microbiológico (inóculo) en el medio de cultivo esterilizado. El inóculo se puede introducir de diferentes formas al medio de cultivo. Por ejemplo, en cajas Petri y otros medios de cultivo sólidos se utiliza un asa bacteriológica para sembrar un microorganismo. El asa se introduce en una llama hasta que se torna de un color rojo para esterilizarla antes de entrar en contacto con el microorganismo. Luego se utiliza para esparcir el microorganismo en el medio de cultivo sólido. Los inóculos líquidos se pueden introducir al medio de cultivo por medio de una pipeta. Existen técnicas

para pipetear el inóculo correctamente y evitar la contaminación de microorganismos extraños en el medio de cultivo (Lee, 2009).

5. Crecimiento celular en cultivo batch

El crecimiento microbiano es un buen ejemplo de una reacción autocatalítica. Para los microorganismos, el crecimiento es la respuesta principal a su ambiente fisicoquímico. El crecimiento es el resultado tanto de la reproducción como del cambio del tamaño celular. Los microorganismos pueden crecer bajo una variedad de condiciones físicas, químicas y nutricionales. En un medio adecuado, los organismos extraen nutrientes del medio y los convierten en productos biológicos. Parte de estos nutrientes o sustratos se utilizan para la producción de energía y parte son utilizados para la biosíntesis y formación de productos. Como resultado del consumo de nutrientes, la masa microbiológica aumenta con el tiempo (Shuler y Kargi, 2002). Un balance de masa general para una reacción biológica es el siguiente:



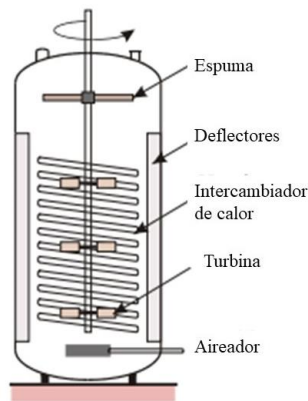
Un cultivo batch o cultivo por lotes es un proceso discontinuo bien controlado efectuado en un fermentador, en el que la concentración de sustratos, células y productos varían con el tiempo. El crecimiento de los microorganismos procede a medida que se da la reacción y las células más se propagan. El medio ambiente, la composición y el estado fisiológico del medio cambian durante el proceso batch. El consumo de sustrato y el crecimiento de la concentración de biomasa (microorganismos) se monitorean con el tiempo. El ciclo de crecimiento celular típico de un cultivo batch incluye cinco fases de crecimiento: la fase lag, la fase de crecimiento exponencial, la fase de desaceleración, la fase estacionaria y la fase de muerte (Shuler y Kargi, 2002).

6. Fermentadores de tanque agitado (STR)

De acuerdo con Lee (2009) un bioreactor o fermentador, es un equipo en el cual ocurren transformaciones bioquímicas causadas por la acción de enzimas o células vivas. En laboratorios, las células por lo general se cultivan en matraces Erlenmeyer en un agitador. Una agitación leve en un Erlenmeyer es bastante efectiva para suspender las células y aumentar la transferencia de masa de los nutrientes sin dañar la estructura celular de los organismos. Para operaciones a mayor escala, el reactor de tanque agitado (STR, por sus siglas en inglés) es el diseño utilizado con más frecuencia. Se puede utilizar tanto para fermentación aeróbica como anaeróbica para una gran variedad de células. La intensidad de mezclado puede variarse escogiendo el tamaño del impelente del agitador y variando la velocidad de agitación. La agitación mecánica es efectiva para la suspensión de células, la mezcla y homogenización del medio y la transferencia de calor.

El STR fue uno de los primeros fermentadores desarrollados a mayor escala en la industria farmacéutica. Por lo general los STR están contruidos a partir de acero inoxidable y operan con condiciones moderadas, por lo tanto, su expectativa de vida es bastante alta. La razón de altura-diámetro de estos rectores es de 2-1 o de 3-1, por lo general. Por lo general son agitados con dos o tres impelentes de turbina. El eje del impelente entra al contendor por la parte superior a través de un soporte de rodamientos y un ensamblaje de sello mecánico. Por lo general, los STR contienen deflectores en sus costados para aumentar la turbulencia de la solución y mejorar la eficiencia del mezclado. Para fermentación aeróbica, se utiliza un rociador en el fondo del rector para airearlo. La temperatura del rector se control por calefacción o enfriamiento, dependiendo de lo que el sistema requiera. Para el control de temperatura, el equipo requiere de equipos auxiliares. Una de las mayores desventajas de este reactor es que su agitador consume una gran cantidad de energía (Lee, 2009).

Figura 17: Diagrama general de un fermentador de tanque agitado (STR)



Fuente: Lee (2009)

Un STR ideal asume que la composición del contenido es homogénea en todo momento. Si el medio de cultivo líquido se inocula, las células empezarán a crecer exponencialmente luego de la fase lag.

7. Rendimiento

El rendimiento se define como la relación entre los gramos de etanol producido por cada gramo de sustrato consumido. El rendimiento teórico, que sirve como referencia para cuantificar la eficiencia de un microorganismo, es de 0.511 g de etanol/g de sustrato consumido. Este rendimiento siempre es menor, debido a que parte de las azúcares se convierten a masa celular de los organismos (Maiorella, Wilkie y Blanch, 1999).

El rendimiento de la producción de etanol a partir de biomasa debe basarse en la biomasa alimentada al reactor. En procesos de fermentación con diferentes fuentes de

carbono presentes como azúcares solubles, se deben hacer la suposición de que todas las hexosas y pentosas pueden utilizarse por el microorganismo (Hatzis, 1996). Entonces, el rendimiento de etanol basado en el contenido total de hexosas y pentosas se define como:

$$Y_E = \frac{g \text{ EtOH producidos}}{g \text{ azúcares de C6 o C5 en el sustrato}} \quad \text{Ecuación 11}$$

Cualquier azúcar de materiales a base de almidón pueden convertirse en etanol por microorganismos. Se puede determinar dos tipos de rendimientos: el rendimiento de etanol sobre azúcares iniciales totales “Y₁” y el rendimiento sobre azúcares consumidas “Y₂” (Caldeiro, Tanaka, Ida y Spinosa, 2016).

$$\text{Rendimiento sobre azúcares iniciales} = Y_1 = \frac{(Et_f - Et_i) \times 100}{TS_i} \quad \text{Ecuación 12}$$

$$\text{Rendimiento sobre azúcares consumidas} = Y_2 = \frac{(Et_f - Et_i) \times 100}{(TS_i - TS_f)} \quad \text{Ecuación 13}$$

En donde:

Et_f = contenido final de etanol (g/L)

Et_i = contenido inicial de etanol (g/L)

TS_i = contenido inicial de azúcares totales (g/L)

TS_f = contenido final de azúcares totales (g/L)

Adicionalmente, se puede calcular un rendimiento relativo, tomando en cuenta la conversión máxima teórica (estequiométrica) de una hexosa a etanol, 0.511 g de etanol/g de sustrato consumido.

$$\text{Rendimiento relativo sobre azúcares iniciales} = Y_1 = \frac{(Et_f - Et_i) \times 100}{TS_i(0.511)} \quad \text{Ecuación 14}$$

$$\text{Rendimiento relativo sobre azúcares consumidas} = Y_2 = \frac{(Et_f - Et_i) \times 100}{(TS_i - TS_f)(0.511)} \quad \text{Ecuación 15}$$

8. Inhibición por producto

El etanol generado por la fermentación afecta el desempeño de los microorganismos fermentadores. Causa inhibición en el crecimiento microbiano y reduce el rendimiento producto/sustrato. Por lo general, una concentración de etanol mayor al 6% (p/v) tiene un efecto inhibitorio sobre los microorganismos. La mayoría de las cepas toleran una concentración de 5.5 % (p/v) de etanol en el medio de cultivo (Pandey, Larroche, Soccol y Dussap, 2008).

L. Operación de destilación

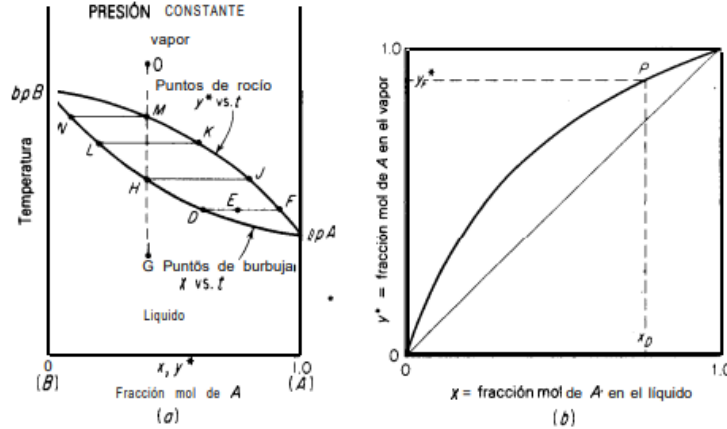
“La destilación es un método para separar los componentes de una solución; depende de la distribución de las sustancias entre una fase gaseosa y una líquida, y se aplica a los casos en que todos los componentes están presentes en las dos fases (Treybal, 2007). La nueva fase se crea por evaporación o condensación a partir de la solución original. La diferencia entre una destilación y una evaporación es que en la primera, todos los componentes de la solución líquida son apreciablemente volátiles, como en el caso de una mezcla de etanol y agua. Al aplicar calor a una solución líquida con dos componentes con una volatilidad similar, es posible evaporar parcialmente la solución y crear una fase gaseosa con una concentración mayor, del líquido más volátil, que la solución inicial. Debido a que la fase gaseosa es más rica en el líquido más volátil que el líquido residual, se logra cierto grado de separación. “Por medio de la manipulación adecuada de las fases, o mediante evaporaciones y condensaciones repetidas, es posible lograr un grado de separación tan completo como se quiera y recobrar los dos componentes de la mezcla con la pureza deseada” (Treybal, 2007).

De acuerdo a Treybal (2007) la destilación posee ciertas limitaciones como proceso de separación debido a que la fase gaseosa es químicamente muy similar a la fase líquida, y por lo tanto, el cambio de composiciones resultante por distribuir los componentes entre las dos fases generalmente no es muy grande. En algunos casos, el cambio de composición entre las dos fases es tan pequeño que incluso puede no haber un cambio en la composición (formación de un azeótropo) indicando que el proceso de destilación no es práctico para la separación de dichos componentes.

1. Equilibrio vapor-líquido a presión constante de mezclas binarias

De acuerdo con Treybal (2007) los métodos de destilación se aplicarán con éxito si se comprenden los equilibrios que existen entre la fase vapor y líquido de las mezclas encontradas. En una mezcla binaria se asumen que los dos componentes líquidos se disuelven en cualquier proporción para formar soluciones homogéneas, las cuales no son necesariamente ideales, y que no hay una complicación entre los puntos de ebullición máximos o mínimos. El componente “A” de una mezcla binaria A-B se considera como el más volátil, es decir, que la presión de vapor de “A” puro a cualquier temperatura es mayor que la presión de vapor de “B” puro. El equilibrio entre vapor-líquido para cada sustancia pura de una mezcla es su relación entre la presión de vapor y la temperatura como se muestra en la siguiente figura:

Figura 18: Equilibrios a presión constante vapor-líquido



Fuente: Treybal (2007)

Para mezclas binarias es importante considerar la concentración de cada componente en ambas fases. Las fracciones mol son las unidades más convenientes de concentración que pueden utilizarse de acuerdo con Treybal (2007). Se le asigna “ x ” a la fracción molar de la sustancia más volátil (A) en el líquido y la variable “ y^* ” a la correspondiente fracción molar en el equilibrio del componente más volátil (A) en el vapor.

La curva de equilibrio a presión constante que se muestra en la Figura No. 19 se extiende desde el punto de ebullición de “B” puro en el lado izquierdo del diagrama hasta el punto de ebullición de “A” puro en el lado derecho del diagrama a la presión considerada. La curva que se encuentra en la parte superior del diagrama proporciona la relación entre la temperatura y la concentración de “A” en el vapor. Esta curva se llama curva de temperatura del punto de rocío. La curva inferior del diagrama proporciona la relación entre la temperatura y la composición del líquido y se llama curva de temperatura del punto de burbuja. Las mezclas de líquido y vapor en el equilibrio están a la misma temperatura y presión. En el diagrama se puede observar que una línea de unión une las mezclas en el equilibrio en fase líquida y fase gaseosa. Para cada diagrama hay un número infinito de líneas de unión. Una mezcla que se encuentra en la curva inferior es un líquido saturado, en cambio, una mezcla que se encuentra en la curva superior es un vapor saturado. Una mezcla que se encuentra en medio de las dos curvas en el diagrama es una mezcla de dos fases, que consta de una fase líquida de cierta composición y una fase gaseosa de diferente composición, en proporción tal que la composición promedio de toda la mezcla se representa mediante “ E ” (Treybal, 2007).

Treybal (2007) menciona que las composiciones vapor-líquido en el equilibrio también pueden representarse sobre un diagrama de composición (x vs. y^*) como el que se encuentra en el lado derecho de la Figura No. 19. Un punto sobre este diagrama representa una línea de unión entre dos puntos del diagrama del lado izquierdo. En este caso, debido a que el vapor es más rico en la sustancia más volátil, la curva tiene una concavidad hacia arriba y se encuentra por encima de la diagonal de 45° que se trazó como comparación.

A continuación, se presenta la tabla con los datos de equilibrio vapor-líquido para el sistema binario etanol-agua a 1 atm de presión en fracciones molares obtenido del libro *Ingeniería de procesos de separación* de Wankat:

Figura 19: Datos de equilibrio vapor-líquido para el sistema binario etanol-agua a 1 atm de presión en fracciones molares

Tabla 2-1. DATOS DE EQUILIBRIO VAPOR-LÍQUIDO PARA ETANOL Y AGUA A 1 ATM, X Y Y EN FRACCIONES MOLARES.

x_{EtOH}	x_w	y_{EtOH}	y_w	$T, ^\circ C$
0	1.0	0	1.0	100
0.019	0.981	0.170	0.830	95.5
0.0721	0.9279	0.3891	0.6109	89.0
0.0966	0.9034	0.4375	0.5625	86.7
0.1238	0.8762	0.4704	0.5296	85.3
0.1661	0.8339	0.5089	0.4911	84.1
0.2337	0.7663	0.5445	0.4555	82.7
0.2608	0.7392	0.5580	0.4420	82.3
0.3273	0.6727	0.5826	0.4174	81.5
0.3965	0.6035	0.6122	0.3878	80.7
0.5198	0.4802	0.6599	0.3401	79.7
0.5732	0.4268	0.6841	0.3159	79.3
0.6763	0.3237	0.7385	0.2615	78.74
0.7472	0.2528	0.7815	0.2185	78.41
0.8943	0.1057	0.8943	0.1057	78.15
1.00	0	1.00	0	78.30

Fuente: Wankat, 2008

2. Volatilidad relativa y formación de azeótropos

Cuanto mayor es la diferencia entre la curva en el equilibrio y la diagonal de 45°, mayor es la diferencia en las composiciones del líquido y del vapor. Esto se traduce en una mayor facilidad para separar las dos sustancias por medio de una destilación (Treybal, 2007). El factor de separación o volatilidad relativa es una medida numérica de esta diferencia entre las composiciones de las fases gaseosa y líquida, y su valor es una medida de la posibilidad de separación de los dos compuestos estudiados por medio de una destilación. La volatilidad relativa se define como la relación de concentraciones de los compuestos “A” y “B” en ambas fases.

$$\text{Volatilidad relativa } \alpha = \frac{\left(\frac{y^*}{1-y^*}\right)}{\left(\frac{x}{1-x}\right)} \quad \text{Ecuación 16}$$

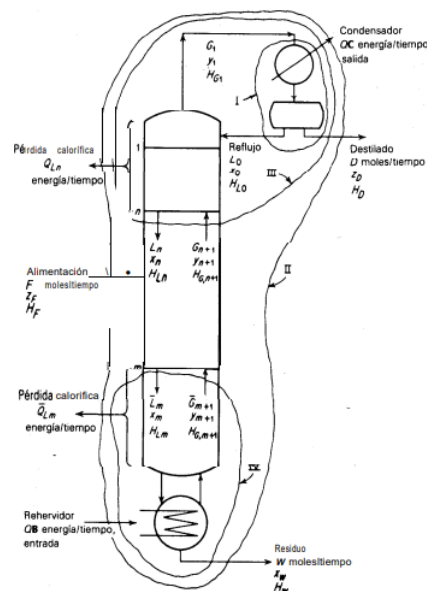
Si el valor de la volatilidad relativa es mayor a la unidad quiere decir que si es posible obtener cierto grado de separación entre los dos compuestos. Entre mayor sea el valor de la volatilidad relativa, mayor será el grado de separación. Si el valor de la volatilidad relativa es igual a uno, quiere decir que se forma una mezcla con concentraciones iguales en la fase líquida y la fase gaseosa y que la separación no es posible. Una mezcla de este tipo forma un azeótropo o mezcla con punto de ebullición constante. Este tipo de soluciones no pueden separarse por completo mediante los métodos ordinarios de destilación a una presión determinada. Sin embargo, en algunos casos un cambio de presión puede eliminar el azeotropismo del sistema (Treybal, 2007).

Treybal (2007) menciona que uno de los azeótropos más importantes es el formado por la mezcla etanol-agua, que a 1 atm de presión aparece a una concentración de 89.4% (mol de etanol/mol de mezcla) y 78.2°C. El azeotropismo de esta mezcla desaparece a presiones menores de 70 mmHg.

3. Destilación fraccionada de mezclas binarias

La rectificación continua, o fraccionamiento, es una operación de destilación a contracorriente en varias etapas. Por lo general, es posible separar los componentes de una solución binaria por medio de este método y recuperar cada componente en el estado de pureza que se desee. La rectificación es el método de separación más utilizado, aunque es relativamente nuevo. La destilación simple se conoce desde el primer siglo A.D., pero hasta 1830 Aeneas Coffey inventó el rectificador a contracorriente en múltiples etapas para destilar etanol a partir granos molidos fermentados (Treybal, 2007). Se considerará el siguiente diagrama para explicar la operación de un fraccionador:

Figura 20: Balances de materia y entalpía total de un fraccionador



Fuente: (Treybal, 2007)

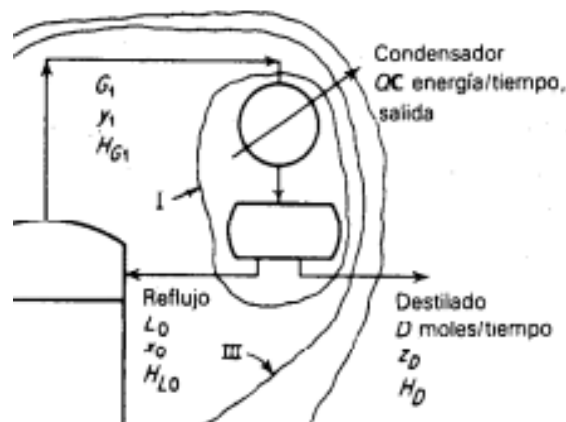
En el diagrama se puede observar el arreglo de un fraccionador. La alimentación ingresa aproximadamente en el centro de una cascada vertical de etapas. El vapor que se eleva en la sección arriba del alimentador, llamada sección de enriquecimiento o rectificadora, se lava con el líquido para eliminar o absorber el componente menos volátil. Este líquido de lavado se obtiene a partir de la condensación del vapor que sale por la parte superior, enriquecido con el componente más volátil. El líquido devuelto a la parte superior de la torre se llama reflujo y la mezcla que se elimina permanentemente es el destilado. El destilado puede ser un vapor, un líquido o una mezcla de ambos, enriquecido con el componente más volátil. La sección que está debajo del plato de alimentación es llamada

la sección de agotamiento. En esta sección, el líquido se desorbe del componente volátil por medio de vapor que se produce por la evaporación parcial del líquido en un rehervidor en fondo del equipo. El líquido eliminado que está enriquecido con el componente menos volátil es el residuo o colas. Dentro de la torre, los líquidos siempre están en sus puntos de burbuja y los vapores siempre están en sus puntos de rocío. Esto quiere decir, que las temperaturas más elevadas se encuentran en el fondo y las menores en la parte superior. Las purezas obtenidas para los dos productos separados (destilado y residuo) dependen de las relaciones líquido/gas utilizadas. Se debe establecer el número de platos ideales para las dos secciones de la torre y la relación entre éstos (Treybal, 2007).

4. Balance de masa y entalpía total

a. Balance de masa y entalpía del condensador (carga térmica del condensador)

Figura 21: Balances de materia y entalpía del condensador de una torre de destilación



(Treybal, 2007).

Si se define un entorno en base al condensador y se consideran únicamente las entradas y salidas del condensador, como se muestra en la Figura No. 21, se puede determinar la carga térmica del condensador por medio de un balance de masa y entalpía. Como se puede observar en la figura, una corriente de vapor “ G_1 ” sale del último plato del fraccionador e ingresa a un condensador. La corriente gaseosa que ingresa al condensador se divide en dos productos, un reflujo que ingresa nuevamente a la torre de destilación y un destilado que es removido del equipo, ambos con la misma concentración del componente más volátil. La concentración del destilado se expresa con el término “ z ” debido a que puede ser un producto líquido, gaseoso o una mezcla de ambos. Sin embargo, el reflujo es un líquido y su concentración se expresa con el término “ x ”. La relación molar entre el reflujo y el destilado que se separa es llamada la relación de reflujo (Treybal, 2007). La relación de reflujo se calcula de la siguiente forma:

$$R = \frac{L_0}{D} \quad \text{Ecuación 17}$$

El balance de masa total del condensador sería:

$$G_1 = D + L_0 = D + RD = D(R + 1) \quad \text{Ecuación 18}$$

Un balance de masa para la sustancia más volátil “A” en el condensador sería:

$$y_1 G_1 = z_D D + x_0 L_0 \quad \text{Ecuación 19}$$

Estas ecuaciones establecen las concentraciones y cantidades en la parte superior de la torre (Treybal, 2007). Entonces, el balance de entalpía total del condensador o carga térmica del condensador se calcula de la siguiente forma:

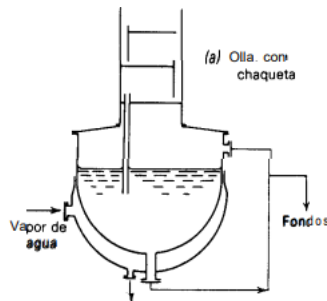
$$G_1 H_{G1} = Q_C + D H_D + L_0 H_{L0} \quad \text{Ecuación 20}$$

$$Q_C = D[(R + 1)H_{G1} - R H_{L0} - H_D] \quad \text{Ecuación 21}$$

b. Rehervidores

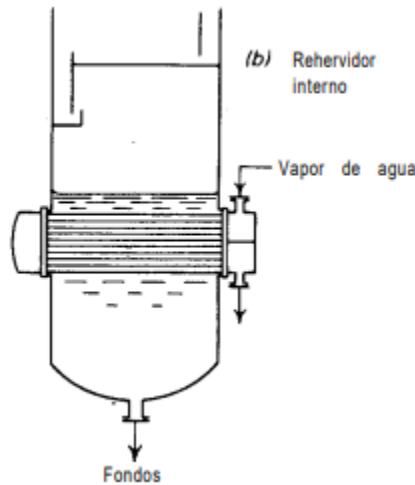
Los arreglos que el intercambiador de calor necesita para proporcionar el calor necesario y devolver el vapor al fondo del fraccionador pueden tomar diferentes formas. Los fraccionadores pequeños utilizados en el trabajo de plantas piloto tal vez requieran simplemente de una olla con chaqueta como se muestra en la Figura No. 22. El arreglo de olla con chaqueta tiene una pequeña superficie de transferencia de calor y poca capacidad de generación de vapor (Treybal, 2007).

Figura 22: Arreglo de olla con chaqueta para el rehervidor de una torre de destilación



Fuente: (Treybal, 2007)

Figura 23: Rehervidor interno con intercambiador de calor tubular para una torre de destilación



Fuente: (Treybal, 2007)

Una variación del rehervidor de una torre de destilación es el uso de un intercambiador de calor tubular en el fondo de la torre como se muestra en la Figura No. 23. Este arreglo proporciona una mayor superficie de transferencia de calor, pero para poder limpiarlo se debe detener por completo la operación de destilación. Ambos arreglos proporcionan un vapor que entra en el plato del fondo básicamente en equilibrio con el producto residual, de forma que la última etapa de los cálculos previos representa el enriquecimiento debido al rehervidor, es decir, que el rehervidor cuenta como una de las etapas teóricas. Los rehervidores pueden calentarse mediante vapor, aceite que transfiere calor u otros fluidos calientes. Para algunos líquidos de punto de ebullición elevado, el rehervidor puede ser una caldera calentada con combustible (Treybal, 2007).

c. Balance de masa y entalpía del rehervidor o calderín

El calor del rehervidor se puede obtener mediante un balance completo de entalpía en todo el equipo (Treybal, 2007). Para poder determinar el calor del rehervido se considerarán las entradas y salidas de todo el equipo como se muestra en la Figura No. 20. Como se puede observar en la figura, las entradas del sistema son la entalpía de la corriente de alimentación " F " y el calor que ingresa al rehervidor " Q_B ". Por el contrario, las salidas del sistema son la entalpía en el destilado " D ", la entalpía en el residuo " W ", la carga térmica del condensador " Q_C " y la suma de todas las pérdidas de calor en el sistema " Q_L " (Treybal, 2007). Entonces el calor consumido en el rehervidor para poder evaporar la solución se calcula de la siguiente forma:

$$FH_F + Q_B = Q_C + DH_D + WH_W \quad \text{Ecuación 22}$$

$$Q_B = Q_C + DH_D + WH_W - FH_F \quad \text{Ecuación 23}$$

Esta ecuación se aplica siempre y cuando se incluya un intercambiador de calor en el rehervidor que proporcione el calor “ Q_B ”. Para una condición dada de alimentación, la definición de cierta relación de reflujo en la parte superior de la columna establece automáticamente la relación líquido/vapor en la sección de agotamiento y la carga térmica del rehervidor (Treybal, 2007).

5. Método McCabe-Thiele

El método de McCabe-Thiele es menos riguroso que el de Ponchon y Savarit, pero es muy útil debido a que no requiere datos detallados de entalpía. El método de McCabe-Thiele se adecua a la mayoría de los casos, excepto cuando las pérdidas de calor o calores de solución son extraordinariamente grandes. Su adecuación depende de que las líneas de operación sobre el diagrama xy puedan considerarse líneas rectas para cada sección del fraccionador entre puntos de adición o eliminación de corrientes. Este método hace la suposición de que la relación L/G en cualquier sección de un fraccionador entre puntos de adición o eliminación de corrientes, es constante. Sin embargo, cada sección tendrá su propia relación L/G . Para que esta relación equimolal se cumpla, se hace la suposición de que las líneas H_{Gy} y H_{Lx} de un diagrama de entalpía-concentración pueden ser consideradas como líneas rectas y paralelas. Además, se hace la suposición de que la presión es constante en toda la torre (Treybal, 2007).

a. Sección de enriquecimiento

Figura 24: Sección de enriquecimiento de una torre de varias etapas (platos)



Fuente: (Treybal, 2007)

La sección de enriquecimiento es la sección que se encuentra arriba del punto de alimentación de la mezcla en el fraccionador como se muestra en la figura anterior. El condensador elimina todo el calor latente del vapor principal, pero no enfría más el líquido resultante. Esto quiere decir que los productos que salen del condensador son líquidos saturados (líquidos en el punto de burbuja) y sus concentraciones son las mismas que la

concentración del gas que sale del último plato de la torre “ y_1 ”. El flujo molar del líquido “ L ” que cae de cada plato y el flujo molar de vapor “ G ” que asciende de cada plato son constantes, de acuerdo a las suposiciones simplificadoras que hace el método de McCabe-Thiele, pero, las composiciones en cada plato cambian. En la figura anterior, se observa que la composición del vapor “ y_n ” en el plato teórico “ n ”, que se encuentra en la parte inferior del diagrama, está en equilibrio con el líquido de composición “ x_n ” que sale del mismo plato. Entonces el punto (x_n, y_n) es un punto que se encuentra en la curva de equilibrio (Treybal, 2007).

El balance de masa total para la sección de enriquecimiento es el siguiente:

$$G = D + L = D + RD = D(R + 1) \quad \text{Ecuación 24}$$

El balance de masa para el componente A de la mezcla es el siguiente:

$$y_{n+1}G = x_D D + x_n L \quad \text{Ecuación 25}$$

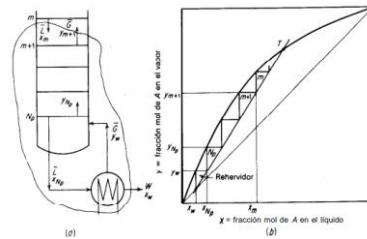
La ecuación de la línea de operación de la sección de enriquecimiento es la siguiente:

$$y_{n+1} = \frac{R}{R+1} x_n + \frac{x_D}{R+1} \quad \text{Ecuación 26}$$

La ecuación anterior es una línea recta sobre coordenadas xy de pendiente $R/(R+1)$ y con un intercepto en la ordenada igual a $x_D/(R+1)$. La línea de operación de la sección de enriquecimiento cruza la diagonal de 45° en el valor de x_D . Entonces si se conoce la concentración del destilado “ x_D ” y la relación de reflujo “ R ” para el fraccionador, se puede construir gráficamente la línea de operación de la sección de enriquecimiento como se muestra en la Figura No. 26. Para determinar el número de platos teóricos de esta sección del fraccionador y la variación teórica de la concentración en cada plato se hace una construcción de “escalera” entre la línea de operación y la curva de equilibrio, como se muestra en la Figura No. 26. Esta construcción no puede continuarse después del punto “ P ” en la figura, ya que este representa el final de la sección de enriquecimiento de la torre (Treybal, 2007).

b. Sección de agotamiento

Figura 25: Sección de agotamiento de una torre de varias etapas (platos)



Fuente: (Treybal, 2007)

La sección de agotamiento es la sección que se encuentra abajo del punto de alimentación de la mezcla en el fraccionador como se muestra en la figura anterior. En esta sección se hace la misma suposición del flujo equimolar del líquido y gas que se hizo para la sección de enriquecimiento, es decir, que los flujos “ \bar{L} ” y “ \bar{G} ” son constantes de plato a plato, pero no necesariamente son iguales a los valores de los flujos en la sección de enriquecimiento (Treybal, 2007). Entonces un balance de masa total para el componente A en esta sección de la torre sería:

$$x_m \bar{L} = y_{m+1} \bar{G} + x_w W \quad \text{Ecuación 27}$$

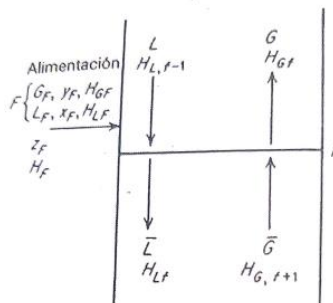
La ecuación de la línea de operación de la sección de agotamiento es la siguiente:

$$y_{m+1} = \frac{\bar{L}}{\bar{L}-W} x_m + \frac{W}{\bar{L}-W} x_w \quad \text{Ecuación 28}$$

La ecuación anterior es una línea recta sobre coordenadas xy con pendiente \bar{L}/\bar{G} . La línea cruza la diagonal de 45° en el valor de x_w . Para determinar el número de platos teóricos de esta sección del fraccionador y la variación teórica de la concentración en cada plato se hace una construcción de “escalera” entre la línea de operación y la curva de equilibrio, como se muestra en la Figura No. 27. Si el vapor rehervido y_w está en equilibrio con el residuo x_w , el primer escalón de la construcción de escalera representa al rehervidor. Los escalones o platos teóricos no se pueden llevar más allá del punto “T” en el diagrama (Treybal, 2007).

c. Plato de alimentación

Figura 26: Plato de alimentación en un fraccionador



Fuente: (Treybal, 2007)

El plato donde se introduce la mezcla de alimentación modifica la pendiente de las líneas de operación cuando se pasa de la sección de enriquecimiento a la sección de agotamiento del fraccionador. Las cantidades de las corrientes de líquido y vapor cambian abruptamente en el plato de alimentación porque la mezcla de alimentación puede constar de un líquido, un vapor o una mezcla de ambos. Por ejemplo, Treybal (2007) menciona que, si la mezcla de alimentación es un líquido saturado, el flujo molar del líquido en la sección de agotamiento “ \bar{L} ” será mayor que el flujo molar del líquido en la sección de

enriquecimiento “L” por la cantidad de líquido que se alimentó a la torre. Un balance de masa global en el plato de alimentación sería el siguiente:

$$F + L + \bar{G} = \bar{L} + G \quad \text{Ecuación 29}$$

Un balance de entalpía para el plato de alimentación sería:

$$FH_F + LH_{L,f-1} + \bar{G}H_{G,f+1} = \bar{L}H_{Lf} + GH_{Gf} \quad \text{Ecuación 30}$$

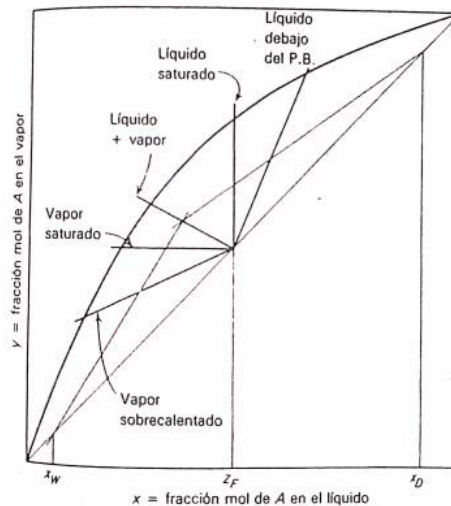
“Todos los vapores y líquidos dentro de la torre están saturados, además, las entalpías molares de todos los vapores saturados en esta sección son básicamente idénticas, ya que los cambios de temperatura y de composición sobre un plato son pequeños. Lo mismo es cierto de las entalpías molares de los líquidos saturados” (Treybal, 2007). Entonces la ecuación anterior se vuelve:

$$(L - \bar{L})H_L = (\bar{G} - G)H_G + FH_F \quad \text{Ecuación 31}$$

Al combinar la ecuación del balance de masa y la ecuación anterior del balance de entalpía simplificado se obtiene la siguiente ecuación:

$$q = \frac{\bar{L}-L}{F} = \frac{H_G-H_F}{H_G-H_L} \quad \text{Ecuación 32}$$

Figura 27: Localización de la línea q para condiciones típicas de alimentación



Fuente: (Treybal, 2007)

Treybal (2007) menciona que la cantidad “q” es el calor necesario para convertir 1 mol de la mezcla de alimentación de su condición H_F hasta un vapor saturado H_G , dividido por el calor latente molar ($H_G - H_L$). La mezcla de alimentación puede introducirse en cualquier condición térmica, desde un líquido subenfriado hasta un vapor sobrecalentado. Para cada condición, el valor de “q” será diferente. Para simplificar la localización gráfica

de la línea de agotamiento y determinar la intersección de las líneas de operación de las dos secciones del fraccionador, se define una línea recta de pendiente $q/(q-1)$ que pasa por la diagonal de 45° en $x = y = z_F$, llamada línea q. En la Figura No. 29 se puede observar una representación gráfica del valor de la pendiente de la línea q para distintas condiciones en la alimentación. La ecuación de la línea q es la siguiente:

$$y = \frac{q}{q-1}x - \frac{z_F}{q-1} \quad \text{Ecuación 33}$$

Treybal (2007) menciona que el punto de intersección de las dos líneas de operación no establece necesariamente la delimitación entre las secciones de enriquecimiento y de agotamiento del fraccionador. El plato de alimentación de la mezcla es el que gobierna el cambio de una línea de operación a la otra. Se puede hacer la construcción de los platos teóricos en el diagrama de composición (diagrama inferior) entre las curvas de operación y la curva en el equilibrio, empezando en el punto sobre la diagonal de 45° en $x = y = z_D$ y terminado en el punto sobre la diagonal $x = y = x_w$. Cada paso o escalera representa una etapa o plato ideal. El plato de alimentación es aquel paso en el que se efectúa un cambio desde la curva de operación de enriquecimiento hasta la curva de agotamiento. En el diseño de un fraccionador, se desea el menor número de platos para las condiciones dadas. Para que esto sea posible se requiere que la distancia entre las curvas de operación y en el equilibrio siempre se mantenga tan grande como sea posible. Se puede lograr que la distancia entre ambas curvas se mantenga lo más grande posible si el plato de alimentación se toma como el plato que se encuentra en la intersección de las dos curvas de operación (Treybal, 2007).

d. Incremento de la relación de reflujo

Si se aumenta la relación de reflujo “R”, las curvas de operación en el diagrama de composición (x vs. y) se acercarán cada vez más a la diagonal a 45° . Entonces, aumenta la distancia entre la curva de operación y la curva en el equilibrio y se necesitan menos platos teóricos. Sin embargo, una mayor relación de reflujo implica que los flujos de vapor y líquido dentro de la torre aumentan y por lo tanto se requiere una mayor carga calorífica en el rehervidor y un mayor flujo de agua de enfriamiento para remover el calor en el condensador (Treybal, 2007).

e. Reflujo total y relación de reflujo mínima

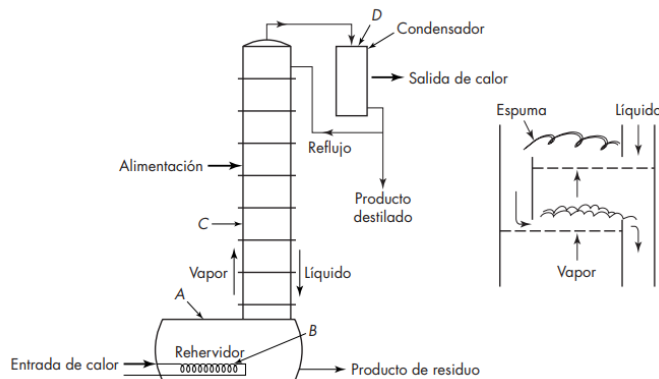
Cuando la relación de reflujo es infinita, las curvas de operación coinciden con la diagonal a 45° en el diagrama de composición y se requieren un número mínimo de platos para efectuar la separación. Para que esta condición sea posible se debe devolver en forma de reflujo todo el destilado al plato superior y volviendo a hervir el residuo (Treybal, 2007).

La relación de reflujo mínimo “ R_{min} ” es la relación que requerirá un número infinito de platos para lograr la separación deseada. Estas condiciones corresponden a la carga térmica mínima del rehervidor y de enfriamiento del condensador para la separación. Cuando la curva de distribución en el equilibrio es cóncava hacia abajo en todos sus puntos, la relación de reflujo mínima se puede determinar de forma gráfica. Se debe encontrar la línea de unión que pasa a través del punto de alimentación “ F ”. Al extender esta línea de unión hasta intersectar las líneas verticales $x = z_D$ y $y = x_W$, se pueden encontrar los puntos Δ_{Dm} y Δ_{Wm} . Si se incrementa la relación de reflujo el valor de Δ_{Dm} se mueve hacia arriba, y se encontrará en su punto máximo, y el valor de Δ_{Wm} se mueve hacia abajo, y se encontrará en su punto mínimo. Una vez que se determina el valor de Q'_{min} gráficamente, se puede calcular la relación de reflujo mínimo (Treybal, 2007).

6. Destilación discontinua con reflujo

“La destilación continua con un destilador sencillo no conduce a una buena separación salvo que la volatilidad relativa sea muy grande. En muchos casos, se emplea una columna de rectificación con reflujo para mejorar la eficiencia de un destilador discontinuo” (McCabe, Smith y Harriott, 2007). Si la columna es demasiado grande, se instala sobre la parte superior del destilador o hervidor, tal como se muestra en la siguiente figura:

Figura 28: Diagrama de un rehervidor o calderín con una columna de fraccionamiento



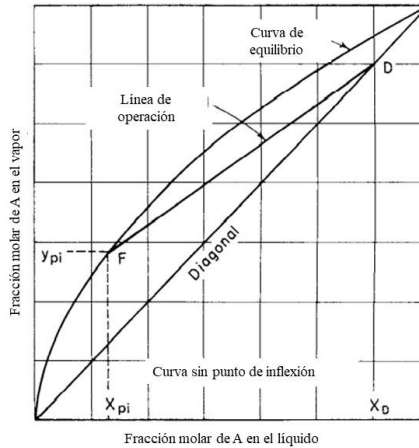
Fuente: McCabe, Smith y Harriott, 2007

La operación de un destilador discontinuo con columna se analiza utilizando un diagrama de McCabe-Thiele, con la misma ecuación de la línea de operación que se ha utilizado para la sección de rectificación una destilación discontinua:

$$y_{n+1} = \frac{R_D}{R_D+1} x_n + \frac{x_D}{R_D+1} \quad \text{Ecuación 34}$$

Como primera aproximación se debe determinar la relación de reflujo mínima. El siguiente diagrama demuestra cómo se calcula la relación de reflujo mínima de forma gráfica. El punto “D” representa la concentración inicial de destilado deseada. El punto se coloca en la diagonal de 45° debido a que se asume un condensador total. El punto F representa la composición inicial en el calderín x_{pi} y la concentración del vapor en el equilibrio que está entrando a la columna de rectificación y_i (Perry, 2008).

Figura 29: Determinación del reflujo mínimo para una operación de destilación discontinua con reflujo (curva de equilibrio sin punto de inflexión)



Fuente: (Perry, 2008)

La relación de reflujo interna mínima se encuentra a partir de la pendiente de la línea “DF” con la siguiente ecuación:

$$\left(\frac{L}{V}\right)_{\min} = \frac{y_D - y_{pi}}{x_D - x_{pi}} \quad \text{Ecuación 35}$$

En donde “L” es el flujo molar del líquido en la columna y “V” es el flujo molar de vapor en la columna. Debido a que el flujo de vapor es igual al flujo del líquido más el flujo del destilado ($V = L + D$), se puede definir la relación de reflujo externa “R” como:

$$R = \frac{L}{D} \quad \text{Ecuación 36}$$

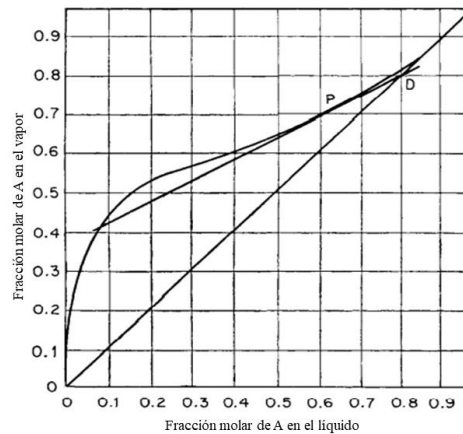
$$R_{\min} = \frac{\left(\frac{L}{V}\right)_{\min}}{1 - \left(\frac{L}{V}\right)_{\min}} \quad \text{Ecuación 37}$$

La condición de reflujo mínimo para una curva de equilibrio con un punto de inflexión, como en el caso del equilibrio etanol-agua, se determina de forma diferente. En tal caso, el reflujo interno mínimo se calcula de la siguiente forma:

$$\left(\frac{L}{V}\right)_{\min} = \frac{y_D - y_P}{x_D - x_P} \quad \text{Ecuación 38}$$

En donde x_D representa la concentración del destilado a la que se quiere llegar y los puntos x_p y y_p representan las coordenadas del punto donde la línea de operación extendida toca tangencialmente a la curva de equilibrio. La relación de reflujo de operación, por lo general, debe ser 1.5 – 10 veces el mínimo (Perry, 2008). En el siguiente diagrama se puede observar cómo se determina la relación de reflujo mínima con el diagrama etanol-agua a 1 atm, para un destilado con una composición del 0.8. En este caso la relación de reflujo interna mínima es de 0.52 y la relación de reflujo externo mínima es de 1.083.

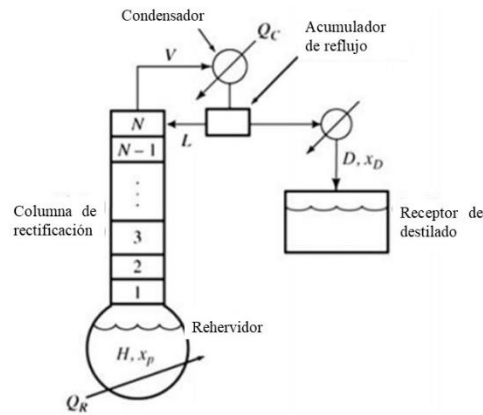
Figura 30: Determinación del reflujo mínimo para una operación de destilación discontinua con reflujo (curva de equilibrio con punto de inflexión)



Fuente: (Perry, 2008)

Los equipos para operaciones de destilación discontinua con rectificación consisten, por lo general, de un rehervidor o calderín, al igual que en la destilación simple, una columna de rectificación, un condensador, un medio para acumular y dividir el flujo del vapor condensado (destilado) para proporcionar reflujo al equipo y un receptor del destilado (Perry, 2008). En el siguiente diagrama se puede observar de mejor forma la distribución de los equipos para destilación discontinua con rectificación.

Figura 31: Esquema de una operación de rectificación o destilación discontinua (por lotes)



Fuente: (Perry, 2008)

A medida que ocurre la destilación la concentración en el calderín y la columna cambian. A medida que transcurre la operación de destilación la composición del líquido en el calderín se vuelve menos rica en el componente más volátil. Por lo general, se detiene la destilación cuando el destilado alcanza una concentración promedio deseada. A diferencia de los equipos de destilación continua que tienen secciones de enriquecimiento y agotamiento, la columna entera en los equipos discontinua opera como sección de enriquecimiento o agotamiento.

a. Operación con reflujo constante y concentración del destilado variable

Un método de operación para un sistema de destilación continuo consiste en fijar la relación de reflujo y dejar variar el tiempo la pureza del producto de destilación, deteniendo la destilación cuando la cantidad de producto o la concentración promedio en el producto total alcanza un valor determinado. Para calcular el funcionamiento del sistema, se trazan líneas de operación de pendiente constante, comenzado con distintos valores de x_D y trazando los escalones correspondientes al número de etapas reales para determinar x_w (McCabe, Smith y Harriott, 2007).

De acuerdo con Perry (2008) en este tipo de operación se fija un valor de reflujo predeterminado, el cual se mantiene constante durante toda la operación. Debido a que la composición del calderín se agota gradualmente, la composición del destilado también cambia con el tiempo. El progreso de las composiciones del destilado y del calderín para una separación binaria se puede esquematizar de la siguiente forma:

Figura 32: Variación de las composiciones del destilado y el líquido en el calderín en una destilación discontinua operando con reflujo constante

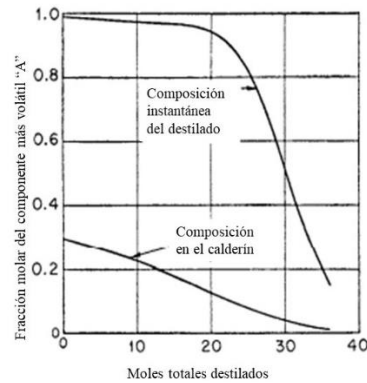
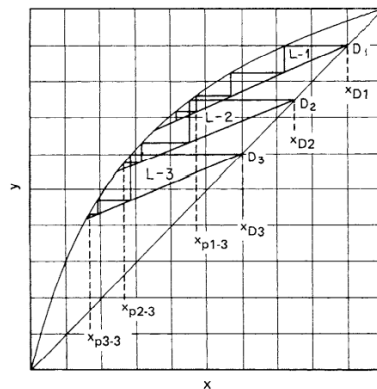


FIG. 13-120 Variation in distillate and reboiler compositions with the amount distilled in binary batch distillation at a constant reflux ratio.

Fuente: (Perry, 2008)

La destilación se lleva a cabo hasta obtener una concentración promedio deseada en el destilado. El proceso de cálculo se puede hacer de forma gráfica. Las líneas de operación se dibujan con la misma pendiente (ya que el reflujo es constante), pero cruzando la diagonal de 45° en diferentes puntos. Se utilizan siempre el mismo número de etapas teóricas para encontrar la composición del calderín para cada composición de destilado (Perry, 2008). En el siguiente diagrama se representa el método gráfico para una operación de reflujo constante:

Figura 33: Método gráfico para operación de destilación discontinua con reflujo constante



Fuente: (Perry, 2008)

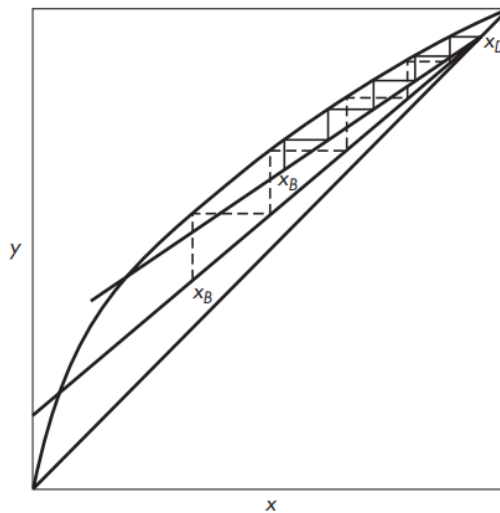
El modo de operación depende de las características del sistema en específico, las especificaciones del producto y la preferencia del ingeniero para fijar una secuencia de

control. De acuerdo, a Perry (2008) el método más directo y común es operar con reflujo constante. La operación puede regularse con un temporizador o simplemente con medidores de flujo. Debido a que la composición varía con el tiempo, se debe encontrar una forma de estimar la composición promedio del destilado acumulado para poder definir el final de destilación. En el caso de que la especificación del producto no sea crítica, este no es un problema. La operación se da por finalizada cuando se han alcanzado los objetivos propuestos, tales como composición media del destilado acumulado, composición final en el calderín, cantidad total de producto en el destilado o en el calderín o tiempo de destilación (Perry, 2008).

b. Operación con reflujo variable para mantener la concentración del destilado constante

El sistema puede operarse para mantener constante la composición del destilado, aumentando la relación de reflujo a medida que varía la composición de líquido en el intercambiador de calor. El diagrama de McCabe-Thiele para este caso tendría líneas de operación de diferente pendiente, situadas de tal forma que se requiera el mismo número de etapas ideales para pasar desde una composición x_D hasta x_n en todo momento (McCabe, Smith y Harriott, 2007). En la siguiente figura se presenta un diagrama McCabe-Thiele típico para un destilador de cinco etapas ideales, incluido el hervidor.

Figura 34: Diagramas de McCabe-Thiele para una destilación discontinua. Línea de operación más alta y líneas continuas: condiciones iniciales; línea de operación más baja y líneas de trazos discontinuos: después de retirar un tercio de la carga.



Fuente: McCabe, Smith y Harriott, 2007

La línea de operación más alta es para las condiciones iniciales, cuando la concentración del hervidor inferior al destilador es todavía la misma que la composición de la carga, es decir, que x_w es igual a x_F . La línea de operación más baja y los escalones de

líneas punteadas corresponden a las condiciones en que aproximadamente un tercio de la carga se ha retirado como producto de destilado

Para determinar la relación de reflujo que se requiere para un x_D constante y un x_w dado se debe realizar un cálculo por prueba y error, debido a que el último escalón trazado sobre la supuesta línea de operación debe coincidir exactamente con x_w . Sin embargo, una vez que se ha seleccionado la relación de reflujo inicial utilizando el método por prueba y error, el valor de x_w para la última etapa de destilación se obtiene suponiendo un valor de “R”, construyendo la línea de operación y trazando el número correcto de etapas para terminar en x_w . Al aplicar un balance de masa se puede calcular la cantidad de producto y alimentación o carga queda en el hervidor (McCabe, Smith y Harriott, 2007).

A medida que transcurre la destilación, el calderín se va agotando del componente más volátil. Al principio la relación de reflujo aumenta gradualmente, sin embargo, cuando se alcanza una concentración muy baja del componente más volátil en el calderín la relación de reflujo necesaria para mantener una concentración constante en el destilado es bastante alta.

V. ANTECEDENTES

Rodríguez (2013) en su artículo “Producción de Alcohol a Partir de la Pulpa de Café” evaluó el aprovechamiento de la pulpa de café Variedad Castillo® en la producción de alcohol, se evaluaron 25 tratamientos, en un diseño completamente aleatorio en arreglo factorial 5x5, con cinco tipos de hidrólisis (natural, ácida, alcalina, enzimática con celulasas y enzimática con celulasas y pectinasas) y cinco inóculos de levadura *Saccharomyces cerevisiae* (natural, dos levaduras prensadas comerciales y dos levaduras secas comerciales). Se utilizó pulpa proveniente del despulpado sin agua, con menos de 1 h de obtención, la hidrólisis ácida se realizó con ácido sulfúrico concentrado, la hidrólisis alcalina con hidróxido de sodio al 32%, la hidrólisis enzimática con celulasas y pectinasas comerciales. Se evaluó el pH, porcentaje de humedad y °Brix, en la pulpa y en las muestras finales de alcohol rectificado y deshidratado se determinaron los contenidos de alcohol y congéneres. El análisis de varianza mostró efecto de la interacción hidrólisis-inóculo en los rendimientos de alcohol y en el pH, °Brix y gravedad específica. La prueba de contraste al 5% mostró que los tratamientos con mayor rendimiento en la producción de alcohol fueron aquellos que involucraron la hidrólisis enzimática con celulasas (22.12 mL.kg⁻¹ de pulpa fresca), seguida de la hidrólisis enzimática con celulasas-pectinasas (20.96 mL.kg⁻¹ de pulpa fresca) y los tratamientos sin hidrólisis con levaduras comerciales (18.30 mL.kg⁻¹ de pulpa fresca). Los mayores contenidos de etanol se alcanzaron en los tratamientos: con hidrólisis enzimática con celulasas (97.78%), sin hidrólisis (96.92%), con hidrólisis enzimática utilizando celulasas y pectinasas (95.76%), con hidrólisis alcalina (95.59%) y con hidrólisis ácida (93.97%).

La prueba de contraste al 5% mostró que los tratamientos con mayor rendimiento en la producción de alcohol y entre los cuales no se presentaron diferencias estadísticas, fueron los que involucraron la hidrólisis enzimática con celulasas (Hidrólisis enzimática 1) y levaduras comerciales, con un valor promedio de 22.12 mL/kg de pulpa fresca, seguido de la hidrólisis enzimática con celulasas-pectinasas (Hidrólisis enzimática 2) y levaduras comerciales, con un promedio de 20.96 mL/kg de pulpa fresca, y los tratamientos sin hidrólisis y levaduras comerciales con un valor de 18.30 mL/kg de pulpa fresca (Rodríguez, 2013).

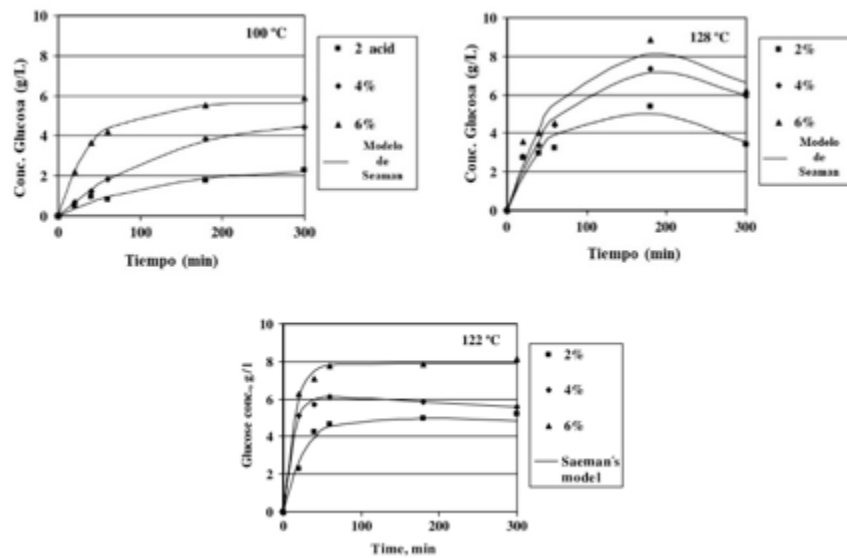
Los tratamientos que se sometieron a procesos en autoclave a 121°C, como la hidrólisis ácida y alcalina, alcanzaron valores promedio de 6.09 mL/kg y 11.91 mL/kg de pulpa fresca, respectivamente, cuando se inocularon con levaduras comerciales. Estos tratamientos fueron estadísticamente diferentes de aquellos sometidos a hidrólisis enzimática y de los tratamientos sin hidrólisis (Rodríguez, 2013).

Gouvea *et al* (2009) en su artículo “Factibilidad de la producción de etanol a partir de pulpa de café” evaluaron la factibilidad de producción de etanol a partir de la fermentación de pulpa de café utilizando como cepa *Saccharomyces cerevisiae*. Se realizó fermentaciones por lote utilizando pulpa entera de café, pulpa molida y un extracto acuoso de la pulpa de café (jugo de pulpa de café). Además, se evaluó el rendimiento de

cada una de las reacciones mencionadas anteriormente modificando la concentración de levaduras. Se determinó que el rendimiento de la fermentación disminuyó conforme se aumentó la concentración de levaduras. El mejor resultado se obtuvo con las siguientes condiciones: pulpa entera de café (sin moler), una concentración de levaduras de 3 g/L de sustrato y una temperatura de 30 °C. Bajo estas condiciones la producción de etanol fue de 8.49 ± 0.29 g/100 g base seca (13.6 ± 0.5 g etanol/L de sustrato). Este es un valor satisfactorio en comparación con los datos de la literatura para otros residuos orgánicos como escobajo de maíz, paja de cebada y trigo hidrolizado (5-11 g etanol/L de sustrato). Estos resultados indican que la pulpa de café presenta un excelente potencial para la producción de etanol a partir de estos residuos orgánicos (Gouvea *et al*, 2009).

Aguilar *et al* (2002) hicieron estudios sobre la hidrólisis ácida de bagazo de caña de azúcar diferentes temperaturas y con distintas concentraciones de ácido sulfúrico. Los resultados de su investigación demuestran que para temperaturas entre 100 – 122°C los valores de la constante cinética de la reacción de descomposición “ k_2 ” son demasiado pequeños en comparación con los valores de la constante cinética de la reacción de generación “ k_1 ”. Esto se debe a que, a estas temperaturas, la reacción de degradación es prácticamente inexistente y puede despreciarse. Sin embargo, como se puede observar en la Figura 10, la concentración de celulosa en el medio llega a un punto máximo y luego la concentración disminuye al realizar la hidrólisis a una temperatura de 128°C. Esto se debe a que la reacción de degradación es tan predominante como la reacción de generación y la glucosa empieza a degradarse a HMF (Aguilar *et al*, 2002).

Figura 35: Dependencia de la concentración de glucosa con el tiempo para diferentes concentraciones de ácido y diferentes temperaturas de operación en la reacción de hidrólisis de bagazo de caña de azúcar



Fuente: Aguilar *et al*. (2002)

“El valor de los coeficientes cinéticos aumenta a medida que aumenta la temperatura y la concentración del catalizador” (Aguilar *et al*, 2002). Las figuras demuestran que a temperaturas y concentraciones de ácido sulfúrico moderadas, un pequeño porcentaje de los glucanos son susceptibles a hidrolizarse. Aguilar *et al* (2002) consideran que a estas condiciones la fracción de los polímeros hidrolizados corresponde únicamente a la hemicelulosa. En las condiciones más severas de temperatura y pH, una mayor fracción de los glucanos es susceptible a hidrólisis. Los autores sugieren que en estas condiciones se hidroliza toda la fracción de hemicelulosa y se empieza a hidrolizar la fracción de celulosa del material. Sin embargo, a estas condiciones también hubo una mayor degradación de la glucosa a HMF que puede actuar como un inhibidor en una posterior fermentación del hidrolizado. La celulosa por lo general no es hidrolizada en el rango de las condiciones operación utilizadas comúnmente para la hidrólisis ácida. Por lo tanto, la glucosa liberada procede casi por completo de la hidrólisis de hemicelulosa (Aguilar *et al*, 2002).

VI. METODOLOGÍA

A. Equipo:

- Balanza digital semi-industrial OHAUS, con base de acero inoxidable
- Balanza OHAUS 0-2000 g
- Balanza analítica OHAUS 0-110 g
- Prensa hidráulica Carver 0-7000 psi
- Balanza de humedad OHAUS modelo MB 120
- Licuadora marca Osterizer de 1.25 L de capacidad.
- Autoclave del Laboratorio de Operaciones Unitarias
- Planta Automatizada de Bioetanol RNE283 del Laboratorio de Operaciones Unitarias
- Cromatógrafo HPLC Agilent del Laboratorio de Análisis Instrumental Avanzada
- Cromatógrafo de gases FID del Laboratorio de Análisis Instrumental Avanzada
- Potenciómetro
- Balanza de humedad del Laboratorio de Operaciones Unitarias
- Estufa con agitador magnético
- Soporte de laboratorio y pinzas
- Refractómetro marca ATAGO RX-5000
- Secador de bandejas marca Corbett Industries, Inc. del Laboratorio de Operaciones Unitarias
- Molino de discos del cuarto de sólidos del Laboratorio de Operaciones Unitarias
- Tamizadora marca W.S. Tyler del cuarto de sólidos del Laboratorio de Operaciones Unitarias.
- Multi-Parámetros Testr 35 series
- Mufla Thermo Scientific Modelo No. F6010
- Incubadora New Brunswick Scientific Co.
- Higrómetro Extech Instruments Modelo RH101
- Anemómetro
- Centrífuga Fisher Scientific Modelo 228

B. Cristalería:

- 3 balones aforados de 250 mL
- 3 balones aforados de 100 mL
- 2 beakers de 600 mL
- 2 beakers de 250 mL
- 2 beakers de 100 mL
- 2 beakers de 50 mL
- 2 beakers de 25 mL
- 1 probeta de 100 mL
- 1 probeta de 50 mL
- 1 probeta de 25 mL
- 1 probeta plástica de 1L
- 5 frascos Schot con tapadera de 500 mL

- 5 frascos Schot con tapadera de 300 mL
- 20 tubos de 25 mL ensayo con tapadera
- 2 pipetas graduadas de 10 mL
- 2 pipetas graduadas de 5 mL
- 1 pipeta Pasteur

C. Reactivos y materiales

- Pulpa de café residual, variedad Pacas Antigua, de un beneficio de café ubicado en el municipio de Antigua Guatemala, Sacatepéquez.
- Ácido sulfúrico grado reactivo al 96% (m/m)
- Hidróxido de calcio
- Estándares (Buffers) de pH marca Merck
- Cepa de *Sacharomyces cerevisiae* var. *Bayanus* (Lalvin EC1118)
- Termómetro de bulbo con escala de 0-100°C
- Rollo de Parafilm
- Cubeta plástica
- 1 m² de filtro de manta
- Un par de guantes térmicos
- 1 bulbo para pipeta
- Rollo de papel aluminio
- Regla de 30 cm
- Guantes de látex
- Bolsas negras de polietileno

D. Recolección y almacenamiento de la materia prima

- Se utilizó pulpa fresca de un beneficio de café localizado en el municipio de Antigua Guatemala, Sacatepéquez, con menos de 30 minutos de haberse generado.
- Se empacó la pulpa en 22 bolsas herméticas de polietileno, con una masa promedio de 2.0 kg, sacando la mayor cantidad de aire posible antes de sellar las bolsas.
- Las bolsas con pulpa se transportaron en hieleras para evitar que inicie la fermentación del material.
- Las bolsas herméticas con el material se almacenaron en un congelador hasta el momento de realizar las pruebas.

E. Caracterización de la pulpa de café

1. Determinación de densidad de bulto de la pulpa de café

- Se descongeló una de las bolsas de material por un tiempo de 5 horas.
- Se determinó la densidad de bulto de la pulpa de café utilizando una probeta de 1 L y una balanza electrónica.

- Se pesó la probeta vacía para poder restar su peso de las mediciones posteriores.
- Se colocó pulpa de café descongelada en la probeta de 1L hasta que se pudo hacer una medición clara (por ejemplo, se colocó material hasta que el nivel de éste dentro de la probeta llegó a la marca de 400 mL).
- Se golpeó varias veces la probeta plástica contra la superficie de una mesa para asentar la pulpa.
- Se pesó la probeta con material y se determinó la densidad de bulto de la pulpa.
- Se realizó este procedimiento tres veces (utilizando diferente material en cada corrida) y se determinó la densidad de bulto promedio del lote de pulpa de café.

2. Determinación de la humedad de la pulpa de café

- Se seleccionó aleatoriamente una pequeña muestra de la pulpa de café descongelada y se determinó su contenido de humedad utilizando la balanza de humedad OHAUS MB 120.de la cabina del Laboratorio de Operaciones Unitarias.
- Se encendió la balanza de humedad y se configuró el método de secado presionando el botón “Biblioteca de métodos” en la pantalla principal.
- Luego se presionó el botón “Nuevo” y se introdujo el nombre del nuevo método.
- Luego se seleccionaron los siguientes criterios para el método de secado:

Programa de secado	Estándar
Temperatura de secado	110 °C
Criterio de desconexión	A90
Modo de pantalla	%MC
Peso de inicio	Desactivado
Modo de inicio	Automático

- Se configuró la temperatura de secado a 110 °C y el criterio de desconexión a “A90”, esto quiere decir que el equipo finalizará el secado del material cuando pasen 90 segundos y no haya un cambio en el peso de la bandeja del equipo de 1 mg.
- Se guardó el método de secado y se cargó en el equipo.
- Se abrió la tapadera de la balanza y se verificó que la bandeja estuviera limpia.
- Se taró la balanza oprimiendo el botón con una “T” hasta que apareció el valor “0.000 g” en la pantalla.
- Se seleccionó aleatoriamente una cáscara de pulpa de la bolsa “ziplock” y se abrió bien utilizando los dedos para que quedara bien extendida al colocarla en la bandeja de la balanza.
- Se colocaron 5 cáscaras en la bandeja bien distribuidas y luego se cerró la tapadera de la balanza para iniciar el secado.
- Se esperó a que se llevara a cabo el secado y se apuntó el valor final de humedad absoluta.
- Se realizó este procedimiento 3 veces y se determinó la humedad promedio del lote de pulpa de café.

- Se exportó los datos de la curva de secado con una memoria USB.

F. Licuado de la pulpa de café

- Se preparó la pulpa de café utilizando una licuadora como pretratamiento mecánico para reducir su tamaño de partícula.
- Se descongeló una bolsa de pulpa de café por un tiempo de 5 horas.
- Se licuó la pulpa de café utilizando una licuadora de cocina, sin utilizar agua adicional.
- Se colocó suficiente pulpa de café hasta llenar aproximadamente 50 % del volumen de la licuadora.
- Se licuó el material por un tiempo de 1 minuto a una velocidad de 15,000 rpm (3ª posición del regulador de velocidad de la licuadora).
- Se repitió este procedimiento hasta licuar todo el contenido de la bolsa descongelada.
- Finalmente, la pulpa licuada se guardó en diferentes bolsas herméticas “ziplock”, que se almacenaron en un congelador hasta el momento en que se realizaron pruebas con la pulpa de café licuada.

G. Determinación de la densidad de la pasta de pulpa licuada

- Se colocó una muestra de la pasta de pulpa de café en un beaker de 250 mL
- Se tomó una probeta de 100 mL de la cabina y se determinó su masa en la balanza OHAUS 0-2000 g de la cabina.
- Se llenó la probeta con pulpa de café licuada hasta la marca de 50 mL y se pesó la probeta con material en la balanza.
- Se regresó la pulpa licuada utilizada al beaker de 250 mL
- Se repitió el procedimiento dos veces más, utilizando mediciones de volumen distintas.
- Se anotó la masa y volumen para las otras mediciones.
- Se restó la masa de la probeta de las mediciones de masa de la pulpa de café junto con la probeta.
- Finalmente, se determinó la densidad promedio de la pasta de pulpa de café licuada dividiendo el valor de la masa de pulpa de café sobre el volumen medido para cada iteración y sacando un valor promedio de las tres mediciones.

H. Determinación de la temperatura con mejor rendimiento de hidrólisis ácida de pulpa de café licuada

Para realizar la hidrólisis ácida de la pulpa de café se utilizaron diferentes referencias de la literatura. Esta metodología se basa en trabajos previos de hidrólisis ácida de pulpa de café, cascarilla de café, bagazo de caña y cebada, por su similitud morfológica y contenido estructural.

Las variables estudiadas fueron la temperatura y la concentración de ácido sulfúrico.

En todas las referencias consultadas se utiliza una relación sólido/líquido de 1:10.

- Todas las reacciones de hidrólisis se realizaron con una razón de 1:10 sólido-líquido (1kg de pulpa base seca/10kg de solución de ácido sulfúrico).
- Se realizó una solución de ácido sulfúrico y agua destilada de manera que al agregarla al licuado de pulpa se obtenga una solución final con una concentración de ácido sulfúrico del 2% (m/m) y una razón 1:10 sólido-líquido (1kg de pulpa base seca/10kg de solución).
- Se realizaron cálculos para la solución de ácido sulfúrico utilizando el valor de la humedad absoluta promedio del licuado de pulpa y la razón sólido-líquido establecida (1:10).
- Los cálculos para la preparación de la solución de ácido sulfúrico se encuentran en la sección de Cálculos de Muestra.
- Se colocó un frasco Schot de 500 mL sobre la balanza OHAUS y se taró.
- Se utilizó una espátula para agregar la cantidad necesaria de pulpa licuada de café.
- Luego se midió el volumen necesario de la solución de ácido sulfúrico preparada utilizando una probeta de 100 mL y se colocó en el frasco.
- Se pesó un beaker de 25 mL en la balanza.
- Se mezcló bien la suspensión utilizando una varilla de vidrio y se tomó una alícuota de la suspensión homogénea en un beaker de 25 mL.
- Se pesó nuevamente el beaker con la suspensión y se calculó la cantidad obtenida de muestra.
- Se conectó un embudo de Buchner a la boquilla grande en la parte superior del kitasato, luego se conectó un extremo de la manguera plástica a la boquilla lateral del kitasato y el otro extremo a la boquilla de la tubería de vacío de la cabina del Laboratorio de Operaciones Unitarias.
- Se pesó un papel filtro seco en la balanza OHAUS 0-2000 g y luego éste se colocó sobre el embudo de Buchner.
- Se abrió la válvula del vacío y se colocó toda la suspensión lentamente sobre el papel filtro.
- Se filtró la suspensión hasta que se observó que dejó de caer líquido en el Kitasato.
- Se pesó una probeta de 25 mL en la balanza OHAUS 0-2000 g.
- Se colocó el líquido filtrado en la probeta de 25 mL y se midió su volumen.
- Luego se pesó nuevamente la probeta con todo el líquido y se determinó la masa del líquido filtrado restando la masa de la probeta vacía.

- Se pesó el papel filtro con la torta sólida y se determinó la masa de esta torta.
- Se colocó una muestra de la torta en la balanza de humedad OHAUS para determinar la cantidad de líquido presente en ella.
- Estos datos se utilizaron para completar el balance de masa de la suspensión, como se puede observar en la sección de Cálculos de Muestra.
- Se colocó el líquido filtrado en un tubo de ensayo con tapadera y se rotuló apropiadamente.
- Se guardó el tubo de ensayo en el refrigerador hasta que se realizó el análisis de azúcares por HPLC.
- Se determinó la concentración de glucosa, fructosa y sacarosa de la solución inicial usando cromatografía de gases HPLC.
- Se colocó la tapadera al frasco Schott y se selló moderadamente para evitar que la presión dentro del frasco aumentara demasiado al introducirlo al Autoclave a una temperatura elevada.
- Se abrió el Autoclave, se cerró la válvula de salida y se llenó el equipo con agua desmineralizada, hasta la marca de nivel del Autoclave
- Se cerró el Autoclave, asegurándose que ninguno de los empaques estuviera fuera del lugar o ausente, se revisó que el seguro estuviera colocado adecuadamente y que la puerta no estuviera floja.
- Se configuró la temperatura del Autoclave a un valor de 65 °C y se encendió el equipo.
- Cuando la temperatura alcanzó los 65 °C, se operó el equipo durante 3 horas.
- Al terminar el tiempo de reacción se abrió la válvula de alivio del equipo para disminuir la presión interna.
- Se abrió el equipo cuando el equipo alcanzó una temperatura de 50 °C.
- Se sacó la bandeja utilizando guantes térmicos.
- Se enfrió el frasco con agua del grifo en un baño de María con agua y hielo.
- Se esperó a que el frasco se enfriara a una temperatura de 30-35 °C, se tomó una muestra de la suspensión en un beaker de 50 mL y se repitió el procedimiento de filtración realizado para la muestra inicial.
- Se colocó el filtrado en un tubo de ensayo con tapadera, rotulado apropiadamente y se guardó en el refrigerador junto con la otra muestra.
- Se determinó la concentración de azúcares de las muestras por HPLC y el rendimiento de la hidrólisis de acuerdo con el aumento en la concentración de glucosa, de acuerdo con el procedimiento que se encuentra en la sección de Cálculos de Muestra.
- Se realizó una hidrólisis ácida con una concentración del 2 % (m/m) de H₂SO₄ para cada temperatura (65 °C ,80 °C, 95 °C y 118 °C) por un tiempo de 3 horas.
- Se determinó la temperatura de reacción con el mejor rendimiento.

I. Determinación de la concentración de ácido sulfúrico con mejor rendimiento de hidrólisis ácida de pulpa de café licuada

- A partir de los resultados de la temperatura de reacción con el mejor rendimiento, se determinó la concentración de ácido sulfúrico con el mejor rendimiento de reacción.
- Se realizó una hidrólisis ácida con una concentración del 4% (m/m) de H_2SO_4 , a la temperatura que obtuvo el mejor rendimiento en las pruebas anteriores, por un tiempo de 3 horas.
- Se siguió el mismo procedimiento explicado en el inciso anterior con los cálculos respectivos para obtener una concentración del 4% (m/m) de H_2SO_4 .
- Luego se repitió el procedimiento, pero con una concentración del 6% (m/m) de H_2SO_4 .
- Se determinó la concentración de ácido sulfúrico con el mejor rendimiento, de acuerdo con el procedimiento que se encuentra en la sección de Cálculos de Muestra.

J. Prensado de pulpa de café

Un día antes de hacer las pruebas:

- Se cortó un pedazo de filtro manta de 1x1 m de área, se lavó con agua y jabón y se dejó en remojo en una cubeta con agua durante 24 horas.
- Se descongeló 11 bolsas de pulpa congelada 5 horas antes del prensado.

El día de las pruebas:

- Se lavó con agua y jabón una cubeta plástica
- Se pesó las bolsas con pulpa utilizando la balanza digital semi-industrial, con base de acero inoxidable del laboratorio.
- Se taró las bolsas vacías utilizando la balanza OHAUS 0-2000 g de la cabina de balanzas.
- Se pesó la cubeta en la balanza digital del laboratorio digital semi-industrial, con base de acero inoxidable del laboratorio.
- Se pesó la manta seca utilizando la balanza OHAUS 0-2000 g de la cabina de balanzas.
- Se colocó la manta en forma de bolsa dentro del recipiente perforado de la prensa hidráulica.
- Se colocó la cubeta debajo del colector de líquidos de la prensa hidráulica para recibir el líquido prensado.
- Se drenó el líquido presente en las bolsas con pulpa de café en el recipiente perforado de la prensa hidráulica con la manta para filtrarlo antes de recibirlo en la cubeta.
- Se trasladó la pulpa ya drenada al interior del saco de manta, dentro del recipiente perforado. Se acomodó la pulpa dentro del recipiente, se cubrió con el exceso de

manta (traslapando los trozos restantes) y se bajó el disco de la prensa para cerrar el espacio.

- Se prensó todo el material a una presión de 3000-4000 psi.
- Se pesó la cubeta con el jugo para determinar la masa del jugo prensado.
- Luego se determinó el rendimiento de jugo obtenido (masa de jugo/masa de pulpa inicial), de acuerdo con procedimiento que se encuentra en la sección de Cálculos de Muestra.
- Se guardó las cáscaras de pulpa prensada en bolsas “ziplock” previamente taradas y se pesaron las bolsas con cáscaras de pulpa de café prensadas para determinar la masa final de las cáscaras.
- Se pesó la manta al finalizar el prensado para determinar las pérdidas de material en el equipo.
- Se utilizó la balanza de humedad para determinar la humedad de la pulpa prensada, siguiendo el procedimiento del Inciso E de la sección de Metodología.
- Se realizó triplicado de la medición de humedad y se determinó el valor promedio de la humedad absoluta de las cáscaras de pulpa de café prensadas.

K. Caracterización del jugo de pulpa de café prensado

1. Determinación de la densidad del jugo de pulpa de café prensado

- Se colocó una muestra del jugo de pulpa de café en un beaker de 250 mL
- Se determinó la densidad del jugo de pulpa de café prensado siguiendo el procedimiento para la determinación de la densidad de la pulpa de café licuada en el Inciso G de la sección de Metodología, utilizando una probeta de 100 mL en lugar de una probeta plástica de 1L.
- Se realizó triplicado de las mediciones de densidad del jugo de pulpa prensada de café.
- Se determinó el valor promedio de la densidad del jugo de pulpa prensada de café.

2. Determinación de la cantidad de azúcares fermentables presentes en el jugo de pulpa de café prensado por HPLC

- Se tomó una alícuota del jugo de pulpa de café prensado en un tubo de ensayo con tapadera y se guardó en el refrigerador hasta realizar el análisis de HPLC.
- El análisis de concentración de glucosa, fructosa y sacarosa se realizó en el Laboratorio de Análisis Instrumental Avanzado de la Universidad del Valle de Guatemala.
- Se colocó un filtro desechable en la punta de una jeringa de 10 mL.
- Se colocó parte de la alícuota en el tubo de ensayo (aproximadamente 5 mL) directamente en la jeringa y se colocó el pistón de la jeringa.
- Se presionó el pistón para filtrar la muestra.

- La solución filtrada se inyectó directamente en un dial de 2 mL, hasta llenar un 50-75% de su volumen
- Se selló el dial con su respectiva tapadera y se rotuló adecuadamente.
- Se colocó el dial en el equipo de HPLC y se utilizó la columna de glucosa, fructosa y sacarosa para determinar la concentración de azúcares en la muestra.
- En caso de que no se pueda leer un pico de alguna de las tres azúcares se debe realizar una dilución de la muestra con agua destilada para que la concentración quede dentro del rango de la curva de calibración de la columna.

L. Secado

- Se abrió el secador y se sacó las bandejas para prepararlas para el secado de la pulpa de café prensada.
- Se cerró las puertas del secador y se encendió para llevarlo a una temperatura de 60 °C.
- En lo que se alcanzó esta temperatura, se prepararon las bandejas para el secado colocando papel aluminio sobre las bandejas que se vayan a utilizar.
- Se dibujó cuadrados de 15x15 cm de papel aluminio utilizando una regla y un lápiz, se cortaron y pesaron en la balanza electrónica OHAUS 0-2000 g.
- Estos cuadrados simulaban la bandeja del secador en una escala más pequeña.
- Se colocó un cuadrado de aluminio en cada una de las bandejas del secador que se utilizaron.
- Se colocó varias cáscaras de pulpa de café en el papel aluminio de manera que quedaran dispersas uniformemente.
- Se pesó el papel aluminio con las cáscaras de pulpa de café.
Se colocaron cáscaras de pulpa, dispersas sobre el papel aluminio que cubre las bandejas del secador.
- Además, se colocó la misma masa de cáscaras de pulpa de café en cada una de las bandejas.
- Se anotó la medición inicial del contador de consumo eléctrico del equipo antes de iniciar la operación de secado.
- Una vez alcanzada la temperatura deseada, se abrió las puertas del secador y se introdujo las bandejas.
- Se realizó el secado por un tiempo de 5 horas.
- Se determinó la pérdida de humedad en diferentes tiempos, pesando el papel aluminio de 15x15 cm, de cada una de las bandejas, en la balanza electrónica OHAUS 0-2000 g.
- Se realizó mediciones cada 30 minutos de la temperatura de bulbo seco y humedad relativa del aire en el ambiente y de la temperatura de bulbo seco y humedad relativa del aire a la salida del secador utilizando un higrómetro.
- También se realizó mediciones de la velocidad lineal del aire en la salida del secador utilizando un anemómetro y mediciones del consumo energético en el contador del equipo.

- Se midió el área del rectángulo en el extractor del secador para poder calcular el flujo volumétrico de aire en la salida del secador.
- Se detuvo el secado cuando dejó de haber una diferencia en la pérdida de humedad entre dos mediciones consecutivas de la masa de los cuadrados de aluminio.
- Se esperó a que la temperatura del secador fuera de aproximadamente 30 °C para poder abrirlo.
- Se tomó muestras de diferentes bandejas del secador utilizando guantes de látex para no humedecer las cáscaras de pulpa de café y se colocaron en una bolsa plástica pequeña.
- Se midió la humedad final de las cáscaras de pulpa de café utilizando la balanza de humedad, siguiendo el procedimiento del Inciso E de la sección de Metodología.
- Se realizó triplicado y se determinó el promedio de la medición final de humedad de la pulpa de café.
- Se pesó una bolsa “ziplock” en la balanza electrónica.
- Se recogió toda la pulpa seca de las bandejas del secador utilizando guantes de látex para no humedecerla y se almacenó dentro de la bolsa “ziplock”.
- Se pesó la bolsa con material en la balanza electrónica y se determinó la masa final del material seco.

M. Molienda

- Se limpió el molino de discos utilizando aire comprimido para remover cualquier material remanente de pruebas realizadas anteriormente.
- Se colocó una bolsa negra de polietileno en la tolva que se encuentra en la parte inferior del molino de discos.
- Se adhirió la bolsa a la tolva utilizando masking tape.
- Se apretó bien los discos del molino para poder obtener un tamaño de partícula más pequeño.
- Se encendió el molino y se echó lentamente todas las cáscaras de pulpa de café secas en la tolva superior del molino.
- Se apagó el equipo cuando se molió todo el material y se recogió la harina en la bolsa negra de polietileno.
- Se colocó una bolsa negra de polietileno nueva en la tolva inferior del molino.
- Se encendió el molino y se echó nuevamente toda la harina de pulpa de café en la tolva superior del molino.
- Se repitió este procedimiento tres veces para obtener la mayor cantidad de harina con el tamaño de partícula deseado.
- Se pesó la tercera bolsa de polietileno en la balanza electrónica OHAUS 0-2000 g antes de utilizarla.
- Finalmente, se pesó la bolsa de polietileno con la harina y se determinó las pérdidas de material en el proceso de molienda, siguiendo el procedimiento que se encuentra en la sección de Cálculos de Muestra.

N. Tamizado

- Se limpió los tamices del equipo utilizando aire comprimido.
- Se pesaron individualmente todos los tamices del equipo en la balanza electrónica OHAUS 0-2000 g.
- Se colocó los tamices en el orden correcto (el tamiz inferior debe ser para el tamaño de partícula más pequeño y el superior para el tamaño de partícula más grande).
- Se colocó toda la harina de pulpa de café en el primer tamiz (No. 20).
- Se colocó la tapadera de aluminio sobre el tamiz y se bajó el brazo del equipo.
- Se encendió el equipo y se tamizó la harina durante 25 minutos.
- Se pesó nuevamente cada uno de los tamices con el material para determinar la distribución de tamaños de partícula obtenidos en el proceso de molienda, siguiendo el procedimiento que se encuentra en la sección de Cálculos de Muestra.
- Se guardó la harina con tamaño de partícula inferior a 250 μm en una bolsa ziplock, es decir, la harina obtenida en los tamices No. 60, 80, 100 y los finos en el fondo del equipo.
- Este es el material que se utilizó para las pruebas de hidrólisis ácida de harina de pulpa de café.

O. Determinación de la concentración de ácido sulfúrico con mejor rendimiento de hidrólisis ácida de pulpa de café seca, molida y tamizada

Para realizar la hidrólisis ácida de la pulpa de café se utilizaron diferentes referencias de la literatura. Esta metodología se basa en trabajos previos de hidrólisis de pulpa de café, cascarilla de café, bagazo de caña y cebada. Por su similitud morfológica y contenido estructural.

Las variables estudiadas fueron la temperatura y la concentración de ácido sulfúrico.

En todas las referencias consultadas se utiliza una relación sólido-líquido de 1:10.

- Todas las reacciones de hidrólisis se realizaron con una razón de 1:10 sólido-líquido (1kg de pulpa base seca/10kg de solución de ácido sulfúrico) y con harina de pulpa de café con una granulometría menor o igual a 250 μm de diámetro.
- Se realizaron cálculos para la solución de ácido sulfúrico según la cantidad de humedad presente en la harina de pulpa de café y la razón sólido-líquido establecidas, como se muestra en la sección de Cálculos de Muestra.
- De acuerdo a estos cálculos se determinó la cantidad de harina de pulpa de café y solución de ácido sulfúrico que se deben agregar en el frasco Schott.
- Se preparó una solución de ácido sulfúrico y agua destilada de manera que al agregarla a la harina de pulpa de café se obtuvo una solución final con una concentración de ácido sulfúrico del 2 % (g ácido sulfúrico/g solución) y una razón 1:10 sólido-líquido (1kg de pulpa base seca/10kg de solución).
- Se repitió el procedimiento del inciso H de la sección de Metodología.

- Se realizó una hidrólisis ácida a 118 °C para tres concentraciones diferentes de ácido sulfúrico diluido (2 %, 4 % y 6 % (m/m)).
- Se determinó la concentración de azúcares de las muestras antes y después de la hidrólisis ácida por HPLC.
- Se determinó el rendimiento de la hidrólisis ácida de acuerdo al aumento en la concentración de glucosa, como se muestra en los cálculos de la sección de Cálculos de Muestra.

P. Limpieza del fermentador y pasteurización del jugo de pulpa de café prensado

Un día antes de la fermentación:

- Se colocó 12 L de agua desmineralizada en el fermentador de la planta automatizada de bioetanol.
- Se encendió la resistencia del fermentador y se colocó un valor de 100 °C en el controlador de temperatura para calentar el agua.
- Cuando la temperatura del agua alcanzó 100 °C se encendió el agitador del equipo y se limpió durante 30 minutos.
- Al terminar la limpieza se apagó la resistencia del fermentador y se esperó a que la temperatura del fermentador disminuya a 40 °C para poder drenar el agua (se puede dejar el equipo enfriando durante todo el día y drenarlo al día siguiente antes de iniciar la fermentación del mosto de jugo de pulpa de café).

El día de la fermentación:

- Se colocó todo el jugo de pulpa en una olla de aluminio con fondo plano.
- Se calentó la olla con el jugo de pulpa por 30 minutos a una temperatura de 75-80°C.
- Se colocó la tapadera a la olla y se esperó a que el mosto se enfriara a una temperatura de 40 °C.
- Finalmente, se llenó el fermentador con el mosto de jugo de pulpa de café utilizando un beaker de 2L esterilizado con etanol.

Q. Preparación del medio de rehidratación (inóculo) e inoculación del mosto

Recomendación del proveedor de levadura Lalvin:

Activación de la levadura (rehidratar en 10 veces su masa en agua), por ejemplo, 5 g levadura/50 mL de agua.

- Se midió 50 mL de agua suavizada con una probeta de 50 mL y se colocaron en un frasco Schot de 300 mL.
- Se colocó la tapadera al frasco y se enroscó moderadamente para evitar que la presión dentro del frasco aumente demasiado.

- Se introdujo la bandeja con el frasco en el Autoclave y luego se cerró, asegurándose que ninguno de los empaques esté fuera del lugar o ausente, revisando que el seguro esté colocado adecuadamente y que la puerta no esté floja.
- Se esterilizó el medio por 20 minutos a una temperatura de 121 °C.
- Al terminar el ciclo de esterilización, se abrió la válvula de alivio del equipo para disminuir la presión dentro del equipo.
- Se abrió el equipo hasta que la temperatura fuera menor de 50 °C y la presión sea cero.
- Se sacó la bandeja utilizando guantes térmicos.
- Se enfrió el frasco, primero utilizando trapos húmedos y después colocando el frasco en un baño de María con agua del grifo y hielo.
- Se esperó a que el frasco se enfriara a una temperatura de 35-40 °C.
- Se encendió un mechero de etanol para esterilizar el área de trabajo.
- Se destapó el frasco con agua esterilizada, se agregaron 5 gramos de levadura deshidratada y luego se tapó nuevamente.
- Se agitar el frasco moderadamente para disolver la levadura y activarla.
- Se midieron 50 mL del mosto pasteurizado con una probeta de 50 mL, 20 minutos después la rehidratación de la levadura, y se agregaron al frasco Schott con el inóculo.
- Se inoculó todo el contenido del frasco Schot al mosto en el fermentador, 10 minutos después de agregar el mosto al medio de rehidratación.
- Es importante que la diferencia de temperatura entre mosto a inocular y el medio de rehidratación no sea mayor de 10 °C.
- Además, el tiempo entre la preparación del medio de rehidratación y la inoculación no debe ser mayor a 45 minutos.

R. Fermentación alcohólica y toma de muestras

- Se llevó a cabo la fermentación alcohólica por un tiempo de cinco días a una temperatura de incubación de 25 °C.
- Para esto fue necesario establecer un valor de 25 °C en el controlador de temperatura del fermentador de la planta automatizada de bioetanol.
- Se mantuvo el agitador encendido, a una velocidad moderada, durante toda la fermentación para homogenizar el mosto.
- Se abrió ligeramente la válvula de escape del fermentador para que escape el CO₂ producido y no hubiera un aumento de presión en el equipo.
- Se limpió con agua y jabón un tubo de ensayo con tapadera y se secó bien utilizando papel.
- Se pesó el tubo de ensayo sin tapadera en la balanza analítica y se anotó el peso.
- Se tomó alícuotas de aproximadamente 10 mL utilizando un beaker de 25 mL.
- Se utilizó una pipeta graduada de 10 mL para colocar 8 mL de la suspensión en un tubo de ensayo con tapadera.

- Se pasteurizó el tubo de ensayo que contiene la muestra en un baño de María por 20 minutos a una temperatura de 70 °C para eliminar los microorganismos presentes en la solución y detener la fermentación.
- Asegurarse de que la tapadera del tubo esté bien sellada para que no se evapore y escape el etanol producido al colocarlo en el baño térmico.
- Se rotuló el tubo de ensayo con masking tape y un marcador para poder identificar la muestra.
- Se guardó el tubo de ensayo en una gradilla dentro del refrigerador del Laboratorio de Operaciones Unitarias.
- Se realizaron estos pasos cada vez que se tomó una nueva muestra.

S. Determinación del crecimiento celular por peso seco

- Se tomó una muestra “F0” del mosto antes de inocular para que sirva como un blanco.
- Se colocaron seis tubos de ensayo con muestra en la centrifugadora.
- Se colocó el mismo volumen (8 mL) en todos los tubos de ensayo para que el peso dentro de la centrifugadora esté equilibrado.
- Se centrifugaron las muestras durante 15 minutos.
- Se repitió este procedimiento hasta centrifugar todas las muestras.
- Si no es posible colocar 6 tubos de ensayo con muestra debido a que se cuenta con una menor cantidad de muestras, colocar 8 mL de agua destilada en los tubos de ensayo que hagan falta para poder llenar la centrifugadora.
- Se utilizó una pipeta Pasteur y un bulbo para remover la mayor cantidad del líquido en el tubo de ensayo de manera que solo quedara el sólido sedimentado en el fondo del tubo.
- Se colocó el líquido en otro tubo de ensayo rotulado con el mismo nombre. El contenido de este tubo de ensayo se envió a HPLC para análisis de concentración de azúcares y etanol.
- Se realizó este procedimiento para cada muestra, limpiando la pipeta Pasteur con agua destilada antes de manipular la siguiente muestra.
- Se colocaron todos los tubos de ensayo con sólido sedimentados, sin tapadera, dentro de una mufla a una temperatura de 60 °C durante 3 horas para remover toda la humedad remanente en el tubo.
- Al pasar las tres horas, se apagó el equipo y se esperó a que la temperatura dentro de este disminuyera a 30 °C para poder sacar los tubos de ensayo con el sólido seco.
- Se pesó nuevamente los tubos de ensayo y por diferencia de peso se determinó el contenido de sólido seco, y, por lo tanto, sólidos suspendidos en cada una de las muestras.
- Se restó el peso seco de la muestra F0 de todas las demás muestras. Este valor representa todos los sólidos suspendidos, como fibras de pulpa de café, presentes en el mosto antes de inocular.

- Se determinó la concentración de levadura en el mosto, dividiendo el peso seco por el volumen de la alícuota, que es de 8 mL para todas las muestras.

T. Determinación de la concentración de etanol y azúcares y densidad del jugo de pulpa de café fermentado

- El análisis de concentración de azúcares y concentración de etanol se realizará en el Laboratorio de Análisis Instrumental Avanzado de la Universidad del Valle de Guatemala.
- El análisis de concentración de glucosa, fructosa y sacarosa se realizó en el Laboratorio de Análisis Instrumental Avanzado de la Universidad del Valle de Guatemala.
- Se colocó un filtro desechable en la punta de una jeringa de 10 mL.
- Se colocó parte de la alícuota en el tubo de ensayo (aproximadamente 5 mL) directamente en la jeringa y se colocó el pistón de la jeringa.
- Se presionó el pistón para filtrar la muestra.
- La solución filtrada se inyectó directamente en un dial de 2 mL, hasta llenar un 50-75% de su volumen
- Se selló el dial con su respectiva tapadera y se rotuló adecuadamente.
- Se colocó el dial en el equipo de HPLC y se utilizó la columna de glucosa, fructosa, sacarosa y etanol para determinar la concentración de azúcares y etanol en la muestra.
- En caso de que no se pueda leer un pico de alguna de las tres azúcares se debe realizar una dilución de la muestra con agua destilada para que la concentración quede dentro del rango de la curva de calibración de la columna.

U. Determinación de la densidad del jugo de pulpa de café prensado

- Se colocó una muestra del jugo de pulpa de café fermentado en un beaker de 250 mL
- Se determinó la densidad del jugo de pulpa de café fermentado siguiendo el procedimiento para la determinación de la densidad de la pulpa de café licuada en el Inciso G de la sección de Metodología, utilizando una probeta de 100 mL en lugar de una probeta plástica de 1L.
- Se realizó triplicado de las mediciones de densidad del jugo de pulpa de café fermentado y se determinó el valor promedio.

V. Destilación del caldo de fermentación

1. Curva de calibración para soluciones de etanol-agua

- La curva de calibración se realizó un día antes de la operación de destilación.
- Se prepararon soluciones estándar de etanol-agua a diferentes concentraciones (m/m).
- Se utilizó etanol grado reactivo y agua destilada para la preparación de las soluciones estándar.
- Se colocó un beaker de 25 mL en la balanza analítica OHAUS 0-110 g y se taró la balanza.
- Luego se colocó etanol directamente del frasco a otro beaker de 25 mL.
- Se utilizó una pipeta Pasteur y un bulbo para agregar etanol poco a poco en el beaker de 25 mL sobre la balanza hasta que esta marque 2 gramos.
- Luego se agregó agua destilada con una piseta hasta que la balanza indicara 10 gramos.
- Se mezcló la solución utilizando una varilla de vidrio y luego se colocó la solución en un tubo de ensayo con tapadera.
- Este fue el procedimiento para la preparación del estándar para una solución de etanol-agua al 20% (m/m).
- Se rotuló el tubo de ensayo apropiadamente para poder identificar el estándar.
- Se repitió este procedimiento para la preparación de los demás estándares, utilizando las proporciones de etanol y agua respectivas para cada solución.
- Se preparó 10 estándares de soluciones de etanol-agua con las siguientes concentraciones %(m/m): 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 85 y 90 % (m/m).
- Se colocaron todos los tubos de ensayo con los estándares, con la tapadera completamente sellada, en el baño térmico a 22 °C del refractómetro ATAGO.
- Se tomó el tubo de ensayo con el primer estándar (20%) y se colocaron un par de gotas de la solución en la cámara del refractómetro, para medir su índice de refracción.
- Se utilizó un “kimwipe” para remover la solución del refractómetro, luego se limpió con agua destilada utilizando la piseta y se utilizó un “kimwipe” nuevo para remover el agua destilada.
- Se repitió este procedimiento hasta obtener el índice de refracción de todos los estándares.
- Se construyó la curva de calibración utilizando una hoja de cálculo en Microsoft Excel y se identificó una línea de tendencia para una ecuación polinómica de grado 2, que se adecúa al comportamiento de la gráfica, siguiendo el procedimiento que se encuentra en la sección de Cálculos de Muestra.
- La línea de tendencia del gráfico muestra la dependencia de la concentración de etanol con el índice de refracción.
- Se utilizó la ecuación para calcular la concentración del destilado en el proceso de destilación. poder obtener una

2. Destilación

- La destilación se llevó a cabo inmediatamente al finalizar el proceso de fermentación, utilizando la columna de destilación de la Planta de Producción de Bioetanol del Laboratorio de Operaciones Unitarias.
- Según la concentración final de etanol obtenida en la fermentación, de acuerdo con los resultados de HPLC, se calculó la relación de reflujo, es decir, la cantidad de destilado que regresa a la columna, necesaria para obtener una concentración inicial de destilado del 90 % (m/m) en la columna de ocho etapas.
- En este caso la columna tal como se utiliza en el equipo RNE283 no tiene sección de alimentación, ya que la alimentación es simplemente el reactor en el fondo de la columna. Debido a que la alimentación entra desde el fondo, toda la columna forma las secciones de rectificación y agotamiento.
- Se construyó una gráfica con los datos del equilibrio vapor-líquido para el sistema binario etanol-agua a 1 atm de presión en fracciones molares que encuentran en la Figura No. 19 de la sección de Marco Teórico.
- Primero se determinó la relación de reflujo mínima, en el cual la separación puede ocurrir con un número infinito de etapas, y luego la relación de reflujo real para obtener la concentración de destilado inicial deseada en una columna con ocho etapas ideales.
- Ambas relaciones de reflujo se calcularon por el método gráfico de McCabe-Thiele para operaciones de destilación discontinua con reflujo, siguiendo el procedimiento que se encuentra en la sección de Cálculos de Muestra.
- Una vez calculada la relación de reflujo real, se procedió con los siguientes pasos para la operación de destilación.
- Se encendió la resistencia del fermentador del equipo y se configuró un valor de 95 °C en el controlador de temperatura del calderín.
- Se encendió el agitador y se configuró a una velocidad moderada para que el intercambio de calor fuera homogéneo.
- Se esperó a que el mosto en el fermentador alcanzara la temperatura deseada y a que se llenaran uno por uno los platos de la columna con destilado.
- Este procedimiento puede tardar varias horas.
- Cuando la temperatura del fermentador alcanzó los 80 °C se inició el flujo de agua de enfriamiento abriendo las válvulas respectivas.
- Cerrar la válvula de cierre del fermentador para prevenir cualquier escape de etanol evaporado.
- Se configuró el temporizador del equipo para obtener la relación de reflujo deseada hasta que se empezó a observar la formación de condensado en el condensador localizado en la parte superior de la columna
- Se seleccionó la opción “Cíclico ON/OFF” en el temporizador del equipo y se definió la cantidad de segundos que la válvula de destilado estará en su posición de

apagado (reflujo) y en su posición de encendido (destilado), de acuerdo al reflujo real calculado.

- Por ejemplo, si la relación de reflujo calculada es de 2, se deben configurar 20 segundos para que la válvula de reflujo esté en su posición de apagado y 10 segundos para que la válvula esté en su posición de encendido. Por lo tanto, durante 20 segundos el vapor condensado regresará a la columna y por 10 segundos saldrá hacia el recipiente colector de etanol del equipo.
- Se verificó que la pantalla del temporizador mostrara la cuenta atrás correcta para la relación de reflujo definida.
- Se tomaron muestras del destilado periódicamente utilizando un beaker de 50 mL.
- Se abrió válvula de destilado y se tomó una muestra de todo el destilado acumulado en el receptor de destilado, en el beaker de 50 mL.
- Inmediatamente se colocó parafilm sobre la boquilla del beaker para evitar que el etanol se evapore al ambiente.
- Luego se colocó el beaker en un baño de María en un recipiente con agua del grifo y hielo para poder enfriar las muestras de destilado.
- Una vez frío se colocó parte de la muestra en un tubo de ensayo con tapadera.
- Se colocó el tubo de ensayo con la tapadera completamente sellada en el baño térmico a 22 °C del refractómetro ATAGO.
- Se esperó durante 10 minutos para que el tubo de ensayo y el destilado alcanzaran la temperatura deseada.
- Se colocó un par de gotas de la solución en la cámara del refractómetro para medir su índice de refracción.
- Se anotó el índice de refracción y luego se calculó la concentración del destilado, de acuerdo con procedimiento que se encuentra en la sección de Cálculos de Muestra.
- Se repitió este procedimiento cada media hora.
- Se colocó todas las muestras del destilado tomadas periódicamente en un frasco Schot de 500 mL para determinar la cantidad y concentración final del destilado obtenido.
- Se detuvo la destilación cuando la concentración del destilado calculado fuera menor al 65 % (m/m).
- Se tomó una muestra de las colas del proceso de destilación para determinar su concentración de etanol por HPLC.
- Se realizó un balance de masa del proceso de destilación y se determinó el rendimiento de producción de destilado por kg de pulpa fresca y por kg de jugo fermentado, siguiendo el procedimiento que se encuentra en la sección de Cálculos de Muestra.

W. Fermentación del hidrolizado de harina de pulpa de café

1. Filtración

- Se fermentó el hidrolizado con el mejor rendimiento de las tres concentraciones evaluadas para la hidrólisis ácida a 118 °C de la harina de pulpa de café con granulometría menor o igual a 250 µm.
- Se siguió el procedimiento descrito en el Inciso H de la sección de Metodología, para la filtración del hidrolizado.

2. Neutralización y filtración

- Se calibró el potenciómetro del Multi-Parámetros utilizando los tres estándares de pH que se encuentran en la cabina del Laboratorio de Operaciones Unitarias.
- Se pesó un beaker de 400 mL limpio y seco en la balanza electrónica.
- Se colocó todo el líquido filtrado en el beaker de 400 mL.
- Se utilizó el potenciómetro para medir el pH del líquido filtrado.
- Se utilizó hidróxido de calcio ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) para neutralizar el líquido y llevarlo a un pH de aproximadamente 5-7, que es el recomendado por el proveedor de la levadura para el medio de crecimiento de los microorganismos.
- Se utilizar una espátula analítica para agregar un poco de hidróxido de calcio al líquido y se agitó la suspensión con una varilla de vidrio.
- Luego se utilizó el potenciómetro para medir el pH de la suspensión.
- Se realizó este procedimiento varias veces hasta que se logró llegar al pH deseado.
- Se pesó nuevamente el beaker de 400 mL.
- Se siguió el procedimiento descrito en el Inciso H de la sección de Metodología, para la filtración de esta suspensión neutralizada.

3. Fermentación del hidrolizado

Recomendaciones del proveedor de levadura.

Activación de la levadura (rehidratar en 10 veces su masa en agua), por ejemplo, 5 g levadura/50 mL de agua.

- Se midieron 20 mL de agua suavizada con una probeta de 25 mL y se colocaron en un frasco Schott de 300 mL (el recipiente no debe estar lleno más allá de 2/3 de su capacidad).
- Luego se midieron 20 mL del líquido filtrado con una probeta de 25 mL y se colocaron en otro frasco Schott de 300 mL.
- Luego se midió el volumen del resto del líquido filtrado con una probeta de 100 mL y se colocó en otro frasco Schott de 300 mL.
- Se siguió el procedimiento descrito en el Inciso Q de la sección de Metodología para el uso la esterilización de estos frascos en el Autoclave.
- Se encendió un mechero de etanol para esterilizar el área de trabajo.

- Se destapó el frasco Schot con el agua destilada esterilizada y se agregaron 2 gramos de levadura deshidratada.
- Se tapó el frasco y se agitar moderadamente para disolver la levadura y activarla.
- Se agregó el mosto esterilizado al frasco Schot con el inóculo, 20 minutos después de la rehidratación.
- Se colocó el medio de cultivo esterilizado en un frasco con trampa de CO₂, que fue esterilizado previamente con etanol.
- Se utilizó una pipeta graduada de 5 mL para medir el volumen necesario en el frasco con el medio de cultivo, 10 minutos después de agregar el mosto al medio de rehidratación.
- Se agregó el inóculo al fermentador (frasco), asegurándose de que la diferencia de temperatura entre mosto a inocular y el medio de rehidratación no sea mayor de 10°C.
- El tiempo entre la preparación del medio de rehidratación y la inoculación no debe ser mayor a 45 minutos.
- Se colocó el fermentador junto con la trampa de CO₂ en la incubadora con una agitación moderada y una temperatura de incubación de 25 °C.
- La fermentación se llevó a cabo hasta que se dejó de observar la formación de burbujas en la trampa de CO₂.
- Al terminar la fermentación, se tomó una muestra de 8 mL de la suspensión con una pipeta graduada de 10 mL y se colocó en un tubo de ensayo con tapadera.
- Se siguió el procedimiento utilizado en el Inciso S de la sección de Metodología para el análisis de crecimiento celular y de concentración de azúcares.
- El cálculo del balance de masa y el rendimiento de la fermentación se encuentra en la sección de Cálculos de Muestra.

VII. RESULTADOS

Cuadro 1: Caracterización de la pulpa de café

Humedad absoluta de la pulpa de café	87.40 ± 0.02 %
Densidad aparente de la pulpa de café	0.5607 ± 0.009 g/mL

Notas:

- Estos datos son el promedio de los valores que se encuentran en el Cuadro 10 de datos originales y el Cuadro 32 de datos calculados, ambos en la sección de anexos.

Cuadro 2: Contenido de azúcares presentes en el licuado de pulpa de café y la harina de pulpa de café

	Concentración sacarosa % (m/m) ± 0.02	Concentración glucosa % (m/m) ± 0.02	Concentración fructosa % (m/m) ± 0.02
Pulpa licuada de café	0.98	1.10	1.16
Harina de pulpa de café	5.28	5.33	5.84

Notas:

- Los cálculos para estos resultados se encuentran en la parte de anexos.
- Estos datos son promedios calculados a partir de los datos originales de los Cuadros 19, 20, 21 y 22 y datos calculados de los Cuadros 3 y 4.
- La concentración de azúcares está expresada sobre masa de pulpa licuada de café y harina (seca) de pulpa de café.

Cuadro 3: Resultados de las pruebas de hidrólisis de suspensiones de pulpa licuada de café o harina de pulpa de café y ácido sulfúrico diluido, a diferentes temperaturas de reacción y concentraciones de ácido

No. de Prueba	Concentración de H ₂ SO ₄ %	Temperatura (°C)	Concentración de azúcares antes de hidrólisis ácida (g azúcar/100 g susp. pulpa café y H ₂ SO ₄) % (m/m) ± 0.001			Concentración de azúcares antes de hidrólisis ácida (g azúcar/100 g susp. pulpa café y H ₂ SO ₄) % (m/m) ± 0.001		
			Sacarosa	Glucosa	Fructosa	Sacarosa	Glucosa	Fructosa
1	2	65	1.007	0.919	0.958	0.339	0.931	1.206
2	2	80	0.937	0.890	0.832	0.335	0.919	1.350
3	2	95	0.971	0.983	1.197	0.365	1.009	2.254
4	4	95	0.808	0.828	0.884	0.279	0.850	1.015
5	6	95	0.780	0.855	0.873	0.258	0.860	0.870
6	2	118	0.822	1.166	1.250	0.188	1.220	1.462
7	4	118	0.805	1.208	1.061	0.241	1.269	1.550
8	6	118	0.816	0.983	1.187	0.328	1.071	0.860
9	2	118	0.466	0.529	0.491	0.205	0.674	0.448
10	4	118	0.601	0.534	0.479	0.225	0.704	0.507
11	6	118	0.500	0.521	0.467	0.325	0.722	0.504

Notas:

- Los cálculos para estos resultados se encuentran en la parte de anexos.
- Se utilizó los datos originales de los Cuadros 19, 20, 21 y 22 para el cálculo de estos resultados

Cuadro 4: Rendimiento de la hidrólisis ácida de suspensiones de pulpa licuada de café y harina de pulpa de café y soluciones diluidas de ácido sulfúrico, a diferentes temperaturas de reacción y concentraciones de ácido

No. de Prueba	Tipo de pulpa de café utilizada	Concentración H ₂ SO ₄ % (m/m)	Temperatura de reacción (°C)	Aumento en la concentración de glucosa (%) ± 0.002
1	Licuada	2	65	1.371
2	Licuada	2	80	2.224
3	Licuada	2	95	2.571
4	Licuada	4	95	2.682
5	Licuada	6	95	2.974
6	Licuada	2	118	4.630
7	Licuada	4	118	5.000
8	Licuada	6	118	8.921
9	Harina	2	118	27.441
10	Harina	4	118	31.960
11	Harina	6	118	38.667

Notas:

- Los cálculos para estos resultados se encuentran en la parte de anexos.
- Se utilizaron los datos originales de los Cuadro 19 y 18 para el cálculo de estos resultados.

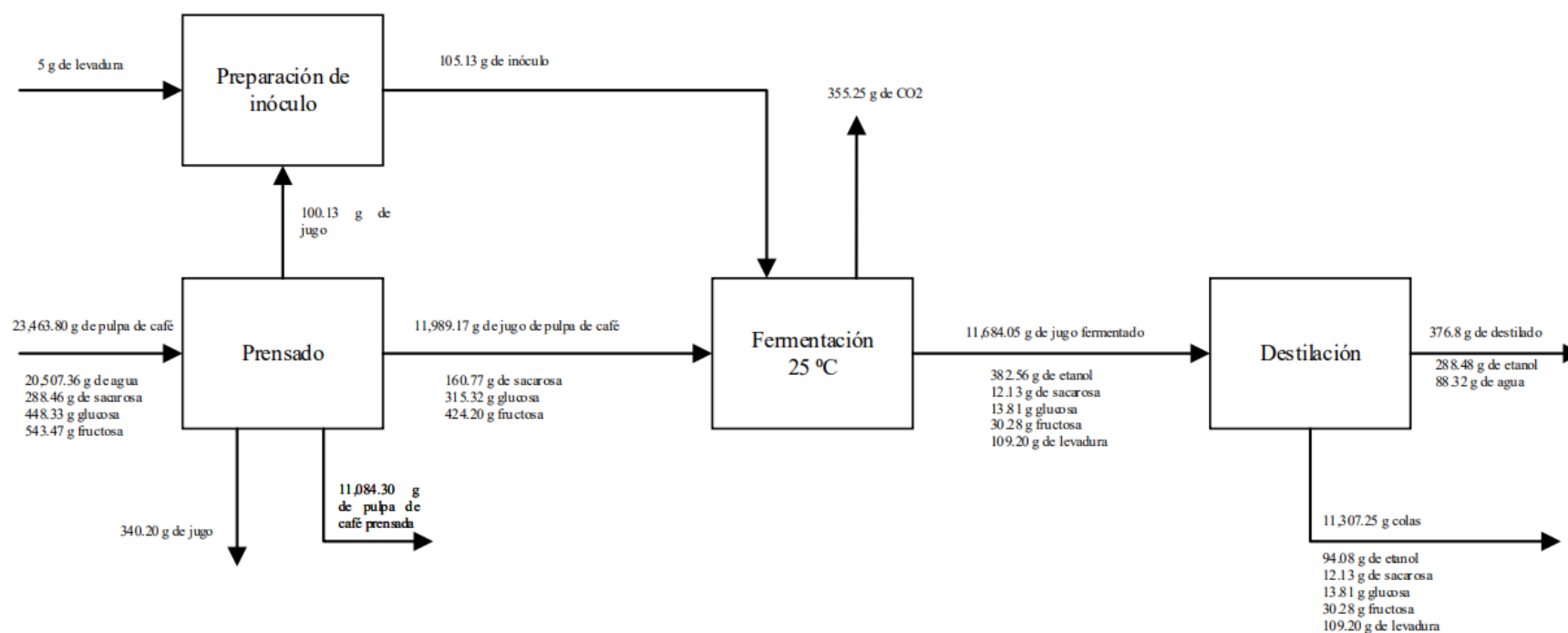
Cuadro 5: Rendimiento de producción de etanol en la fermentación de jugo de pulpa prensada de café

	Potencial de producción de etanol	Rendimiento relativo
Rendimiento de producción de etanol sobre azúcares totales iniciales (g etanol/g azúcares iniciales)	40.95 ± 0.01 %	80.13 ± 0.02 %
Rendimiento de producción de etanol sobre azúcares totales consumidas (g etanol/g azúcares consumidas)	43.68 ± 0.02%	85.49 ± 0.02 %

Notas:

- Se utilizó las Ecuaciones 12 - 15 y los datos de los Cuadros 24 y 45 para el cálculo del balance de masa global de la fermentación y los rendimientos.
- Para el cálculo del rendimiento relativo se comparó el potencial de producción de azúcares, con el rendimiento teórico máximo (estequiométrico): 0.511 g etanol/g azúcares iniciales.

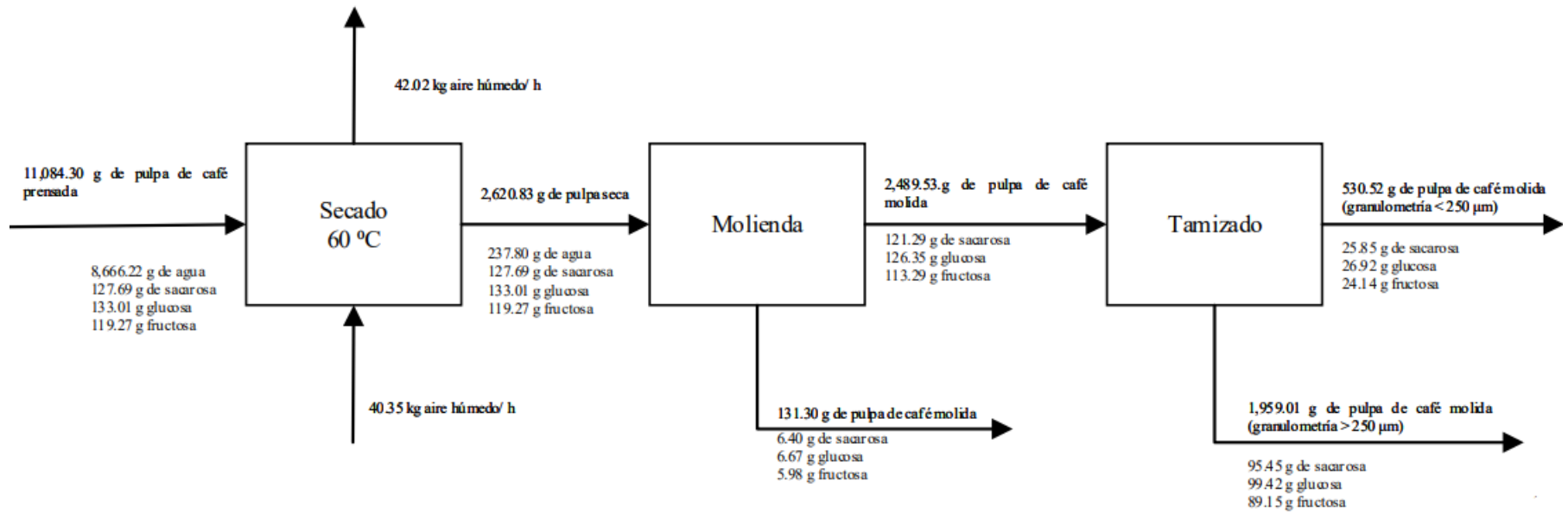
Figura 36: Balance de masa del prensado, fermentación y destilación de pulpa de café



Notas:

- Se utilizó los datos calculados de los Cuadros 34, 44, 45 y 58 para la construcción de este diagrama de bloques.
- Los cálculos para los balances de masa de estas operaciones unitarias se encuentran en la sección de anexos.

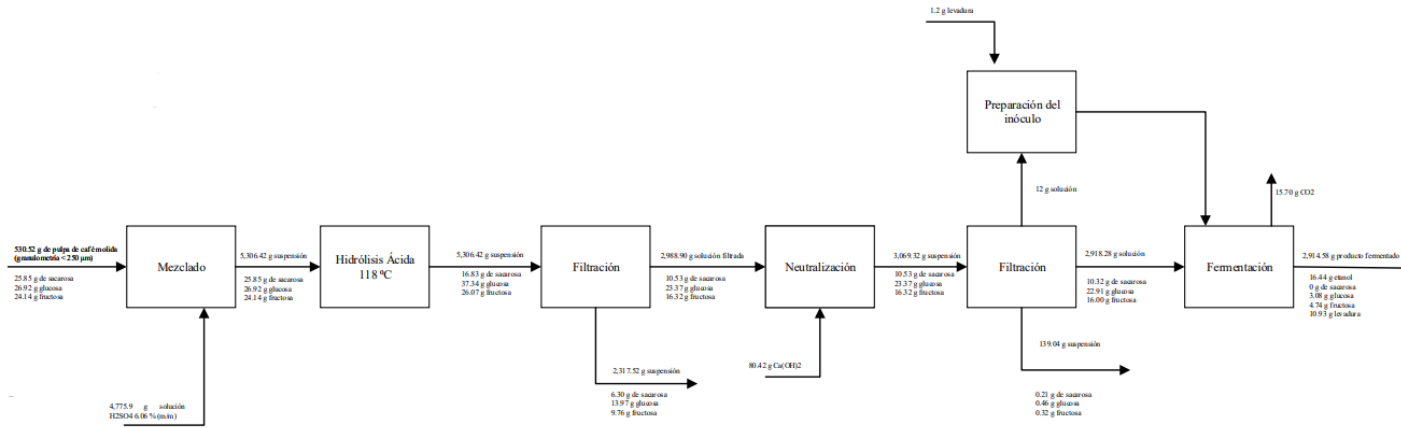
Figura 37: Balance de masa del secado, molienda y tamizado de pulpa prensada de café



Notas:

- Se utilizó los datos calculados de los Cuadros 34, 35, 36, 38 y 43 para la construcción de este diagrama de bloques.
- Los cálculos para los balances de masa de estas operaciones unitarias se encuentran en la sección de anexos.

Figura 38: Balance de masa de la hidrólisis, filtrado, neutralización y fermentación de la harina de pulpa de café con granulometría menor o igual a 250 μm



Notas:

- Se utilizó los datos calculados de los Cuadros 54, 55, 56 y 57 para la construcción de este diagrama de bloques.
- Los cálculos para los balances de masa de estas operaciones unitarias se encuentran en la sección de anexos.

Cuadro 6: Rendimientos de etanol producido en la fermentación de jugo de pulpa prensada de café

Rendimiento de etanol obtenido por masa de jugo fermentado de pulpa de café	$31.8 \pm 0.1 \frac{g \text{ etanol}}{kg \text{ jugo de pulpa fermentada de café}}$
Rendimiento de etanol obtenido por masa de pulpa prensada de café	$16.3 \pm 0.1 \frac{g \text{ etanol}}{kg \text{ pulpa de café prensada}}$

Notas:

- Se calculó los rendimientos de la fermentación de jugo de pulpa de café a partir de los datos calculados de los Cuadros 34, 35, 36, 38 y 43.
- En el cuadro de resultados se compara la masa de etanol obtenida en la fermentación, por cada kg de jugo fermentado y por cada kg de pulpa prensada.
- Los cálculos para estos resultados se encuentran en la sección de anexos.

Cuadro 7: Rendimientos de etanol producido a partir de la destilación de jugo fermentado de pulpa de café

Rendimiento de destilado al 76.56 % (m/m) obtenido por masa de jugo fermentado de pulpa de café	$32.25 \pm 0.1 \frac{g \text{ destilado al } 76.56 \% \left(\frac{m}{m}\right)}{kg \text{ jugo de pulpa fermentada}}$	$37.99 \pm 0.1 \frac{mL \text{ destilado al } 76.56 \% \left(\frac{m}{m}\right)}{kg \text{ jugo de pulpa fermentada}}$
Rendimiento de destilado al 76.56 % (m/m) obtenido por masa de pulpa prensada de café	$16.06 \pm 0.1 \frac{g \text{ destilado al } 76.56 \% \left(\frac{m}{m}\right)}{kg \text{ pulpa prensada de café}}$	$19.92 \pm 0.1 \frac{mL \text{ destilado al } 76.56 \% \left(\frac{m}{m}\right)}{kg \text{ pulpa prensada de café}}$

Notas:

- Se calculó los rendimientos de la fermentación de jugo de pulpa de café a partir de los datos calculados de los Cuadros 34, 35, 36, 38 y 43.
- En el cuadro de resultados se compara la masa de destilado al 76.56 % (g etanol/g solución) obtenido, por cada kg de jugo fermentado y por cada kg de pulpa prensada.
- Los cálculos para estos resultados se encuentran en la sección de anexos.

Cuadro 8: Rendimientos de producción de etanol sobre azúcares iniciales totales y azúcares consumidas en la fermentación del hidrolizado de harina de pulpa de café

	Potencial de producción de etanol	Rendimiento relativo
Rendimiento de producción de etanol sobre azúcares totales iniciales (g etanol/g azúcares iniciales)	$33.02 \pm 0.01 \%$	$64.62 \pm 0.02 \%$
Rendimiento de producción de etanol sobre azúcares totales consumidas (g etanol/g azúcares consumidas)	$39.18 \pm 0.02\%$	$76.67 \pm 0.02 \%$

Notas:

- Se calculó los rendimientos de la fermentación de jugo de pulpa de café a partir de las Ecuaciones 12-15 y los datos del Cuadro 58.
- Para el cálculo del rendimiento relativo se compara el potencial de producción de etanol, con el rendimiento teórico máximo (estequiométrico): 0.511 g etanol/g azúcares iniciales.
- Los cálculos para estos resultados se encuentran en la sección de anexos.

Cuadro 9: Rendimientos de etanol producido por fermentación y destilación de jugo de pulpa prensada de café

Rendimiento de etanol por kg de hidrolizado fermentado de harina de pulpa de café	$5.61 \pm 0.1 \frac{g \text{ de etanol}}{kg \text{ hidrolizado filtrado y fermentado}}$
Rendimiento de etanol por kg de suspensión de harina de pulpa de café hidrolizada (granulometría < 250 μm) y solución de H ₂ SO ₄ 6% (m/m)	$3.10 \pm 0.1 \frac{g \text{ de etanol}}{kg \text{ suspensión hidrolizada}}$
Rendimiento de etanol obtenido por kg de pulpa prensada de café	$0.70 \pm 0.1 \frac{g \text{ de etanol}}{kg \text{ pulpa de café}}$

Notas:

- Se calculó los rendimientos de la fermentación de jugo de pulpa de café a partir de los datos calculados de los Cuadros 54, 55, 56 y 57.
- En el cuadro de resultados se compara la masa de etanol obtenida, por kg de líquido fermentado, por kg de suspensión de harina de pulpa de café hidrolizada y por cada kg de pulpa de café prensada.
- Los cálculos para estos resultados se encuentran en la sección de anexos.

VIII. ANÁLISIS DE RESULTADOS

El objetivo general del presente trabajo consistía en la evaluación de diferentes métodos de hidrólisis ácida y fermentación de pulpa residual de café arabica de un beneficio húmedo, variedad Bourbon, para la producción de etanol. Se evaluó la fermentación, utilizando como cepa *Saccharomyces cerevisiae*, del jugo prensado de pulpa de café y del producto de hidrólisis ácida de la pulpa residual de harina de la pulpa de café. Para cumplir con este objetivo, primero se llevó a cabo la determinación de humedad absoluta y la densidad aparente del material para establecer las condiciones de los procesos de hidrólisis. En el Cuadro 1 de la sección de resultados se presentan los valores promedio calculados para la humedad absoluta y densidad aparente de la pulpa de café. Se determinó que la pulpa analizada de café tiene una humedad absoluta promedio del $87.40 \pm 0.02 \%$ y una densidad aparente de $0.5607 \pm 0.009 \text{ g/mL}$. Es importante mencionar que se trabajó con pulpa de café con menos de 30 minutos de haberse despulpado en un beneficio húmedo y que luego fue almacenada dentro de bolsas herméticas, puestas dentro de un congelador. Se observó que, durante el proceso de descongelado de las bolsas de pulpa de café, utilizadas, para las diferentes pruebas de este trabajo, se produjo una separación de jugos, dentro de las bolsas, (esto no ocurrió, con el uso de pulpa fresca de café). Para cumplir con el objetivo general, también se preparó la pulpa para los diferentes procesos evaluados, iniciando por procesos de prensado, licuado, secado, molienda y tamizado. En el proceso de licuado se obtuvo una pasta aparentemente homogénea, mientras que en los procesos de prensado, secado, molienda y tamizado, se obtuvo una harina de pulpa de café, con granulometría inferior a $250 \mu\text{m}$, y un jugo de pulpa de café.

Una de las metodologías evaluadas fue el proceso de hidrólisis ácida de una suspensión de pulpa licuada de café y ácido sulfúrico diluido, variando la temperatura de reacción y la concentración del ácido, dentro de los rangos determinados. El objetivo de esta metodología fue determinar las condiciones de hidrólisis del material licuado con mayor aumento en la concentración de glucosa como pretratamiento, para una posterior fermentación del material hidrolizado. A partir de la humedad absoluta calculada se estableció las condiciones para el proceso de hidrólisis ácida del licuado de pulpa de café. Para todas las pruebas de hidrólisis ácida, realizadas en este trabajo de investigación, se utilizó una relación sólido-líquido de 1:10, es decir, 1 kg de sólidos secos por cada 10 kg de solución de ácido sulfúrico y agua. Se escogió esta relación sólido-líquido de acuerdo a referencias en la literatura de hidrólisis ácida de diferentes materiales como bagazo de caña, pulpa de café, cebada, entre otras. En todas estas referencias se utiliza la misma relación sólido-líquido de 1:10. Fue necesario utilizar el valor de la humedad absoluta promedio para hacer los cálculos de los balances de masa y de la preparación de soluciones de ácido sulfúrico. Se preparó soluciones de ácido sulfúrico con una concentración mayor a la deseada para obtener la concentración final de ácido sulfúrico y la relación sólido-líquido deseadas en la suspensión de pulpa licuada de café. En el Cuadro 18 de la sección de datos originales se resume la combinación de condiciones usadas en las pruebas, para

temperatura, concentración y masa de la solución de ácido sulfúrico y la masa de pulpa licuada de café utilizada.

En el Cuadro 3 de la sección de resultados se puede observar la concentración de sacarosa, glucosa y fructosa en las suspensiones de pulpa licuada de café y ácido sulfúrico, antes y después de las pruebas de hidrólisis ácida a diferentes concentraciones de ácido y temperaturas de reacción. El principal interés de la reacción de hidrólisis ácida es el aumento en la cantidad de monosacáridos disueltos, especialmente la concentración de glucosa, que puede provenir de la hidrólisis de hemicelulosa o celulosa. En las reacciones de hidrólisis ácida, por lo general, el aumento en la concentración de glucosa es el resultado de la hidrólisis de hemicelulosa. De acuerdo con Gladysenko (2011) la hemicelulosa puede hidrolizarse a sus componentes monoméricos de una forma relativamente fácil utilizando ácidos. Los componentes monoméricos de la hemicelulosa son D-glucosa, D-manosa, D-xilosa y pequeñas cantidades de L-arabionasa. La composición de la hemicelulosa varía significativamente para cada tipo de biomasa. En este caso, el monosacárido de interés es la glucosa.

En el Cuadro 4 de la sección de resultados se puede observar el aumento en la concentración de glucosa para cada una de las hidrólisis ácidas realizadas. Se puede observar que existe una tendencia de mayor aumento en la concentración de glucosa a mayor temperatura de reacción, ya que los resultados de las hidrólisis de pulpa licuada con concentración de H_2SO_4 del 2 % (m/m) fueron 1.371 ± 0.002 % para la reacción a 65 °C, 2.224 ± 0.002 % para la reacción a 80 °C, 2.571 ± 0.002 % para la reacción a 95 °C y 4.630 ± 0.002 % para la reacción a 118 °C. Además, se puede observar que existe una tendencia de mayor aumento en la concentración de glucosa a mayor concentración de ácido sulfúrico. Los resultados de las hidrólisis de pulpa licuada a 95 °C fueron 2.571 ± 0.002 % para la reacción con concentración de H_2SO_4 del 2% (m/m), 2.682 ± 0.002 % para la reacción con concentración de H_2SO_4 del 4 % (m/m) y 2.974 ± 0.002 % para la reacción con concentración de H_2SO_4 del 6 % (m/m). Los resultados de las hidrólisis de pulpa licuada a 118 °C fueron 4.630 ± 0.002 % para la reacción con concentración de H_2SO_4 del 2 % (m/m), 5.001 ± 0.002 % para la reacción con concentración de H_2SO_4 del 4% (m/m) y 8.921 ± 0.002 % para la reacción con concentración de H_2SO_4 del 6 % (m/m).

El comportamiento de estos resultados se ajusta a la cinética de hidrólisis ácida de biomasa lignocelulósica propuesta por Seaman (Ecuación 3 en la sección del marco teórico). Aguilar (2002) menciona que existe una correlación entre los coeficientes cinéticos, la temperatura de reacción y la concentración de ácido en la suspensión. La Ecuación 8 en la sección del marco teórico es la ecuación de Arrhenius modificada por Aguilar para modelar el efecto de la concentración de iones ácidos. Esta ecuación modela el efecto de la concentración de ácido sulfúrico y la temperatura en el valor de las constantes cinéticas de las dos reacciones de primer orden, en serie, que ocurren en el mecanismo de reacción propuesto por Seaman (Ecuación 2). Los resultados de la investigación de Aguilar (2002) demuestran que a temperaturas de 100 – 122 °C, los parámetros cinéticos de la descomposición de la glucosa “ k_2 ” son pequeños y pueden

considerarse como despreciables. Esto quiere decir que la reacción de degradación, en estas condiciones, no es importante comparada con la reacción de generación. De acuerdo con la Ecuación 8, el valor de los coeficientes cinéticos aumenta, a medida que aumenta la temperatura y la concentración del catalizador. Esta correlación coincide con el comportamiento de los resultados experimentales de la hidrólisis ácida de pulpa de café.

Estos resultados demuestran que se obtuvo el mejor rendimiento en la hidrólisis ácida de pulpa licuada de café a 118°C y una concentración de ácido sulfúrico del 6 % (m/m) y, por lo tanto, que se obtiene un mejor rendimiento de hidrólisis a mayor concentración de ácido y temperatura de reacción, en el rango de condiciones evaluadas para estas pruebas. Es evidente que existe una tendencia de mayor rendimiento en la hidrólisis a mayor concentración de ácido y mayor temperatura de operación. Sin embargo, el ligero aumento en la concentración de glucosa en cada uno de los casos puede deberse a la hidrólisis de la sacarosa presente en la suspensión, ya que en el Cuadro 3 se puede observar que en todos los casos hubo una disminución en la concentración de sacarosa en la suspensión y un aumento en la concentración de glucosa y fructosa. Estos resultados son relativamente bajos, comparados con los resultados que obtuvo Urbaneja (1996) en su estudio de hidrólisis ácida de harina pulpa de café con granulometría menor a 0.5 mm. Urbaneja (1996) reportó un aumento en la concentración de glucosa de 1.30 – 4.31 g/L, es decir un aumento en la concentración del 201 %, a una concentración de H₂SO₄ del 4 % (m/m), 240 minutos de reacción y una temperatura de 110 °C.

A partir de estos resultados, se decidió evaluar el tamaño de partícula como una variable en el proceso de hidrólisis. Para esto se estudió el proceso de prensado de la pulpa de café y el secado, molienda y tamizado de los trozos de pulpa prensada de café. Se evaluó nuevamente la hidrólisis ácida de harina de pulpa de café con granulometría menor a 250 µm a tres diferentes concentraciones de ácido y a una temperatura de reacción de 118 °C, para determinar si se podía obtener un mayor aumento en la concentración de glucosa, comparado con los resultados de la hidrólisis de pulpa licuada de café. Posteriormente, se evaluó la fermentación del jugo de pulpa de café prensado y la fermentación del líquido hidrolizado, con mejores resultados (mayor aumento en la concentración de glucosa), para determinar la cantidad de etanol que es posible obtener a partir de ambos subproductos del proceso de prensado. Se escogió este tamaño de partícula, de acuerdo con referencias en la literatura relacionadas con hidrólisis ácida de diferentes materiales como bagazo de caña, pulpa de café, cebada, entre otros. Aguilar (2002) estudió la hidrólisis ácida con ácido sulfúrico de bagazo de caña seco, molido y tamizado, seleccionando únicamente la fracción de partículas con un tamaño inferior a 0.5 mm. Urbaneja (1996) estudió la hidrólisis ácida, con ácido sulfúrico, de pulpa seca de café molida y tamizada, seleccionando únicamente la fracción de la harina con un tamaño inferior a 0.25 mm. Al igual que para las pruebas de hidrólisis de pulpa licuada, se utilizó una relación sólido-líquido de 1:10, por lo tanto, fue necesario utilizar el valor de la humedad absoluta promedio de la harina de pulpa de café para hacer los cálculos del balance de masa y de la preparación de soluciones de ácido sulfúrico. En el Cuadro 19 de la sección de datos originales se resumen la temperatura,

concentración y masa de la solución preparada de ácido sulfúrico y la masa de harina de pulpa de café utilizada para cada prueba.

En el Cuadro 3 de la sección de resultados se puede observar la concentración de sacarosa, glucosa y fructosa en las suspensiones de harina de pulpa de café y ácido sulfúrico a diferentes concentraciones, antes y después de las pruebas de hidrólisis ácida a 118 °C. En todos los casos se puede observar una disminución en la concentración de sacarosa y un aumento en la concentración de glucosa y fructosa. Además, en el Cuadro 4 de la sección de resultados se puede observar que el aumento en la concentración de glucosa, de las tres hidrólisis ácidas de harina de pulpa de café realizadas fue mayor al obtenido en la hidrólisis de pulpa licuada. Se obtuvo un aumento en la concentración de glucosa del 27.441 ± 0.002 % para la hidrólisis ácida a 118 °C y concentración de H₂SO₄ del 2 % (m/m). Para la hidrólisis ácida a 118 °C y concentración de H₂SO₄ del 4% (m/m), se obtuvo un aumento en la concentración de glucosa del 31.960 ± 0.002 %. El mayor aumento en la concentración de glucosa se obtuvo en la hidrólisis ácida de harina de pulpa de café a 118 °C y una concentración de H₂SO₄ del 6% (m/m). El aumento en la concentración de glucosa obtenido con estas condiciones fue de 38.667 ± 0.002 %. Al igual que para la hidrólisis ácida de pulpa licuada, se puede observar una tendencia de mayor aumento en la concentración de glucosa para concentraciones de ácido mayores. Se obtuvo mejores resultados en la hidrólisis de la harina de pulpa de café que en la hidrólisis de pulpa licuada. Estos resultados demuestran que el tamaño de partícula es un factor importante en la reacción de hidrólisis ácida de materiales lignocelulósicos, debido a que las partículas de harina con menor granulometría tienen mayor superficie de contacto para reaccionar con el ácido sulfúrico presente en la suspensión.

Los resultados del estudio de hidrólisis demostraron que se obtienen mayores rendimientos con la harina de pulpa de café que con la pulpa licuada, por lo que se decidió que es más conveniente realizar la hidrólisis de harina de pulpa de café, en lugar de la hidrólisis de pulpa licuada. Otro de los objetivos de este trabajo fue determinar el rendimiento de producción de etanol de las fermentaciones del hidrolizado de pulpa de café y el jugo prensado de pulpa de café, utilizando como cepa *Saccharomyces cerevisiae*, en las condiciones evaluadas. Se estudió el proceso de prensado de pulpa de café y la fermentación y destilación de 12 L de jugo de pulpa de café prensado en la planta de producción de bioetanol del Laboratorio de Operaciones Unitarias. Además, se estudió la fermentación, a pequeña escala, del hidrolizado de harina de pulpa de café con mejores resultados, que en este caso fue a 118 °C y una concentración de H₂SO₄ del 6 % (m/m), para determinar la cantidad de etanol que se podría obtener con la fermentación de ambos subproductos por separado.

Los resultados del Cuadro 5 muestran que se obtuvo un rendimiento del 51.310 ± 0.004 % en el proceso de prensado, es decir, que se obtienen 51.310 kg de jugo de pulpa por cada 100 kg de pulpa fresca prensada. Se obtuvo 12 L (12.039 kg de jugo de pulpa de café) a partir del prensado de 23.46 kg de pulpa de café. La fermentación del jugo de pulpa se llevó a cabo por 5 días (120 horas) con agitación moderada, a una temperatura de 25 °C y

con una concentración inicial de levadura *Saccharomyces cerevisiae* de 0.42 g/L. Se utilizó esta concentración inicial de microorganismos de acuerdo con las recomendaciones del fabricante de levadura. En la Figura 40 se puede observar el progreso de la fermentación en el tiempo. A partir de 60 horas de fermentación, los cambios en las concentraciones de azúcares, etanol y levadura en el reactor no es significativo, por lo que se podría detener la reacción después de 60 horas.

El balance de masa del diagrama de bloques en la Figura 35 muestra que se produjo 382.56 g de etanol a partir de la fermentación de 12 L de jugo de pulpa de café, obteniendo una concentración final de 3.188 ± 0.001 % (g etanol/100 mL solución). En el diagrama también se puede observar que inicialmente habían 160.77 g de sacarosa, 315.32 g de glucosa y 424.20 g de fructosa en el mosto y al final de la fermentación quedaron 12.13 g de sacarosa, 13.81 g de glucosa y 30.38 g de fructosa, que no fueron consumidos por los microorganismos. El Cuadro 7 de la sección de resultados muestra el rendimiento de producción de etanol de la fermentación de jugo de pulpa de café sobre azúcares iniciales totales y sobre azúcares totales consumidas. Se determinó que la fermentación tuvo un rendimiento global del 40.95 ± 0.01 % sobre azúcares iniciales y un rendimiento del 43.68 ± 0.02 % sobre azúcares consumidas, es decir, la diferencia de azúcares iniciales y azúcares finales en el mosto. Esto quiere decir que 40.95 % de la masa de azúcares consumida por los microorganismos, se transformó en etanol. El resto de las azúcares consumidas se transformó en CO₂ y fue utilizada por los microorganismos para su crecimiento celular. También se determinó el rendimiento relativo de la fermentación, comparando los rendimientos globales con el rendimiento máximo teórico (estequiométrico): 0.511 g etanol/g azúcares iniciales. La fermentación tuvo un rendimiento relativo del 80.13 ± 0.02 % sobre azúcares iniciales y un rendimiento del 85.49 ± 0.02 % sobre azúcares consumidas. Los rendimientos relativos obtenidos demuestran que la fermentación fue exitosa, ya que la mayoría del sustrato (azúcares fermentables) fue utilizado por los microorganismos para la producción de etanol. Es prácticamente imposible obtener un rendimiento relativo del 100 %, es decir, un rendimiento igual al máximo estequiométrico, ya que los macroorganismos utilizan parte del sustrato disponible para su crecimiento, reproducción y mantenimiento celular. En el Cuadro 45 se puede observar que las azúcares no fermentadas representan 6.27 ± 0.02 % de la masa de azúcares iniciales totales. Además, 40.95 ± 0.02 % de la masa de azúcares iniciales totales fue utilizada para la producción de etanol, 39.12 ± 0.02 % fue utilizada para la producción de CO₂ y 11.50 ± 0.02 % del sustrato inicial fue utilizado para la reproducción y crecimiento de los microorganismos. El 2.18 ± 0.02 % restante pudo haberse consumido por los microorganismos para la producción de subproductos no deseados, como metanol.

Otro de los objetivos específicos de este trabajo fue destilar el mosto obtenido de la fermentación en la columna de destilación de la planta de producción de bioetanol del Laboratorio de Operaciones Unitarias, para determinar la pureza y el rendimiento total de etanol con respecto a la pulpa inicial utilizada. Se obtuvo un mosto con una concentración final de etanol de 0.033 g etanol/g solución (0.013 mol etanol/mol solución). Para la destilación del mosto, primero se determinó, por el método gráfico de McCabe-Thiele, la

relación de reflujo mínima necesaria para obtener una concentración de destilado inicial del 90% (m/m) como se puede observar en la Figura 42 de la sección de anexos. Como se puede observar en el Cuadro 50 de la sección de resultados, se calculó que es necesaria una relación de reflujo mínima de 3.87 ± 0.02 para obtener una concentración de destilado inicial del 90 % (m/m), a partir de un mosto con una concentración de etanol del 3.3% (m/m). También se calculó la relación de reflujo real necesario para obtener esta misma concentración de destilado inicial, pero para una columna de destilación discontinua de ocho etapas ideales, igualmente, por el método gráfico de McCabe-Thiele, como se puede observar en la Figura 43 de la sección de anexos. Se calculó una relación de reflujo real de 6.08 ± 0.02 para obtener una concentración de destilado inicial del 90 % (m/m), a partir de un mosto con una concentración de etanol del 3.3%(m/m), en una columna de destilación de ocho etapas ideales. Se operó la columna de destilación con un reflujo de 6 kg reflujo/kg de destilado, modificando los parámetros del temporizador del equipo.

Se puede observar en el Cuadro 51 que la primera muestra de destilado tuvo una concentración de etanol del 85.4 ± 0.1 % (m/m), calculada a partir del índice de refracción del destilado y la curva de calibración de la Figura 41 en la sección de anexos. Se considera que el método utilizado para el cálculo de la relación de reflujo es bastante satisfactorio, ya que se obtuvo una concentración inicial de destilado muy cercana al 90% (m/m). La diferencia entre la concentración inicial calculada de destilado y la obtenida puede deberse a que se hizo la simplificación de considerar el mosto fermentado como una solución binaria de agua y etanol para el cálculo de la relación de reflujo por el método gráfico de McCabe-Thiele. La presencia de otros compuestos en el mosto fermentado puede causar variaciones en la fracción molar inicial calculada, ya que esta se calculó asumiendo que el líquido en el calderín del equipo está compuesto únicamente por etanol y agua. Otra fuente de error posible es que la construcción de etapas del método de McCabe-Thiele considera platos ideales en la columna de destilación, es decir, que se llega al equilibrio en cada plato. Puede ser que en la operación real de la columna no se logre alcanzar el equilibrio en todos los platos. La destilación discontinua se llevó a cabo con un reflujo constante en todo momento, por lo tanto, a medida que el etanol en el calderín se va agotando, la concentración del destilado disminuye, tal como se muestra en el Cuadro 47. Para obtener una concentración constante de destilado en una destilación discontinua es necesario monitorear en tiempo real la concentración de etanol en el calderín y aumentar la relación de reflujo gradualmente a medida que se agota el etanol en el calderín. El criterio para detener la destilación fue la concentración del destilado. La operación de destilación se detuvo al obtener una concentración de destilado de 66.5 ± 0.1 % (m/m), después de cuatro horas y media de operación en el equipo.

En el diagrama de bloques de la Figura 28 se puede observar que se obtuvo 376.8 ± 0.1 g de destilado (442.5 ± 0.5 mL) con una concentración del 76.56 % (m/m) en la operación de destilación. En el mismo diagrama se puede observar que se recuperó 288.48 ± 0.1 g de etanol de los 382.56 g producidos en la fermentación. Esto quiere decir que se recuperó un 75.41% del etanol en la operación de destilación discontinua. Se esperaba un mayor grado de recuperación de etanol en la operación de destilación, pero si se hubiera

continuado la operación de destilación por más tiempo se hubiera obtenido un destilado con una concentración cada vez más pequeña, como se muestra la tendencia en el Cuadro 51. Se podría obtener un destilado acumulado con una mayor concentración promedio aumentando la relación de reflujo utilizada, pero esto implicaría un mayor tiempo de operación del equipo para obtener la misma cantidad de destilado que se obtuvo bajo estas condiciones. A su vez, un mayor tiempo de operación se traduciría en un mayor consumo de agua de enfriamiento en el condensador y un mayor consumo energético en el calderín del equipo.

Como se mencionó anteriormente, uno de los objetivos de este trabajo fue determinar el rendimiento total de etanol producido con respecto a la pulpa inicial utilizada. En el Cuadro 10 de la sección de resultados se puede observar que el rendimiento global de etanol producido por masa de jugo de pulpa de café fermentado fue de 31.8 ± 0.1 g etanol/kg jugo fermentado. Además, el rendimiento de etanol producido por masa pulpa prensada de café fue de 16.3 ± 0.1 g etanol/kg pulpa de café. En el Cuadro 11 de la sección de resultados se pueden observar los rendimientos globales, respecto al destilado recuperado en la destilación. El rendimiento de destilado al 76.56 % (m/m) obtenido por masa de jugo de pulpa de café fermentado fue de 31.3 ± 0.1 g destilado/kg jugo fermentado (38.0 ± 0.1 mL/kg). Además, el rendimiento de destilado obtenido por masa pulpa de café prensada fue de 16.1 ± 0.1 g destilado/kg pulpa de café. Estos rendimientos fueron calculados utilizando una base de cálculo de 23.46 kg de pulpa de café.

Los resultados demuestran que la hidrólisis ácida de harina de pulpa de café a 118 °C y una concentración del 6 % (m/m) de H_2SO_4 tuvo el mejor rendimiento de todas las pruebas realizadas, por lo tanto, se realizó una filtración, neutralización y fermentación del hidrolizado para determinar el rendimiento de etanol que se puede producir. La fermentación se realizó a pequeña escala, en un frasco de 400 mL con trampa de CO_2 dentro de una incubadora, a una temperatura de 25 °C por un periodo de 3 días. Además, se utilizó la misma concentración inicial de levadura que para la fermentación del jugo de pulpa de café (0.42 g/L). El diagrama de bloques de la Figura 40 demuestra que para la neutralización del hidrolizado desde un pH inicial de 0.1 hasta un pH final de 6.54 requirió del uso de 26.91 g de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ /kg hidrolizado (28.64 g de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ /L hidrolizado). Al final de la fermentación, se obtuvo una concentración de 0.597 g etanol/100 mL de caldo.

El Cuadro 7 de la sección de resultados muestra el rendimiento de producción de etanol en la fermentación del hidrolizado de harina de pulpa de café, sobre azúcares iniciales totales y sobre azúcares totales consumidas. Se determinó que la fermentación tuvo un rendimiento global del 33.02 ± 0.01 % sobre azúcares iniciales y un rendimiento del 39.18 ± 0.02 % sobre azúcares consumidas. También se determinó el rendimiento relativo de la fermentación comparando los rendimientos globales con el rendimiento máximo teórico (estequiométrico): 0.511 g etanol/g azúcares iniciales. La fermentación tuvo un rendimiento relativo del 64.62 ± 0.02 % sobre azúcares iniciales y un rendimiento del 76.67 ± 0.02 % sobre azúcares consumidas. Los rendimientos relativos obtenidos demuestran que la mayoría del sustrato (azúcares fermentables) fue utilizado por los microorganismos para la producción de etanol, sin embargo, se obtuvo menores

rendimientos comparado con los rendimientos obtenidos en la fermentación de jugo pulpa de café prensado.

En el Cuadro 54 se puede observar que las azúcares no fermentadas representan 15.71 ± 0.02 % de la masa de azúcares iniciales totales. Además, 33.02 ± 0.02 % de la masa de azúcares iniciales totales fue utilizada para la producción de etanol, 31.55 ± 0.02 % fue utilizada para la producción de CO_2 (calculada estequiométricamente a partir del etanol producido) y 19.66 ± 0.02 % del sustrato inicial fue utilizado para la reproducción y crecimiento de los microorganismos. El 0.06 ± 0.02 % restante pudo haberse consumido por los microorganismos para la producción de subproductos no deseados, como metanol. Estos resultados demuestran que en la fermentación del hidrolizado de harina de pulpa de café se obtuvo un porcentaje mayor de azúcares no fermentadas al final de la reacción, que para la fermentación de jugo de pulpa de café. Además, se obtuvo un mayor consumo de sustrato para el crecimiento de los microorganismos.

Se determinó los rendimientos globales de las operaciones unitarias para la hidrólisis y fermentación de la harina de pulpa de café (estas operaciones unitarias se pueden observar en la Figura 40). Se determinó que el rendimiento de etanol producido por kg de hidrolizado fermentado de harina de pulpa de café fue de 5.61 ± 0.1 g etanol/g hidrolizado. El rendimiento de etanol producido por kg de suspensión de harina de pulpa de café (granulometría $< 250 \mu\text{m}$) y solución de H_2SO_4 6 % (m/m) hidrolizada fue de 3.10 ± 0.1 g etanol/kg suspensión hidrolizada. Por último, el rendimiento de etanol producido por kg de pulpa prensada de café fue de 0.70 ± 0.1 g etanol/kg pulpa de café. Estos rendimientos fueron calculados utilizando una base de cálculo de 23.46 kg de pulpa de café.

En general, los resultados de esta investigación demostraron que el rendimiento de etanol producido en la fermentación del jugo de pulpa de café es mucho mayor al rendimiento de etanol producido en la fermentación del producto hidrolizado. Los resultados de este trabajo demostraron que es posible la producción de 16.3 ± 0.1 g etanol/kg pulpa de café, a partir del jugo de pulpa prensada de café. Sin embargo, las condiciones a las que se evaluó la hidrólisis y fermentación de harina de pulpa de café demostraron que únicamente se puede producir 0.70 ± 0.1 g etanol/kg pulpa de café, por lo que se considera que el resultado obtenido no justifica el tratamiento de hidrólisis ácida de la harina de pulpa de café, ya que son necesarias las operaciones unitarias de secado, molienda y tamizado para su preparación.

IX. CONCLUSIONES

- Se determinó una humedad absoluta promedio del 87.40 ± 0.02 % y una densidad aparente de 0.5607 ± 0.009 g/mL para la pulpa analizada de café.
- Se preparó la pulpa en dos formas para el proceso de hidrólisis ácida, una por un proceso de licuado y la segunda por un proceso de prensado, secado, molienda y tamizado. Se determinó que el contenido de sacarosa, glucosa y fructosa presentes en el de licuado de pulpa de café fue de 0.98 ± 0.02 % (m/m), 1.10 ± 0.02 % (m/m) y 1.16 ± 0.02 % (m/m), respectivamente. Además, se determinó que el contenido de sacarosa, glucosa y fructosa presentes en la harina fue de 5.28 ± 0.02 % (m/m), 5.33 ± 0.02 % (m/m) y 4.84 ± 0.02 % (m/m), respectivamente.
- Se obtuvo los mejores resultados en la hidrólisis ácida de pulpa licuada de café y en la hidrólisis de harina de pulpa de café a 118 °C y una concentración de ácido sulfúrico del 6 % (m/m). El aumento en la concentración de glucosa en las suspensiones, obtenidos con estas condiciones fueron de 8.921 ± 0.002 % y de 38.667 ± 0.002 %, para la hidrólisis de pulpa licuada y la hidrólisis de la harina de pulpa de café, respectivamente. A pesar de que se puede observar mejores resultados para la hidrólisis realizada a la harina de pulpa de café en comparación a la realizada a la pulpa licuada, se consideró que no se justifica la realización de ambas operaciones debido a que los rendimientos son bajos comparados con el rendimiento reportado por Urbaneja (1996) (aumento en la concentración de glucosa de 1.30 – 4.31 g/L (201 %) en la hidrólisis de harina de pulpa de café con tamaño de partícula menor a 0.5 mm, una concentración de H_2SO_4 del 4 % (m/m), 240 minutos de reacción y 110 °C).
- La fermentación de jugo de pulpa de café tuvo un rendimiento de producción de etanol del 40.95 ± 0.01 % (m/m) sobre azúcares iniciales y del 43.68 ± 0.02 % (m/m) sobre azúcares consumidas. Los rendimientos globales de etanol producido fueron de 31.8 ± 0.1 g etanol/kg jugo fermentado y de 16.3 ± 0.1 g etanol/kg pulpa de café. La fermentación del hidrolizado de harina de pulpa de café tuvo un rendimiento de producción de etanol del 33.02 ± 0.01 % (m/m) sobre azúcares iniciales y un rendimiento del 39.18 ± 0.02 % (m/m) sobre azúcares consumidas. Los rendimientos globales de etanol producido fueron de 5.61 ± 0.1 g etanol/g hidrolizado, 3.10 ± 0.1 g etanol/kg suspensión hidrolizada y 0.70 ± 0.1 g etanol/kg pulpa de café. Los rendimientos demuestran que vale la pena la fermentación del jugo prensado, pero no la fermentación del hidrolizado de harina de café.
- Se obtuvo 376.8 ± 0.1 g de destilado (442.5 ± 0.5 mL) con una concentración del 76.56 % (m/m) en la operación de destilación discontinua, recuperando 75.41% del etanol producido en la fermentación. De acuerdo con la baja concentración de etanol en el hidrolizado de harina de pulpa de café (0.5 g/L) y los rendimientos de producción de etanol en las fermentaciones, se consideró que no se justifica la operación de destilación para la recuperación del etanol producido en la fermentación del hidrolizado.

- De acuerdo con los rendimientos de etanol producido a partir de la fermentación de jugo prensado de pulpa y la fermentación del hidrolizado de harina de pulpa café, en las condiciones evaluadas en este estudio, se considera que es técnicamente viable producir etanol a partir de la fermentación de jugo prensado de pulpa de café, pero no es conveniente realizar los procesos de hidrólisis ácida y fermentación del hidrolizado de la pulpa licuada o de la harina de pulpa de café.

X. RECOMENDACIONES

- Utilizar un equipo que permita reducir el tamaño de partícula de la pulpa de café húmeda, como un pulpero con un tamiz de 0.5 mm, como alternativa al proceso de licuado. Además, hacer un nuevo estudio de hidrólisis ácida y producción de etanol de pulpa en condiciones húmedas y harina de pulpa de café, para evaluar los rendimientos de producción de etanol, utilizando pulpa de café con menos de 30 minutos de haberse obtenido, para las diferentes pruebas del estudio.
- Evaluar la hidrólisis ácida de harina de pulpa de café a una temperatura mayor a 118 °C, utilizando un reactor a presión a mayor escala.
- Realizar estudios de la cinética de reacción de la hidrólisis ácida de harina de pulpa de café y determinar si es posible modelarla a partir del modelo de Seaman.
- Realizar un estudio de hidrólisis ácida como pretratamiento para una posterior hidrólisis enzimática de pulpa licuada de café y harina de pulpa de café, para determinar si es posible obtener rendimientos mayores a los obtenidos en el presente trabajo.
- Estudiar el aumento en la concentración de xilosa a partir de la hidrólisis ácida de harina de pulpa de café, y posteriormente la fermentación del producto hidrolizado utilizando la cepa *Candida shehatae* para la producción de etanol.
- Realizar estudios la cinética de reacción de la fermentación de jugo de pulpa de café, para obtener un avance del consumo de azúcares, con respecto al tiempo a distintas condiciones de operación.
- Realizar un estudio de secado de pulpa de café en invernaderos o secadores solares, para evitar el uso de un secador de bandejas para el secado de la pulpa de café, en el caso de que no sea posible trabajar con la pulpa recién obtenida.

XI. BIBLIOGRAFÍA

- Asociación Nacional de Café (Anacafé). (s.f). *Guatemala coffee: Regions and Profiles*.
<http://www.guatemalancoffees.com/main/regions-and-profiles/>. [22/02/2020]
- Anacafé. (2019). *Guía ambiental para el sector café de Guatemala*. Asociación Nacional del Café. Ciudad de Guatemala. 54 páginas.
- Anacafé. (2016). *Política de ambiente y cambio climático para el sector café de Guatemala*. Asociación Nacional del Café. Ciudad de Guatemala. 38 páginas.
- Aguilar, R *et al.* (2002). *Kinetic study of the acid hydrolysis of sugar cane bagasse*. Journal of Food Engineering. (55): 309-318.
- Arango, M. (1997). *El Beneficio Ecológico del Café en Colombia*.
- Banco de Guatemala. (2018). *Nota al Comercio Exterior a Junio 2018*. Guatemala.
- Brethauer, S. y Wyman, C. (2010). *Continuous hydrolysis and fermentation for cellulosic ethanol production*. Bioresource Technology. 101 (2010): 4862-4874.
- Caldeiro, L. Tanaka, C. Ida, E. and Spinosa, W. (2016). *Modeling and kinetic study of bio-ethanol production from soy protein concentrate by-product*. Food Science and Technology. 36 (2): 369-374.
- Carey, F. y Giuliano, R. (2014). *Química Orgánica*. Novena edición. México D. F.: McGraw-Hill Education. 1152 páginas.
- Fischer, E. y Victor, B. (2014). *High-end coffee and smallholding growers in Guatemala*. Latin American Research Review. 49 (1): 155-177.
- Giraldo, J. Niño, C. y Vianchá, Z. (2017). *Análisis de Buenas Prácticas en el Proceso de Beneficio del Café: Experiencia de Estudio en el Municipio de Viotá (Cundinamarca, Colombia)*. Ingeniería Solidaria. 13 (22): 121-135.
- Gladysenko, Y. (2011). *Extraction of hemicelluloses by acid catalyzed hydrolysis*. Thesis University of Applied Sciences, Imatra, Finland. 45 pages.
- Gouvea, B. Torres, C. Franca, A. Oliveira, L. y Oliveira, E. (2009). *Factibilidad de producción de etanol a partir de pulpa de café*". Biotechnology Letters.
- Hatzis, C *et al* (1996). *Detailed material balance and ethanol yield calculations for the*

- biomass-to-ethanol conversion process*. Applied Biochemistry and Biotechnology. 57 (58): 443-459.
- Himmel, M. Baker, J. y Overend, R. (1994). *Enzymatic conversion of biomass for fuels production*. American Chemical Society: Washington D.C., Estados Unidos. 499 páginas.
- Instituto Interamericano de Cooperación para la Agricultura. (2010). *Guía técnica para el beneficiado de café protegido bajo una indicación geográfica o denominación de origen*. Guatemala. 107 páginas.
- International Coffee Organization (ICO). (2018). *Total Production by All Exporting Countries*. Recuperado el 2018, de Datos Históricos: <http://www.ico.org/historical/1990%20onwards/Excel/1a%20-%20Total%20production.xlsx>
- Jiménez, D. *et al.* (2012). *Obtención de Azúcares Fermentables Mediante Hidrólisis Ácida de Beta vulgaris L.* Revista Internacional de Contaminación Ambiental. 28 (2): 151-158.
- Juárez, F. (2018). *El café guatemalteco: Un enfoque en el Mercado Mundial y su Productividad*. Asociación de Investigación y Estudios Sociales (ASIES). Ciudad de Guatemala, Guatemala. 20 páginas.
- Kumar, S. *et al.* (2010). *Cellulose pretreatment in subcritical water: Effect of temperature on molecular structure and enzymatic reactivity*. Bioresource Technology. (101): 1337-1347.
- Lee, J. (2009). *Biochemical Engineering*. Second edition. Washington: Washington State University Press. 321 pages.
- Levenspiel, O. (2004). *Ingeniería de las reacciones químicas*. Tercera edición. México D. F.: Editorial Limusa. 677 páginas.
- Maiorella, B. Wilke, C and Blanch, J. (1999). *Alcohol production and recovery*. Advances in Biochemical Engineering/Biotechnology. 20: (351-359).
- McCabe, W., Smith, J. y Harriot, P. (2007). *Operaciones unitarias en ingeniería química*. Séptima edición. México D. F.: McGraw-Hill Education. 1189 páginas.
- McMilan, J. (1993). *Xylose fermentation to ethanol: a review*. Midwest Research Institute

- Operated for the U.S. Department of Energy. National Renewable Energy Laboratory: Colorado, USA: 51 pags.
- Ministerio de Ambiente y Recursos Naturales (MARN). (2016). *Diagnóstico de la cadena de café*. Ministerio de Ambiente y Recursos Naturales. Guatemala. 24 páginas.
- Pandey, A. *et al.* (2008). *Advances in fermentation technology*. New Dehli, India: Asiatech Publishers. 672 pages.
- Pendergrast, M. (2010). *Uncommon Grounds: The History of Coffee and How It Transformed the World*. Nueva York: Basic Books.
- Perry, R. y Green, D. (2008). *Perry, Manual del Ingeniero Químico*. Octava edición. USA: McGraw-Hill Companies, Inc. 2735 páginas.
- Puerta-Quintero, G. (2000). *Beneficie Correctamente su Café y Conserve la Calidad de la Bebida*.
- Rodríguez, N. (2013). *Producción de Alcohólo a Partir de la Pulpa de Café*. Revista Cenicafé. 64 (2): 78-93.
- Sánchez, R. Gutiérrez, A. Muñoz, J. y Rivera, C. (2010). *Producción de bioetanol a partir de subproductos agroindustriales lignocelulósicos*. Revista Tumbaga. 5 (1): 61-91.
- Shuler, M. y Kargi, F. (2002). *Bioprocess Engineering: Basic Concepts*. Second edition. Prentice Hall PTR: Ney Jersey, United States of America. 576 pags.
- Treybal, R. (2007). *Operaciones de Transferencia de Masa*. Segunda Edición. McGraw-Hill: México. 858 páginas.
- Urbanejo, G. Ferrer, J. Páez, G. Arenas, L. y Colina, G. (1996). *Acid Hydrolisis and carbohydrates characterization of coffe pulp*. World Renewable Energy Congress (WREC): 9 (1): 1041-1044.
- Vázquez, H y Dacosta, O. (2007). *Fermentación alcohólica: una opción para la producción de energía renovable a partir de desechos agrícolas*. Ingeniería, Investigación y Tecnología. VIII (4): 249-259.
- Vázquez, O. (2015). *Etanol lignocelulósico a partir de cascarilla de café por medio de hidrólisis química-enzimática y fermentación*. Tesis Universidad Veracruzana. Veracruz, México. Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica. Coordinación de Maestría en Ingeniería Energética. 150 páginas.

Wankat, P. (2008). *Ingeniería de procesos de separación*. Segunda edición. Pearson Educación: México D. F. 767 páginas.

Williamson, K. Minard, R y Masters, K. (2007). *Macroscale and Microscale Organic Experiments*. 5th edition. Houghton Mifflin Co: Boston, MA, USA. 774 pags.

XII. ANEXOS

A. Datos originales

Cuadro 10: Humedad absoluta de muestras de pulpa de café

Humedad 1	$87.46 \pm 0.01 \%$
Humedad 2	$87.00 \pm 0.01 \%$
Humedad 3	$87.73 \pm 0.01 \%$

Notas:

- Humedad absoluta de cáscaras de pulpa de café frescas determinada con balanza de humedad OHAUS.

Cuadro 11: Datos originales para el cálculo de la densidad aparente de la pulpa de café

Medición	Volumen de pulpa de café (mL) ± 5	Masa de probeta y pulpa de café (g) ± 0.1
1	600	645.4
2	500	589.7
3	500	612.2

Cuadro 12: Datos originales para el cálculo de la densidad del jugo de pulpa de café prensado y el jugo de pulpa de café fermentado

Medición	Volumen de jugo de pulpa de café (mL) ± 0.5	Masa de probeta y jugo de pulpa de café (g) ± 0.1
Jugo prensado 1	50	187
Jugo prensado 2	62	199.2
Jugo prensado 3	70	207.7
Jugo fermentado 1	50	185
Jugo fermentado 2	62	194.5
Jugo fermentado 3	70	203.1

Cuadro 13: Mediciones de temperatura de bulbo seco, humedad relativa y velocidad lineal del aire de la prueba de secado

No. de medición	Temperatura de bulbo seco ambiental °C (± 0.01)	Humedad relativa % aire ambiental (± 0.01)	Temperatura de bulbo seco salida del secador °C (± 0.01)	Humedad relativa % salida del secador (± 0.01)	Velocidad lineal del aire en la salida del secador (m/s) (± 0.01)
1	17.8	51.80%	41.6	23.30%	2.5
2	19.7	43.60%	49	18.50%	2.6
3	18.5	50.20%	47.2	18.70%	3.1
4	17.6	49.20%	47.2	18.50%	2.4
5	17.6	49.20%	47.2	18.50%	3.3
6	17.9	47.70%	49	17.20%	1.3
7	18.2	47.60%	51.8	15.60%	1.1
8	18.1	47.90%	49	16.10%	2.5
9	19.2	44.20%	52.9	15.00%	2.2
10	20.5	41.40%	48.2	16.20%	2.3
11	20.8	42.00%	54.8	15.20%	2.1
12	20.6	43.60%	50.2	15.80%	2.0

Notas:

- Mediciones de temperatura y humedad relativa tomadas con hidrómetro.
- Mediciones de velocidad lineal del aire a la salida del secador tomadas con anemómetro.

Cuadro 14: Datos originales de masas medidas en el proceso de prensado

	Masa de Pulpa de café y bolsa “ziplock” (g)
Bolsa “ziplock” vacía	12.1 ± 0.1
Bolsa 1	2,340.5 ± 0.1
Bolsa 2	2,283.6 ± 0.1
Bolsa 3	2,240.0 ± 0.1
Bolsa 4	2,225.6 ± 0.1
Bolsa 5	2,140.8 ± 0.1
Bolsa 6	2,300.4 ± 0.1
Bolsa 7	2,210.4 ± 0.1
Bolsa 8	2,250.4 ± 0.1
Bolsa 9	2,410.3 ± 0.1
Bolsa 10	3,152.8 ± 0.1
Cubeta vacía	456.7 ± 0.1
Cubeta y jugo prensado	12,496 ± 1
Bolsa 11	2,340.5 ± 0.1
Bolsa 12	2,315.7 ± 0.1
Bolsa 13	2,343.2 ± 0.1
Bolsa 14	2,280.2 ± 0.1
Bolsa 15	1820.2 ± 0.1

Notas:

- Las mediciones Bolsa 1-10 representan la masa de pulpa de café descongelada junto con la bolsa hermética “ziplock” en la que están almacenadas.
- Las mediciones Bolsa 11-15 representan la masa de pulpa de café prensada junto con la bolsa hermética “ziplock” en la que están almacenadas.
- Se determinó un valor promedio de la masa de una bolsa hermética para utilizar la misma masa para todos los cálculos.

Cuadro 15: Mediciones de pérdida de humedad de la pulpa de café en el tiempo

No. de medición	Tiempo de secado (min)	Masa bandeja 1 y pulpa (g) (± 0.01)	Masa bandeja 2 y pulpa (g) (± 0.01)	Masa bandeja 3 y pulpa (g) (± 0.01)
1	0	18.9	20.4	21.1
2	5	17.7	19.1	19.9
3	10	16.9	18.4	19.2
4	15	16.4	17.8	18.7
5	20	15.7	17.1	17.9
6	25	15	16.4	17.2
7	30	14.3	15.7	16.5
8	40	13	14.5	15.4
9	50	11.9	13.4	14.2
10	60	10.8	12.4	13.1
11	80	9.1	10.5	11.2
12	100	7.8	9	9.6
13	120	7	8	8.5
14	150	6.3	6.8	7.2
15	180	5.8	6.1	6.4
16	210	5.6	5.9	6.1
17	240	5.5	5.9	6.1

Cuadro 16: Humedad de la pulpa de café antes y después del proceso de secado obtenido con balanza de humedad OHAUS

Medición	Humedad absoluta % (± 0.01)
Humedad de pulpa prensada 1	78.61
Humedad de pulpa prensada 2	78.63
Humedad de pulpa prensada 3	78.27
Humedad de pulpa seca 1	7.79
Humedad de pulpa seca 2	9.01
Humedad de pulpa seca 3	10.42

Notas:

- Humedad absoluta de cáscaras de pulpa de café prensadas y pulpa de café seca, determinada con balanza de humedad OHAUS.

Cuadro 17: Masas de bolsas de pulpa de café después del proceso de secado y el proceso de molienda

	Masa de Pulpa de café y bolsa “ziplock” (g) (± 0.1)
Bolsa “ziplock” vacía	12.1
Bolsa 1 (pulpa de café seca y bolsa)	1,759.5
Bolsa 2 (pulpa de café seca y bolsa)	885.53
Bolsa 3 (harina de pulpa de café y bolsa)	2,501.63

Cuadro 18: Datos originales de masas medidas en el proceso de tamizado

No. de Tamiz	Masa del tamiz (g) (± 0.1)	Masa de tamiz y harina (g) (± 0.1)
Bandeja de finos	463.5	548.98
No. 100 (150 μm)	323.5	364.86
No. 80 (180 μm)	337.9	490.59
No. 60 (250 μm)	329.6	580.52
No. 45 (355 μm)	330.4	1156.91
No. 30 (600 μm)	368.9	1077.19
No. 20 (850 μm)	382.6	806.89

Notas:

- Masas de tamices limpios y masas de tamices junto con pulpa de café, después de 25 minutos de tamizado

Cuadro 19: Datos originales de pruebas de hidrólisis ácida de pulpa de café licuada

No. de prueba	Concentración H ₂ SO ₄ solución agregada a pulpa café (% m/m)	Concentración final H ₂ SO ₄ en el reactor (% m/m)	Masa pulpa licuada de café (g) ± 0.1	Masa solución H ₂ SO ₄ agregada (g) ± 0.1	Volumen solución H ₂ SO ₄ agregada (mL) ± 0.5	Masa total en reactor (g)	Densidad teórica solución final (g/mL)
1	6.53%	2%	216.45	83.55	80.32	300.00	1.0104
2	6.53%	2%	216.45	83.55	80.32	300.00	1.0104
3	6.53%	2%	216.45	83.55	80.32	300.00	1.0104
4	13.06%	4%	216.45	83.55	76.97	300.00	1.0234
5	19.59%	6%	216.45	83.55	73.71	300.00	1.0367
6	6.53%	2%	216.45	83.55	80.32	300.00	1.0104
7	13.06%	4%	216.45	83.55	76.97	300.00	1.0234
8	19.59%	6%	216.45	83.55	73.71	300.00	1.0367

Notas:

- La concentración de ácido sulfúrico está expresada como masa H₂SO₄/masa de solución. La solución está compuesta por agua y ácido sulfúrico. Debido a que la pulpa licuada de café tiene cierta humedad inicial, se realizaron los cálculos respectivos, en la sección de cálculos de muestra, para obtener la concentración final de ácido deseada.
- Todas las pruebas se realizaron con la misma masa reactiva, 300 g de suspensión.

Cuadro 20: Datos originales de pruebas de hidrólisis ácida de harina de pulpa de café

No. de prueba	Concentración H ₂ SO ₄ solución agregada a pulpa café (% m/m)	Concentración final H ₂ SO ₄ en el reactor (% m/m)	Masa harina pulpa de café (g) ± 0.1	Masa solución H ₂ SO ₄ agregada (g) ± 0.1	Volumen solución H ₂ SO ₄ agregada (mL) ± 0.5	Masa total en reactor (g)	Densidad teórica solución final (g/mL)
9	2.02%	2%	29.99	270.01	267.19	300.00	1.0104
10	4.04%	2%	29.99	270.01	263.77	300.00	1.0234
11	6.06%	2%	29.99	270.01	260.35	300.00	1.0367

Notas:

- La concentración de ácido sulfúrico está expresada como masa H₂SO₄/masa de solución. La solución está compuesta por agua y ácido sulfúrico. Debido a que la harina de pulpa de café tiene cierta humedad inicial, se realizaron los cálculos respectivos, en la sección de cálculos de muestra, para obtener la concentración final de ácido deseada.
- Todas las pruebas se realizaron con la misma masa reactiva, 300 g de suspensión.

Cuadro 21: Resultados de HPLC para concentración de azúcares en muestras de soluciones filtradas antes y después de las distintas pruebas de hidrólisis ácida de la pulpa de café

No. de Prueba	Concentración azúcares antes de hidrólisis ácida (g azúcar/g suspensión pulpa de café y H ₂ SO ₄)			Concentración azúcares después de hidrólisis ácida (g azúcar/g suspensión pulpa de café y H ₂ SO ₄)		
	Sacarosa % (g/V) ± 0.001	Glucosa % (m/V) ± 0.001	Fructosa % (m/V) ± 0.001	Sacarosa % (m/V) ± 0.001	Glucosa % (m/V) ± 0.001	Fructosa % (m/V) ± 0.001
1	1.119	1.021	1.065	0.376	1.035	1.34
2	1.042	0.989	0.925	0.373	1.021	1.5
3	1.079	1.093	1.33	0.405	1.1211	2.505
4	0.91	0.932	0.995	0.314	0.957	1.143
5	0.89	0.975	0.995	0.294	0.981	0.992
6	0.914	1.296	1.389	0.209	1.356	1.625
7	0.906	1.36	1.194	0.271	1.428	1.745
8	0.931	1.121	1.354	0.374	1.221	0.981
9	0.523	0.594	0.551	0.230	0.757	0.503
10	0.684	0.607	0.545	0.256	0.801	0.577
11	0.576	0.6	0.538	0.375	0.832	0.581

Notas:

- Las concentraciones de este cuadro son para muestras de pulpa de café filtradas, antes y después de hidrólisis ácida a diferentes temperaturas y concentraciones de ácido.
- Es necesario filtrar las muestras para que pueda haber una lectura en el equipo de HPLC.

Cuadro 22: Datos originales de mediciones realizadas para la filtración de las suspensiones de pulpa de café y ácido sulfúrico

No. de Prueba	Masa de beaker de 50 mL y muestra (g) ± 0.1	Masa papel filtro y torta de material no filtrado (g) ± 0.1	Masa probeta de 25 mL y líquido filtrado (g) ± 0.1	Volumen de líquido filtrado (mL) ± 0.1	Humedad de torta (%) ± 0.01
1	76.4	6.7	92.1	7.9	77.11%
2	85.8	10.8	97.4	12.0	77.31%
3	105.6	19.4	108.6	24.2	76.50%
4	103.4	18.5	107.3	22.6	75.40%
5	110.3	23.4	109.3	24.3	77.44%
6	105.6	19.2	108.8	24.4	76.95%
7	106.7	20.3	108.8	24	78.50%
8	95.6	15.4	102.6	17.8	74.63%
9	110.2	23.1	109.5	25	77.40%
10	103.2	17.5	108.1	23.5	77.12%
11	105.0	17.35	110.05	23.5	79.85%

Cuadro 23: Concentración de azúcares y etanol en muestras de jugo de pulpa de café fermentado por HPLC

No. de Muestra	Tiempo de fermentación (h)	Concentración de sacarosa (g/100 mL) \pm 0.001	Concentración de glucosa (g/100 mL) \pm 0.001	Concentración de fructosa (g/100 mL) \pm 0.001	Concentración de etanol (g/100 mL) \pm 0.001
F1	0	1.339	2.626	3.533	0.089
F2	2	1.151	2.295	3.203	0.108
F3	4	0.851	2.015	2.918	0.126
F4	6	0.622	1.609	2.527	0.309
F5	20	0.294	0.862	1.652	1.447
F6	24	0.219	0.735	1.426	1.980
F7	30	0.169	0.531	1.138	2.799
F8	45	0.151	0.313	0.536	3.075
F9	53	0.130	0.265	0.415	3.178
F10	116	0.101	0.115	0.253	3.188

Cuadro 24: Datos originales para determinación de crecimiento de biomasa en el fermentador

No. de Muestra	Tiempo de fermentación (h)	Masa de tubo de ensayo (g) \pm 0.0001	Volumen de suspensión (mL) \pm 0.1	Masa de tubo de ensayo y biomasa seca (g) \pm 0.0001
F0 (blanco)	0	12.5408	8.0	12.5487
F1	0	12.5406	8.0	12.5517
F2	2	12.8127	8.0	12.8256
F3	4	12.6888	8.0	12.7022
F4	6	11.7483	8.0	11.7847
F5	20	12.8078	8.0	12.8523
F6	24	12.7435	8.0	12.795
F7	30	11.7647	8.0	11.8345
F8	45	12.6414	8.0	12.7149
F9	53	12.807	8.0	12.8823
F10	116	12.8372	8.0	12.9179

Cuadro 25: Datos originales para la curva de calibración de soluciones de etanol y agua

No. de Estándar	Concentración de etanol % (m/m)	Masa de etanol en estándar (g) ± 0.1	Masa de agua destilada en estándar (g)	Índice de refracción de la solución ± 0.0001
1	20 %	2.0	8.0	1.3466
2	40 %	4.0	6.0	1.35798
3	50 %	5.0	5.0	1.36063
4	60 %	6.0	4.0	1.36251
5	70 %	7.0	3.0	1.36381
6	80 %	8.0	2.0	1.36402
7	85 %	8.5	1.5	1.36429
8	90 %	9.0	1.0	1.36382
9	100 %	10	0.0	1.36368

Notas:

- Los estándares de soluciones de etanol-agua se colocaron dentro tubos de ensayo con tapadera y dichos tubos de ensayo se colocaron en el baño térmico del refractómetro ATAGO.
- Todas las mediciones de índice de refracción se realizaron a una temperatura de 22°C.

Cuadro 26: Mediciones de índice de refracción del destilado y temperatura del último plato de la columna de destilación

Tiempo de destilación (min)	Índice de refracción del destilado ± 0.0001	Temperatura del último plato de la columna de destilación (°C) ± 1
0		71
30	1.36425	72
60	1.36435	72
120	1.36440	73
180	1.36434	74
240	1.36425	74
270	1.36349	78

Notas:

- Las muestras de destilado se guardaron dentro tubos de ensayo con tapadera y dichos tubos de ensayo se colocaron en el baño térmico del refractómetro ATAGO.
- Todas las mediciones de índice de refracción se realizaron a una temperatura de 22°C.

Cuadro 27: Datos originales del destilado total obtenido en el proceso de destilación discontinua

Masa de Frasco Schot y destilado acumulado	533.5 ± 0.1 g
Volumen de destilado acumulado	442.5 ± 0.5 mL
Índice de refracción del destilado acumulado	1.36434 ± 0.0001
Concentración de etanol en las colas de destilación	0.750 ± 0.001 g etanol/100 mL

Cuadro 28: Datos originales del filtrado de pulpa de café hidrolizada

Masa de frasco Schot y suspensión de pulpa de café hidrolizada (g)	456.7 ± 0.1
Masa de torta de pulpa de café y papel filtro (g)	140.6 ± 0.1
Masa de probeta y líquido filtrado (g)	274.1 ± 0.1
Volumen de líquido filtrado (mL)	150 ± 0.5
Humedad absoluta de torta de pulpa de café (%)	78.58 ± 0.01

Cuadro 29: Datos originales de la filtración de la suspensión neutralizada

Masa de frasco beaker y suspensión de líquido neutralizado (g)	257.3 ± 0.1
Masa de sólidos suspendidos y papel filtro (g)	8.0 ± 0.1
Masa de probeta y líquido filtrado (g)	270.0 ± 0.1
Volumen de líquido filtrado (mL)	147 ± 0.5
Humedad absoluta de torta de pulpa de café (%)	55.84 % ± 0.01
pH inicial de suspensión	0.10 ± 0.01
pH final de suspensión	6.54 ± 0.01

Cuadro 30: Concentraciones de azúcares, etanol y levadura antes y después de la fermentación del hidrolizado

	Concentración inicial (g/100 mL) (± 0.001)	Concentración al final de la fermentación (g/100 mL) (± 0.001)
Sacarosa	0.475	0.000
Glucosa	0.832	0.112
Fructosa	0.581	0.172
Etanol		0.597

B. Datos calculados

Cuadro 31: Humedad promedio de la pulpa de café antes y después del proceso de secado

	Humedad absoluta % (± 0.02)
Humedad promedio de la pulpa de café antes del proceso de secado	78.50
Humedad promedio de la pulpa de café después del proceso de secado	9.07

Notas:

- Humedad absoluta promedio calculada a partir de los datos originales del Cuadro 15.
- Los cálculos para estos resultados se encuentran en la sección de anexos.

Cuadro 32: Densidad aparente de la pulpa de café

	Densidad de bulto de la pulpa de café (± 0.0005 g/mL)
Densidad 1	0.547
Densidad 2	0.545
Densidad 3	0.590

Notas:

- Densidad aparente calculada a partir de los datos originales del Cuadro 10.
- Los cálculos para estos resultados se encuentran en la sección de anexos.

Cuadro 33: Densidades del jugo de pulpa de café antes y después de la fermentación

	Densidad (g/mL)
Densidad 1 jugo de pulpa de café prensado	1.000 ± 0.01
Densidad 2 jugo de pulpa de café prensado	1.003 ± 0.01
Densidad 3 jugo de pulpa de café prensado	1.009 ± 0.01
Densidad promedio del jugo de pulpa de café prensado	1.003 ± 0.02
Densidad 1 jugo de pulpa de café fermentado	0.992 ± 0.01
Densidad 2 jugo de pulpa de café fermentado	0.953 ± 0.01
Densidad 3 jugo de pulpa de café fermentado	0.967 ± 0.01
Densidad Promedio del jugo de pulpa fermentado	0.971 ± 0.02

Notas:

- Densidades calculadas a partir de los datos originales del Cuadro 11.
- Los cálculos para estos resultados se encuentran en la sección de anexos.

Cuadro 34: Balance de masa en el proceso de prensado

	Masa (g)	Rendimiento (%)
Pulpa de café descongelada	23,463.80 ± 0.4	51.310 ± 0.004 %
Jugo de pulpa de café prensado	12,039.30 ± 1	47.240 ± 0.002 %
Pulpa de café prensada	11,084.30 ± 0.3	1.450 ± 0.005 %
Pérdidas	340 ± 1	51.310 ± 0.004 %

Notas:

- Balance de masa calculado a partir de los datos originales del Cuadro 13.
- Los cálculos para estos resultados se encuentran en la sección de anexos.

Cuadro 35: Datos del balance de masa total del proceso de secado

	Masa (g)
Masa total de pulpa de café prensada	11,045.80 ± 0.3
Humedad total presente en la pulpa de café prensada (de acuerdo a humedad absoluta promedio, 78.50%)	8,671.32 ± 2
Sólidos secos presentes en la pulpa de café prensada (de acuerdo a humedad absoluta promedio, 78.50%)	2,374.48 ± 2
Masa total de pulpa de café seca	2,623.43 ± 0.2
Humedad total presente en la pulpa de café seca (de acuerdo a humedad absoluta promedio, 9.07%)	238.03 ± 0.5
Sólidos secos presentes en la pulpa de café seca (de acuerdo a humedad absoluta promedio, 9.07%)	2,385.40 ± 0.5
Humedad evaporada	8,433.29 ± 2

Notas:

- Balance de masa calculado a partir de los datos originales de los Cuadros 14 y 16.
- Los cálculos para estos resultados se encuentran en la sección de anexos.

Cuadro 36: Datos del balance de masa del proceso de molienda

	Masa (g)	Rendimiento (%)
Masa de harina de café molida	2,489.53 ± 0.1	94.99 ± 0.2 %
Pérdidas de harina de café en el molino de discos	131.30 ± 0.2	5.01 ± 0.01 %

Notas:

- Balance de masa calculado a partir de los datos originales del Cuadro 16.
- Los cálculos para estos resultados se encuentran en la sección de anexos.

Cuadro 37: Mediciones de pérdida de humedad promedio de la pulpa de café en el secador de bandejas

Tiempo de secado (min)	Masa promedio de pulpa y bandeja (g) (± 0.01)	Masa promedio pulpa (g) (± 0.01)	Humedad (g) (± 0.01)	Humedad Absoluta (kg humedad/kg total)	Cambio de humedad (Δx)	Cambio en el tiempo (Δt)	Rapidez de Secado (kg humedad/m ² s)
0	20.13	18.93	14.86	0.79			
5	18.90	17.70	13.63	0.77	1.13	5.00	10.04
10	18.17	16.97	12.90	0.76	0.73	5.00	6.52
15	17.63	16.43	12.36	0.75	0.73	5.00	6.49
20	16.90	15.70	11.63	0.74	0.73	5.00	6.52
25	16.20	15.00	10.93	0.73	0.73	5.00	6.49
30	15.50	14.30	10.23	0.72	0.72	5.00	6.40
40	14.30	13.10	9.03	0.69	1.44	10.00	6.40
50	13.17	11.97	7.90	0.66	1.23	10.00	5.47
60	12.10	10.90	6.83	0.63	1.07	10.00	4.74
80	10.27	9.07	5.00	0.55	1.83	20.00	4.07
100	8.80	7.60	3.53	0.46	1.47	20.00	3.26
120	7.83	6.63	2.56	0.38	0.97	20.00	2.15
150	6.77	5.57	1.50	0.27	1.07	30.00	1.58
180	6.10	4.90	0.83	0.17	0.67	30.00	0.99
210	5.87	4.67	0.60	0.13	0.23	30.00	0.35
240	5.83	4.63	0.56	0.12	0.03	30.00	0.05
300	5.83	4.63	0.56	0.12	0.00	60.00	0.00

Notas:

- Datos calculados a partir de los datos originales de los Cuadros 14 y 16.
- Los cálculos para estos resultados se encuentran en la sección de anexos.

Cuadro 38: Balance de masa del proceso de tamizado

No. de Tamiz	Masa de harina de pulpa de café (g) ± 0.1	Proporción de cada tamaño de partícula sobre la masa de harina total (%) ± 0.01 %
Bandeja de finos	85.48	3.43 %
No. 100 (150 μ m)	41.36	1.66 %
No. 80 (180 μ m)	152.69	6.13 %
No. 60 (250 μ m)	250.92	10.08 %
No. 45 (355 μ m)	826.51	33.20 %
No. 30 (600 μ m)	708.29	28.45 %
No. 20 (850 μ m)	424.29	17.04 %

Notas:

- Balance de masa calculado a partir de los datos originales del Cuadro 17.
- Los cálculos para estos resultados se encuentran en la sección de anexos.

Cuadro 39: Concentración de azúcares en suspensión de pulpa de café y ácido sulfúrico antes y después de las distintas pruebas de hidrólisis ácida de la pulpa de café

No. de Prueba	Concentración de H ₂ SO ₄ % (masa H ₂ SO ₄ /masa de solución)	Temperatura de reacción (°C)	Concentración de azúcares antes de la hidrólisis ácida (g de azúcar/g de suspensión de pulpa de café y H ₂ SO ₄)			Concentración de azúcares antes de la hidrólisis ácida (g de azúcar/g de suspensión de pulpa de café y H ₂ SO ₄)		
			Sacarosa % (m/m) ± 0.001	Glucosa % (m/m) ± 0.001	Fructosa % (m/m) ± 0.001	Sacarosa % (m/m) ± 0.001	Glucosa % (m/m) ± 0.001	Fructosa % (m/m) ± 0.001
1	2	65	1.007	0.919	0.958	0.339	0.931	1.206
2	2	80	0.937	0.890	0.832	0.335	0.919	1.350
3	2	95	0.971	0.983	1.197	0.365	1.009	2.254
4	4	95	0.808	0.828	0.884	0.279	0.850	1.015
5	6	95	0.780	0.855	0.873	0.258	0.860	0.870
6	2	118	0.822	1.166	1.250	0.188	1.220	1.462
7	4	118	0.805	1.208	1.061	0.241	1.269	1.550
8	6	118	0.816	0.983	1.187	0.328	1.071	0.860
9	2	118	0.471	0.534	0.496	0.207	0.681	0.453
10	4	118	0.608	0.539	0.484	0.227	0.712	0.513
11	6	118	0.505	0.526	0.472	0.329	0.730	0.509

Notas:

- Concentración de azúcares en suspensiones calculadas partir de los datos originales de los Cuadros 18, 19, 20 y 21.
- Los cálculos para estos resultados se encuentran en la sección de anexos.

Cuadro 40: Rendimiento de la hidrólisis de suspensiones de pulpa de café licuada y harina de pulpa de café y soluciones de ácido sulfúrico diluidas, a diferentes temperaturas de reacción y concentraciones de ácido

No. de Prueba	Tipo de pulpa de café utilizada	Concentración de H ₂ SO ₄ % (masa H ₂ SO ₄ /masa de solución)	Temperatura de reacción (°C)	Rendimiento de hidrólisis ácida (%) ± 0.002
1	Licuada	2	65	1.371
2	Licuada	2	80	3.236
3	Licuada	2	95	2.571
4	Licuada	4	95	2.682
5	Licuada	6	95	0.615
6	Licuada	2	118	4.630
7	Licuada	4	118	5.000
8	Licuada	6	118	8.921
9	Harina	2	118	27.441
10	Harina	4	118	31.960
11	Harina	6	118	38.667

Notas:

- Rendimiento de hidrólisis ácida calculada partir de los datos originales del Cuadro 20.
- El rendimiento se calculó a partir del aumento en la concentración de glucosa en la suspensión de pulpa de café licuada y ácido sulfúrico, antes y después de la hidrólisis.
- Los cálculos para estos resultados se encuentran en la sección de anexos.

Cuadro 41: Datos calculados para el balance de masa del proceso de filtrado de las suspensiones de pulpa de café y ácido sulfúrico

No. de Prueba	Masa de Muestra (g) ± 0.1	Masa de Torta no Filtrada (g) ± 0.1	Masa de Líquido filtrado (g) ± 0.1	Densidad del líquido filtrado (g/mL) ± 0.01	Proporción de líquido filtrado sobre masa de suspensión total (%) ± 0.4	Proporción de torta sobre masa de suspensión total (%) ± 0.4
1	14.1	6.1	8.00	1.013	56.74%	43.26%
2	23.5	10.2	13.30	1.108	56.60%	43.40%
3	43.3	18.8	24.50	1.012	56.58%	43.42%
4	41.1	17.9	23.20	1.027	56.45%	43.55%
5	48	22.8	25.20	1.037	52.50%	47.50%
6	43.3	18.6	24.70	1.012	57.04%	42.96%
7	44.4	19.7	24.70	1.029	55.63%	44.37%
8	33.3	14.8	18.50	1.039	55.56%	44.44%
9	47.9	22.5	25.40	1.016	53.03%	46.97%
10	40.9	16.9	24.00	1.021	58.68%	41.32%
11	42.7	16.75	25.95	1.104	60.77%	39.23%

Cuadro 42: Valores promedio de las condiciones del aire en la entrada y en la salida del secador de bandejas

Temperatura de bulbo seco del aire ambiental promedio	18.88 ± 0.3 °C
Humedad relativa del aire ambiental promedio	46.53 ± 0.3 %
Temperatura de bulbo seco del aire en la salida del secador promedio	49.01 ± 0.3 °C
Humedad relativa del aire en la salida del secador promedio	17.38 ± 0.3 %
Velocidad lineal del aire en la salida del secador promedio	14.34 ± 0.3 m/s
Ancho del extractor del secador	6.0 ± 0.1 cm
Largo del extractor del secador	8.0 ± 0.1 cm

Notas:

- Valores promedio calculados a partir de los datos originales del Cuadro 13.
- Los cálculos para estos resultados se encuentran en la sección de anexos.

Cuadro 43: Condiciones de entrada y salida del aire en el secador de bandejas

	Condiciones de entrada	Condiciones de salida
Temperatura de bulbo seco del aire promedio	18.88 ± 0.3 °C	49.01 ± 0.3 °C
Humedad relativa del aire promedio	46.53 ± 0.3 %	17.38 ± 0.3 %
Humedad absoluta	0.010 ± 0.001 $\frac{kg\ humedad}{kg\ aire\ seco}$	0.052 ± 0.001 $\frac{kg\ humedad}{kg\ aire\ seco}$
Volumen húmedo	0.84 ± 0.08 $\frac{m^3}{kg\ aire\ seco}$	0.99 ± 0.02 $\frac{m^3}{kg\ aire\ seco}$
Flujo másico	40.35 ± 0.5 $\frac{kg\ aire\ húmedo}{h}$	42.03 ± 1 $\frac{kg\ aire\ húmedo}{h}$

Notas:

- Condiciones de entrada y salida calculados a partir de los datos originales del Cuadro 13 y datos calculados del Cuadro 41.
- Los cálculos para estos resultados se encuentran en la sección de anexos. Se utilizó una calculadora psicrométrica.

Cuadro 44: Datos calculados para crecimiento de biomasa en el fermentador por el método de peso seco

No. de Muestra	Tiempo de fermentación (h)	Masa de biomasa seca en muestra (g) ± 0.0001	Masa de levadura en muestra (g) ± 0.0002	Concentración de levadura (g/L) ± 0.02	Concentración de levadura (g/L) ± 0.002
F0 (blanco)	0	0.0079			
F1	0	0.0111	0.0032	0.40	0.04
F2	2	0.0129	0.005	0.63	0.06
F3	4	0.0134	0.0055	0.69	0.07
F4	6	0.0364	0.0285	3.56	0.36
F5	20	0.0445	0.0366	4.58	0.46
F6	24	0.0515	0.0436	5.45	0.55
F7	30	0.0698	0.0619	7.74	0.77
F8	45	0.0735	0.0656	8.20	0.82
F9	53	0.0753	0.0674	8.43	0.84
F10	116	0.0807	0.0728	9.10	0.91

Notas:

- La concentración de biomasa (levadura) en el fermentador se calculó a partir de los datos originales del Cuadro 23.
- Los cálculos para estos resultados se encuentran en la sección de anexos.

Cuadro 45: Proporciones del consumo de sustrato (azúcares fermentables)

	Proporción sobre masa inicial de azúcares en el mosto (%) ± 0.02
Azúcares no fermentadas	6.27
Etanol	40.95
CO ₂	39.12
Levadura	11.50
Otros	2.18
Total	100.00

Notas:

- La proporción del consumo de azúcares en el fermentador se calculó a partir del balance de masa global de la fermentación de jugo de pulpa de café. Dicho balance se calculó a partir de los datos originales del Cuadro 22 y de los datos calculados del Cuadro 43.
- La proporción se calculó a partir de la masa inicial de azúcares presentes en el jugo de pulpa de café.
- Los cálculos para estos resultados se encuentran en la sección de anexos.

Cuadro 46: Rendimiento de producción de etanol de la fermentación de jugo de pulpa de café prensado

	Rendimiento global	Rendimiento relativo
Rendimiento de producción de etanol sobre azúcares totales iniciales (g etanol/g azúcares iniciales)	40.95 ± 0.01 %	80.13 ± 0.02 %
Rendimiento de producción de etanol sobre azúcares totales consumidas (g etanol/g azúcares consumidas)	43.68 ± 0.02 %	85.49 ± 0.02 %

Notas:

- Los rendimientos se calcularon a partir del balance de masa global de la fermentación de jugo de pulpa de café y las Ecuaciones 12-15. Dicho balance se calculó a partir de los datos originales del Cuadro 26 y de los datos calculados del Cuadro 43.
- Los cálculos para estos resultados se encuentran en la sección de anexos.
- Para el cálculo del rendimiento relativo se compara el rendimiento global con el rendimiento teórico máximo (estequiométrico): 0.511 g etanol/g azúcares iniciales.

Cuadro 47: Concentración de etanol en el destilado en el transcurso de la destilación discontinua

Tiempo de destilación (min)	Concentración de etanol en el destilado (m/m) ± 0.1
0	
30	85.4
60	83.2
120	79.8
180	76.4
240	74.6
270	66.5

Notas:

- La concentración de etanol en el destilado se calculó a partir del índice de refracción de las muestras de destilado tomadas en el proceso de destilación, que se encuentran en los Cuadros 24 y 25 de datos originales y la curva de calibración, junto con su ecuación de línea de tendencia, en la Figura 41.
- Los cálculos para estos resultados se encuentran en la sección de anexos.

Cuadro 48: Balance de masa de la destilación discontinua de jugo de pulpa de café fermentado

	Alimentación	Destilado	Colas
Masa total (g) ± 0.1	11,684.05	376.8	11,307.25
Masa de etanol (g) ± 0.1	382.56	288.47	94.08
Fracción másica $\left(\frac{g \text{ etanol}}{g \text{ solución}}\right) \pm 0.0001$	0.0327	0.7656	0.0083
Fracción molar $\left(\frac{mol \text{ etanol}}{mol \text{ solución}}\right) \pm 0.0001$	0.013	0.561	0.003

Notas:

- El balance de masa de la operación de destilación discontinua se calculó a partir de los datos originales del Cuadro 26 y los datos calculados del Cuadro 46.
- Los cálculos para estos resultados se encuentran en la sección de anexos.

Cuadro 49: Datos calculados para la filtración de suspensión de pulpa de café hidrolizada

Masa de suspensión de pulpa de café (g)	300 ± 0.1
Masa de torta de pulpa de café (g)	140.01 ± 0.1
Proporción de torta de pulpa de café sobre masa total de suspensión	46.67 ± 0.05 %
Masa de líquido filtrado (g)	159.99 ± 0.1
Proporción de líquido filtrado sobre masa total de suspensión	53.33 ± 0.05 %
Volumen de líquido filtrado (mL)	150 ± 0.5
Densidad del líquido (g/mL)	1.064 ± 0.004

Notas:

- Estos datos se calcularon a partir de los datos originales del Cuadro 27.
- Los cálculos para estos resultados se encuentran en la sección de anexos.

Cuadro 50: Fracción másica de azúcares en torta de pulpa de café, líquido filtrado y suspensión total de harina de pulpa de café y ácido sulfúrico al 6% (m/m), antes y después de la hidrólisis ácida

Azúcar	Fracción en suspensión antes de hidrólisis (g/100 g suspensión) ± 0.2	Fracción en suspensión después de hidrólisis (g/100 g suspensión) ± 0.2	Fracción en líquido filtrado (g/100 g líquido) ± 0.2	Fracción en torta (g/100 g torta) ± 0.2
Sacarosa	0.487	0.317	0.352	0.277
Glucosa	0.507	0.704	0.782	0.614
Fructosa	0.455	0.491	0.545	0.429

Notas:

- Estos datos se calcularon a partir de los datos originales de los Cuadros 27 y 48.
- Los cálculos para estos resultados se encuentran en la sección de anexos.

Cuadro 51: Datos calculados para la filtración de la suspensión neutralizada

Masa de suspensión neutralizada (g)	163.3 ± 0.1
Masa de torta de sólidos suspendidos (g)	7.4 ± 0.1
Proporción de torta de sólidos suspendidos sobre masa total de suspensión	4.53 ± 0.1 %
Masa de líquido filtrado (g)	155.9 ± 0.1
Proporción de líquido filtrado sobre masa total de suspensión	95.47 ± 0.1 %
Volumen de líquido filtrado (mL)	100 ± 0.5
Densidad del líquido (g/mL)	1.064 ± 0.001

Notas:

- Estos datos se calcularon a partir de los datos originales del Cuadro 28.
- Los cálculos para estos resultados se encuentran en la sección de anexos.

Cuadro 52: Concentración másica de azúcares en torta de sólidos suspendidos y líquido filtrado (filtración de la suspensión neutralizada)

	Fracción en suspensión (g/100 g suspensión) ± 0.2	Fracción en líquido filtrado (g/100 g líquido) ± 0.2	Fracción en torta (g/100 g torta) ± 0.2
Sacarosa	0.345	0.197	0.352
Glucosa	0.766	0.437	0.782
Fructosa	0.535	0.305	0.546

Notas:

- Estos datos se calcularon a partir de los datos originales de los Cuadros 28 y 50.
- Los cálculos para estos resultados se encuentran en la sección de anexos.

Cuadro 53: Rendimientos de producción de etanol sobre azúcares iniciales totales y azúcares consumidas en la fermentación del hidrolizado de harina de pulpa de café

	Rendimiento global	Rendimiento relativo
Rendimiento de producción de etanol sobre azúcares totales iniciales (g etanol/g azúcares iniciales)	33.02 ± 0.01 %	64.62 ± 0.02 %
Rendimiento de producción de etanol sobre azúcares totales consumidas (g etanol/g azúcares consumidas)	39.18 ± 0.02%	76.67 ± 0.02 %

Notas:

- Los rendimientos se calcularon a partir del balance de masa global de la fermentación del hidrolizado de pulpa de café y las Ecuaciones 12-15. Dicho balance se calculó a partir de los datos originales del Cuadro 29.
- Los cálculos para estos resultados se encuentran en la sección de anexos.
- Para el cálculo del rendimiento relativo se compara el rendimiento global con el rendimiento teórico máximo (estequiométrico): 0.511 g etanol/g azúcares iniciales.

Cuadro 54: Proporciones del consumo de sustrato (azúcares fermentables) en la fermentación del hidrolizado de harina de pulpa de café

	Proporción sobre masa inicial de azúcares en el hidrolizado (%) \pm 0.02
Azúcares no fermentadas	15.71 %
Etanol	33.02 %
CO ₂	31.55 %
Levadura	19.66 %
Otros	0.06%

Notas:

- La proporción del consumo de azúcares en el fermentador se calculó a partir del balance de masa global de la fermentación de jugo de pulpa de café. Dicho balance se calculó a partir de los datos originales del Cuadro 29.
- La proporción se calculó a partir de la masa inicial de azúcares presentes en el jugo de pulpa de café.
- Los cálculos para estos resultados se encuentran en la sección de anexos.

Cuadro 55: Balance de masa para la hidrólisis ácida de harina de pulpa de café (Base de cálculo - 530.52 g de harina de pulpa de café con granulometría menor o igual a 250 μ m)

	Masa (g) \pm 0.02
Harina de pulpa de café con granulometría menor o igual a 250 μ m	530.52
Solución de ácido sulfúrico 6.06 % (m/m)	4,775.9
Suspensión	5,306.42
Sacarosa (antes de hidrólisis)	25.85
Glucosa (antes de hidrólisis)	26.92
Fructosa (antes de hidrólisis)	24.14
Sacarosa (después de hidrólisis)	16.83
Glucosa (después de hidrólisis)	37.34
Fructosa (después de hidrólisis)	26.07

Notas:

- Estos datos se calcularon a partir del balance de masa del proceso de molienda y tamizado de la pulpa de café seca del Cuadro 37 y los datos calculados del Cuadro 49.
- Los cálculos para estos resultados se encuentran en la sección de anexos

Cuadro 56: Balance de masa para la filtración del hidrolizado (Base de cálculo - 530.52 g de harina de pulpa de café con granulometría menor o igual a 250 μm)

	Masa (g) \pm 0.02
Masa de suspensión	5,306.42
Sacarosa en suspensión	16.83
Glucosa en suspensión	37.34
Fructosa en suspensión	26.07
Masa de líquido filtrado	2,988.90
Sacarosa en líquido filtrado	10.53
Glucosa en líquido filtrado	23.37
Fructosa en líquido filtrado	16.32
Masa de torta de harina de pulpa de café	2,317.52
Masa de líquido presente en torta	1,786.99
Sacarosa en torta	6.30
Glucosa en torta	13.97
Fructosa en torta	9.76

Notas:

- Estos datos se calcularon a partir del balance de masa del proceso de molienda y tamizado de la pulpa de café seca del Cuadro 37 y los datos calculados de los Cuadros 48 y 49.
- Los cálculos para estos resultados se encuentran en la sección de anexos

Cuadro 57: Balance de masa para la neutralización y filtración del líquido neutralizado (Base de cálculo - 530.52 g de harina de pulpa de café con granulometría menor o igual a 250 μm)

	Masa (g) \pm 0.02
Masa de líquido filtrado	2,988.90
Sacarosa en líquido filtrado	10.53
Glucosa en líquido filtrado	23.37
Fructosa en líquido filtrado	16.32
Masa de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ utilizada para neutralización	80.42
Masa de suspensión	3,069.32
Masa de líquido filtrado	2,930.28
Sacarosa en líquido filtrado	10.32
Glucosa en líquido filtrado	22.91
Fructosa en líquido filtrado	16.00
Masa de torta de sólidos suspendidos	139.04
Masa de líquido presente en torta	58.24
Sacarosa en torta	0.21
Glucosa en torta	0.46
Fructosa en torta	0.32

Notas:

- Estos datos se calcularon a partir del balance de masa del proceso de molienda y tamizado de la pulpa de café seca del Cuadro 41 y los datos calculados de los Cuadros 50 y 51.
- Los cálculos para estos resultados se encuentran en la sección de anexos

Cuadro 58: Balance de masa para la fermentación del producto hidrolizado (Base de cálculo - 530.52 g de harina de pulpa de café con granulometría menor o igual a 250 μm)

	Masa antes de fermentación (g) ± 0.02	Masa después de fermentación (g) ± 0.02
Masa de líquido filtrado	2,930.28	2,914.58
Sacarosa	10.32	0.00
Glucosa	22.91	3.08
Fructosa	16.00	4.74
Etanol	0.0	16.44
CO ₂	0.0	15.70
Levadura	1.15	10.93

Notas:

- Estos datos se calcularon a partir del balance de masa de la fermentación del hidrolizado de pulpa de café utilizando los datos de los Cuadros 29 y 53.
- Los cálculos para estos resultados se encuentran en la sección de anexos.

C. Cálculos de muestra

- Cálculos del balance de masa del proceso de prensado

Masa de pulpa de café descongelada

$$\begin{aligned}
 &= 2,340.5 \pm 0.1 \text{ g} + 2,283.6 \pm 0.1 \text{ g} + 2,240.0 \pm 0.1 \text{ g} + 2,255.6 \\
 &\pm 0.1 \text{ g} + 2,140.8 \pm 0.1 \text{ g} + 2,300.4 \pm 0.1 \text{ g} + 2,210.4 \pm 0.1 \text{ g} \\
 &+ 2,250.4 \pm 0.1 \text{ g} + 2,410.3 \pm 0.1 \text{ g} + 3,152.8 \pm 0.1 \text{ g} \\
 &- (120.1 \pm 0.1 \text{ g}) \\
 &= 23,463.80 \pm 0.4 \text{ g de pulpa de café descongelada}
 \end{aligned}$$

Masa de pulpa de café prensada

$$\begin{aligned}
 &= 2,340.5 \pm 0.1 \text{ g} + 2,315.7 \pm 0.1 \text{ g} + 2,343.2 \pm 0.1 \text{ g} + 2,280.2 \\
 &\pm 0.1 \text{ g} + 1,865.2 - (60.5 \pm 0.1 \text{ g}) \\
 &= 11,084.30 \pm 0.3 \text{ g de pulpa de café prensada}
 \end{aligned}$$

Masa jugo de pulpa de café prensada = $12,496 \pm 1 - (456.7 \pm 0.1 \text{ g})$

$$= 12,039.30 \pm 1 \text{ g jugo de pulpa de café prensada}$$

Masa de pérdidas = $23,463.80 \pm 0.4 \text{ g} - 11,084.30 \pm 0.3 \text{ g} - 12,039.30 \pm 1 \text{ g}$

$$= 340.2 \pm 1 \text{ g de pérdidas}$$

Rendimiento de jugo prensado

$$\begin{aligned}
 &= \left(\frac{12,039.30 \pm 1 \text{ g jugo de pulpa de café prensada}}{23,463.80 \pm 0.4 \text{ g de pulpa de café descongelada}} \right) \times 100 \\
 &= 51.310 \pm 0.004 \%
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 & \text{Rendimiento de cáscatasa de pulpa prensada} \\
 & = \left(\frac{11,084.30 \pm 0.3 \text{ g de pulpa de café prensada}}{23,463.80 \pm 0.4 \text{ g de pulpa de café descongelada}} \right) \times 100 \\
 & = 47.240 \pm 0.002 \%
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 & \text{Rendimiento de pérdidas} \\
 & = \left(\frac{340.2 \pm 1 \text{ g de pérdidas}}{23,463.80 \pm 0.4 \text{ g de pulpa de café descongelada}} \right) \times 100 \\
 & = 1.450 \pm 0.005 \%
 \end{aligned}$$

De acuerdo con el valor de humedad promedio (78.50%):

$$\begin{aligned}
 \text{Humedad en pulpa de café prensada} & = 11,045.80 \pm 0.3 \text{ g} * (78.50 \pm 0.02 \%) \\
 & = 8,671.32 \pm 2 \text{ g de humedad}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Sólido seco en pulpa de café prensada} \\
 & = 11,045.80 \pm 0.3 \text{ g} - (8,671.32 \pm 2 \text{ g de humedad}) \\
 & = 2,374.48 \pm 2 \text{ g sólidos secos}
 \end{aligned}$$

- Cálculos para el balance de masa en el secador de bandejas

Humedad evaporada calculada por diferencia de masas de la pulpa de café

Masa de pulpa de café prensada antes del secado:

Se calculó la cantidad de pulpa de café prensada por diferencia de pesos, restando el peso de las bolsas “ziplock” vacías:

$$\text{Masa de pulpa de café prensada} = 11,084.30 \pm 0.3 \text{ g de pulpa de café prensada}$$

De acuerdo con el valor de humedad promedio (78.50%):

$$\begin{aligned}
 \text{Humedad en pulpa de café prensada} & = 11,084.30 \pm 0.3 \text{ g} * (78.50 \pm 0.02 \%) \\
 & = 8,701.54 \pm 2 \text{ g de humedad}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Sólido seco en pulpa de café prensada} \\
 & = 11,084.30 \pm 0.3 \text{ g} - (8,701.54 \pm 2 \text{ g de humedad}) \\
 & = 2,382.76 \pm 2 \text{ g sólidos secos}
 \end{aligned}$$

Masa de pulpa de café después del secado:

Se calculó la cantidad de pulpa de café prensada por diferencia de pesos, restando el peso de las bolsas “ziplock” vacías:

$$\begin{aligned} \text{Masa de pulpa de café seca} &= 1,747.4 \pm 0.1 \text{ g} + 873.43 \pm 0.1 \text{ g} - (24.2 \pm 0.1 \text{ g}) \\ &= 2,620.83 \pm 0.2 \text{ g de pulpa de café prensada} \end{aligned}$$

De acuerdo con el valor de humedad promedio (78.50%):

$$\begin{aligned} \text{Humedad en pulpa de café seca} &= 2,620.83 \pm 0.2 \text{ g} * (9.07 \pm 0.02 \%) \\ &= 237.80 \pm 0.5 \text{ g de humedad} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Sólido seco en pulpa de café prensada} \\ &= 2,620.83 \pm 0.2 \text{ g} - (237.80 \pm 0.5 \text{ g de humedad}) \\ &= 2,383.03 \pm 0.5 \text{ g sólidos secos} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Humedad evaporada} \\ &= 8,701.54 \pm 2 \text{ g de humedad inicial} - 237.80 \\ &\pm 0.5 \text{ g de humedad final} = 8,463.75 \pm 2 \text{ g de humedad} \end{aligned}$$

Humedad evaporada calculada por balance de masa de masa del secador

Se determinó el valor promedio de la temperatura de bulbo seco y la humedad relativa del aire ambiental y la temperatura de bulbo seco y humedad relativa del aire en la salida del secador en el transcurso de la operación de secado. También se determinó el valor promedio de la velocidad lineal del aire en la salida del secador.

Valor promedio de la temperatura de bulbo seco del aire ambiental

$$\begin{aligned} &\frac{(17.8 + 19.7 + 18.5 + 17.6 + 17.6 + 17.9 + 18.2 + 18.1 + 19.2 + 20.5 + 20.8 + 20.6)^\circ\text{C}}{12} \\ &= 18.88 \pm 0.3 \text{ }^\circ\text{C} \end{aligned}$$

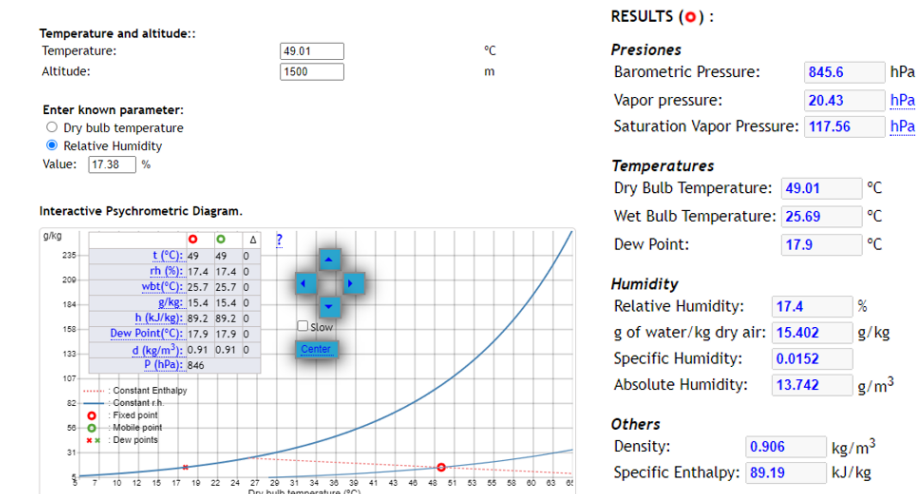
Los demás valores promedio se calcularon de la misma forma.

$$\text{Área de la salida del secador} = (0.06 \pm 0.001 \text{ m}) \times (0.08 \pm 0.001 \text{ m}) = 0.0048 \pm 0.0001 \text{ m}^2$$

$$\begin{aligned} \text{Flujo volumétrico de aire a la salida del secador} &= (0.0048 \pm 0.0001 \text{ m}^2) \times (2.28 \pm 0.3 \text{ m/s}) \\ &= 0.011 \pm 0.001 \text{ m}^3/\text{s} \end{aligned}$$

Se utilizó la calculadora psicrométrica del programa “Engineering Tool” para calcular la humedad absoluta y la densidad de vapor del aire húmedo, a partir de los valores promedio de las mediciones de humedad relativa y temperatura de bulbo seco en la entrada y salida del secador. Además, se utilizó la altitud de la ciudad de Guatemala (1500 msnm) para la corrección de presión.

Figura 39: Resultados de calculadora psicrométrica para condiciones promedio del aire en la salida del secador



$$\text{Humedad absoluta } (Y_2) = 0.0152 \pm 0.0001 \frac{\text{kg vapor de agua}}{\text{kg aire seco}}$$

$$\text{Densidad de vapor} = 13.742 \pm 0.001 \frac{\text{g vapor de agua}}{\text{m}^3 \text{ aire húmedo}}$$

$$\begin{aligned} \text{Flujo de humedad salida} &= 0.011 \pm 0.001 \frac{\text{m}^3}{\text{s}} \left(\frac{13.742 \pm 0.001 \text{ g vapor de agua}}{1 \text{ m}^3 \text{ aire}} \right) \left(\frac{1 \text{ kg}}{1000 \text{ g}} \right) \\ &= 0.0015 \pm 0.0001 \frac{\text{kg agua}}{\text{s}} \end{aligned}$$

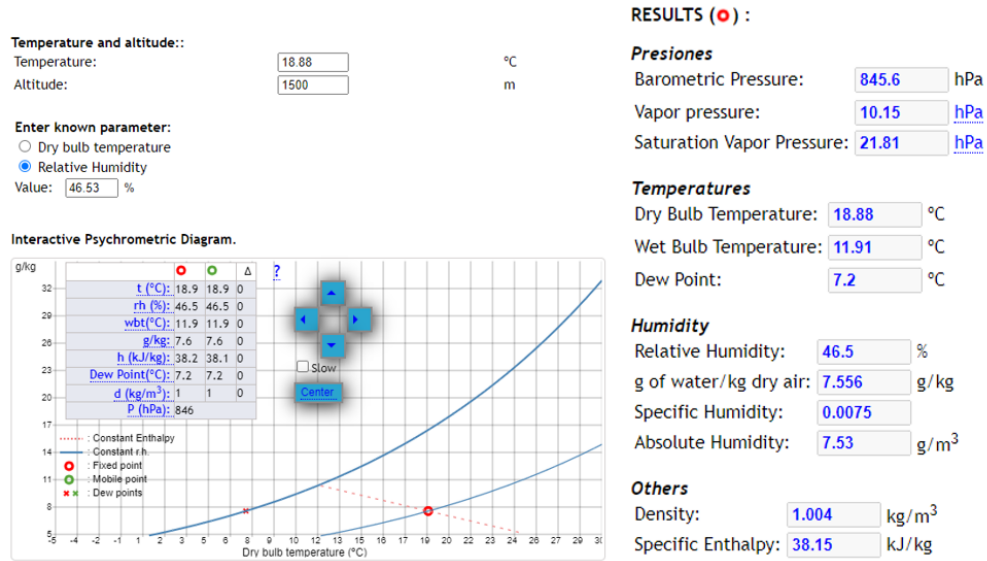
Flujo de aire seco salida

$$\begin{aligned} &= 0.0015 \pm 0.00001 \frac{\text{kg agua}}{\text{s}} \left(\frac{1 \text{ kg aire seco}}{0.0152 \pm 0.0001 \text{ kg vapor de agua}} \right) \\ &= 0.011 \pm 0.0001 \frac{\text{kg aire seco}}{\text{s}} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Flujo de aire húmedo salida} &= \left(0.011 \pm 0.001 \frac{\text{kg aire seco}}{\text{s}} \right) + \left(0.0015 \pm 0.0001 \frac{\text{kg humedad}}{\text{s}} \right) \\ &= 0.0125 \pm 0.001 \frac{\text{kg aire húmedo}}{\text{s}} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Flujo de aire húmedo salida} &= 0.0125 \pm 0.001 \frac{\text{kg aire húmedo}}{\text{s}} \left(\frac{3600 \text{ s}}{1 \text{ h}} \right) \\ &= 42.02 \pm 5 \frac{\text{kg aire húmedo}}{\text{h}} \end{aligned}$$

Figura 40: Resultados de calculadora psicrométrica para condiciones promedio del aire en la entrada del secador



$$\text{Humedad absoluta } (Y_1) = 0.0075 \pm 0.0001 \frac{\text{kg vapor de agua}}{\text{kg aire seco}}$$

$$\text{Densidad de vapor} = 7.53 \pm 0.01 \frac{\text{g vapor de agua}}{\text{m}^3 \text{ aire húmedo}}$$

$$\begin{aligned} \text{Flujo de humedad salida} &= 0.011 \pm 0.001 \frac{\text{m}^3}{\text{s}} \left(\frac{7.53 \pm 0.001 \text{ g vapor de agua}}{1 \text{ m}^3 \text{ aire}} \right) \left(\frac{1 \text{ kg}}{1000 \text{ g}} \right) \\ &= 0.000083 \pm 0.0001 \frac{\text{kg agua}}{\text{s}} \end{aligned}$$

Flujo de aire seco salida

$$\begin{aligned} &= 0.000083 \pm 0.00001 \frac{\text{kg agua}}{\text{s}} \left(\frac{1 \text{ kg aire seco}}{0.0075 \pm 0.0001 \text{ kg vapor de agua}} \right) \\ &= 0.011 \pm 0.0001 \frac{\text{kg aire seco}}{\text{s}} \end{aligned}$$

Flujo de aire húmedo salida

$$\begin{aligned} &= \left(0.011 \pm 0.001 \frac{\text{kg aire seco}}{\text{s}} \right) + \left(0.000083 \pm 0.00001 \frac{\text{kg humedad}}{\text{s}} \right) \\ &= 0.0111 \pm 0.001 \frac{\text{kg aire húmedo}}{\text{s}} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Flujo de aire húmedo salida} &= 0.0125 \pm 0.001 \frac{\text{kg aire húmedo}}{\text{s}} \left(\frac{3600 \text{ s}}{1 \text{ h}} \right) \\ &= 40.34 \pm 5 \frac{\text{kg aire húmedo}}{\text{h}} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 & \text{Diferencia en flujos de entrada y salida de aire} \\
 & = 42.02 \pm 0.5 \frac{\text{kg aire húmedo}}{h} - 40.34 \pm 0.5 \frac{\text{kg aire húmedo}}{h} \\
 & = 1.68 \pm 0.8 \frac{\text{kg humedad}}{s}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Humedad absorbida por el aire} & = \left(1.68 \pm 0.8 \frac{\text{kg aire húmedo}}{h} \right) * 5 \text{ horas} \\
 & = 8,389 \pm 0.8 \text{ kg humedad}
 \end{aligned}$$

*Este cálculo se acerca bastante al valor de humedad perdida que fue calculado en el balance de masa del secador con las humedades absolutas de la pulpa de café obtenidas con la balanza de humedad (8,433.29 g de humedad perdida).

- **Cálculos para balance de masa del proceso de molienda y tamizado**

$$\begin{aligned}
 \text{Masa de harina de pulpa de café} & = 2,501.63 \pm 0.2 \text{ g} - 12.1 \pm 0.1 \text{ g} \\
 & = 2,489.53 \pm 0.1 \text{ g de harina de pulpa de café molida}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Masa de pérdidas de harina en el molino de discos} \\
 & = 2,620.83 \pm 0.1 \text{ g} - 2,501.63 \pm 0.2 \text{ g} - 12.1 \pm 0.1 \text{ g} \\
 & = 131.30 \pm 0.2 \text{ g de pérdidas}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Rendimiento de harina molida} \\
 & = \left(\frac{2,489.53 \pm 0.1 \text{ g de pulpa de harina de café molida}}{2,620.83 \pm 0.1 \text{ g de pulpa de café seca}} \right) \times 100 \\
 & = 94.99 \pm 0.2 \%
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Rendimiento de pérdidas en molino de discos} \\
 & = \left(\frac{131.30 \pm 0.2 \text{ g de pérdidas}}{2,620.83 \pm 0.1 \text{ g de pulpa de café seca}} \right) \times 100 = 5.01 \pm 0.01 \%
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Masa de harina de pulpa de café en tamiz No. 20} & = 806.89 \pm 0.1 \text{ g} - 382.60 \pm 0.1 \text{ g} \\
 & = 429.29 \pm 0.1 \text{ g de harina de pulpa de café (granulometría 850 } \mu\text{m)}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Proporción de harina de pulpa de café en tamiz No. 20} \\
 & = \left(\frac{429.29 \pm 0.1 \text{ g Mesh 20 (granulometría 850 } \mu\text{m)}}{2,489.53 \pm 0.1 \text{ g de harina de pulpa de café molida}} \right) \times 100 \\
 & = 17.04 \pm 0.101 \%
 \end{aligned}$$

Se utilizó el mismo procedimiento para calcular la masa en los demás tamices con sus respectivas proporciones sobre el total de harina de pulpa de café molida que se obtuvo en el proceso de molienda.

- **Cálculo para preparación de soluciones de ácido sulfúrico utilizadas para la hidrólisis ácida de pulpa de café**

Se realizó cálculos para determinar la concentración y el volumen de la solución de ácido sulfúrico que se debe agregar a la pulpa de café de acuerdo a la cantidad de humedad presente en esta y la razón sólido-líquido establecidas.

Se ejemplificará el cálculo para la suspensión de pulpa licuada y ácido sulfúrico al 2% (g H₂SO₄/ g solución). El procedimiento es el mismo para todas las suspensiones de ácido sulfúrico y pulpa licuada de café o harina de pulpa de café, los únicos datos que varían son la concentración de la solución de ácido sulfúrico y la humedad de la pulpa de café.

Base de cálculo – 300 g de suspensión de pulpa de café y ácido sulfúrico

Relación sólido-líquido 1:10 (kg sólido seco/kg solución de ácido sulfúrico). Se utilizó una hoja de cálculo en Microsoft Excel para calcular de forma iterativa la cantidad de sólido seco y solución de ácido sulfúrico que debe contener una suspensión de 300 g. A continuación, se presenta los resultados:

$$\text{Relación sólido – líquido 1:10} = \frac{27.27 \text{ g sólido seco}}{272.73 \text{ g solución de H}_2\text{SO}_4 \text{ al 2\%} \left(\frac{m}{m}\right)} = \frac{1}{10}$$

$$\begin{aligned} \text{Masa de suspensión total} &= 27.27 \text{ g sólido seco} + 272.73 \text{ g solución de H}_2\text{SO}_4 \text{ al 2\%} \\ &= 300 \text{ g de suspensión} \end{aligned}$$

Ahora se debe calcular la masa de agua y de H₂SO₄ que debe contener una solución de 272.73 g con una concentración del 2% (m/m).

$$\text{Masa de H}_2\text{SO}_4 \text{ en la suspensión} = (272.73 \text{ g solución}) \left(0.02 \frac{\text{g H}_2\text{SO}_4}{\text{g solución}}\right) = 5.455 \text{ g H}_2\text{SO}_4$$

$$\text{Masa de agua en la suspensión} = 272.73 \text{ g solución} - 5.455 \text{ g H}_2\text{SO}_4 = 267.27 \text{ g agua}$$

En resumen, la suspensión debe contener la siguiente cantidad de cada uno de los componentes:

Masa de pulpa seca de café	27.27 g
Masa de H ₂ SO ₄	5.455 g
Masa de agua	267.27 g

Luego se calculó la cantidad de pulpa licuada que se debe agregar al reactor para obtener 27.27 g de sólido seco, en base a la humedad del licuado de pulpa de café.

$$\text{Humedad del licuado de pulpa de café} = 0.8740 \left(\frac{\text{g humedad}}{\text{g pulpa licuada}}\right)$$

$$\text{Masa de pulpa licuada necesaria} = \frac{27.27 \text{ g s\u00f3lido seco}}{(1 - 0.8740)} = 216.45 \text{ g pulpa licuada}$$

$$\text{Masa de agua en pulpa licuada} = 216.45 \text{ g pulpa licuada} - 27.27 \text{ g s\u00f3lido seco} = 189.18 \text{ g agua}$$

$$\text{Masa de agua faltante} = 267.27 - 189.18 = 78.09 \text{ g agua}$$

Al agregar 216.45 g de pulpa licuada al reactor, se est\u00e1n agregando inmediatamente 189.18 g de agua. Por lo tanto, se debe agregar una soluci\u00f3n de \u00e1cido sulf\u00farico adicional que contenga 5.455 g de H₂SO₄ y 78.09 g de agua (83.55 g de soluci\u00f3n faltante).

$$\begin{aligned} \text{Concentraci\u00f3n de \u00e1cido sulf\u00farico} \left(\frac{m}{m}\right) \text{ en soluci\u00f3n faltante} &= \frac{5.455 \text{ g H}_2\text{SO}_4}{83.55 \text{ g soluci\u00f3n}} \\ &= 6.53 \% \left(\frac{m \text{ H}_2\text{SO}_4}{m \text{ soluci\u00f3n}}\right) \end{aligned}$$

Datos te\u00f3ricos obtenidos de Perry (2008)

$$\text{Densidad de Soluci\u00f3n de H}_2\text{SO}_4 \text{ 6\%} \left(\frac{m}{m}\right) \text{ a } 25^\circ\text{C} = 1.0367 \frac{\text{g soluci\u00f3n}}{\text{mL soluci\u00f3n}}$$

$$\text{Densidad de Soluci\u00f3n de H}_2\text{SO}_4 \text{ 7\%} \left(\frac{m}{m}\right) \text{ a } 25^\circ\text{C} = 1.0434 \frac{\text{g soluci\u00f3n}}{\text{mL soluci\u00f3n}}$$

Interpolando:

$$\text{Densidad de Soluci\u00f3n de H}_2\text{SO}_4 \text{ 6.53\%} \left(\frac{m}{m}\right) \text{ a } 25^\circ\text{C} = 1.0403 \frac{\text{g soluci\u00f3n}}{\text{mL soluci\u00f3n}}$$

$$\begin{aligned} \text{Volumen de soluci\u00f3n de H}_2\text{SO}_4 \text{ 6.53\%} \left(\frac{m}{m}\right) &= \frac{83.55 \text{ g soluci\u00f3n 6.53\%} \left(\frac{m}{m}\right)}{1.0403 \frac{\text{g soluci\u00f3n}}{\text{mL soluci\u00f3n}}} \\ &= 80.32 \text{ mL soluci\u00f3n 6.53\%} \left(\frac{m}{m}\right) \end{aligned}$$

Para obtener una suspensi\u00f3n de 300 g de pulpa de caf\u00e9 y \u00e1cido sulf\u00farico con una relaci\u00f3n s\u00f3lido: l\u00edquido 1:10 y una soluci\u00f3n de \u00e1cido sulf\u00farico con una concentraci\u00f3n final del 2%(m/m) se deben agregar al reactor:

Masa de pulpa de caf\u00e9 licuada	216.45 g
Volumen de soluci\u00f3n de H ₂ SO ₄ 6.53 % (m/m)	80.32 mL

Se sigui\u00f3 el mismo procedimiento para el c\u00e1lculo de las dem\u00e1s suspensiones de pulpa de caf\u00e9 licuada y pulpa de caf\u00e9 seca, molida y tamizada.

- Cálculos para preparación de soluciones de ácido sulfúrico

Siguiendo con el cálculo anterior para la suspensión de 300 g de pulpa de café licuada y una solución de ácido sulfúrico al 2% (m/m).

Se determinó que es necesario agregar 80.32 mL de una solución de H₂SO₄ 6.53 % (m/m) a 216.45 g de pulpa licuada.

Se realizarán cálculos para la preparación de una solución de H₂SO₄ 6.53 % (m/m) en un balón aforado de 100 mL.

El reactivo utilizado será H₂SO₄ al 96 % (m/m).

Datos Teóricos obtenidos de Perry (2008)

$$\text{Densidad de Solución de H}_2\text{SO}_4 \text{ 6.53\% } \left(\frac{m}{m}\right) = 1.0403 \frac{g \text{ solución}}{mL \text{ solución}}$$

$$\text{Densidad de Solución de H}_2\text{SO}_4 \text{ 96\% } \left(\frac{m}{m}\right) = 1.8305 \frac{g \text{ solución}}{mL \text{ solución}}$$

$$100 \text{ mL de solución H}_2\text{SO}_4 \text{ 6.53\% } \left(\frac{m}{m}\right) \left(\frac{1.0403 \text{ g solución 6.53\%}}{1 \text{ mL de solución 6.53\%}}\right) \left(\frac{6.53 \text{ g H}_2\text{SO}_4}{100 \text{ g solución}}\right) \left(\frac{100 \text{ g solución}}{96 \text{ g H}_2\text{SO}_4}\right) \left(\frac{1 \text{ mL solución 96\%}}{1.8305 \text{ g solución 96\%}}\right) = 3.86 \text{ mL de solución H}_2\text{SO}_4 \text{ 96\% } \left(\frac{m}{m}\right)$$

Utilizar una pipeta graduada de 5 mL para agregar aproximadamente 3.9 mL de H₂SO₄ al 96 % (m/m) en un balón aforado de 100 mL y aforar con agua destilada.

Se siguió el mismo procedimiento para la preparación de las demás soluciones de ácido sulfúrico utilizadas para la hidrólisis ácida de pulpa de café licuada y de harina de pulpa de café.

- Cálculo de la concentración de azúcares en la suspensión de pulpa de café y ácido sulfúrico antes y después de la hidrólisis

Para ejemplificar este cálculo se determinará la concentración de azúcares presentes en la suspensión de ácido sulfúrico al 2 % (m/m) y harina de pulpa de café, antes y después de realizar la reacción de hidrólisis ácida a 118°C.

Para hacer la determinación de concentración de azúcares en la muestra por HPLC fue necesario filtrar la suspensión de pulpa de café antes y después de la reacción, para evitar la presencia de sólidos suspendidos a la hora de realizar la medición en el equipo.

En el Cuadro No. 24 de la sección de Datos Originales se encuentran los datos de las concentraciones de azúcares, expresadas como porcentaje masa/volumen (g/100 mL solución), de las muestras filtradas antes y después de la hidrólisis ácida. Se realizó un

balance de masa de la cantidad de líquido presente en la suspensión para determinar la concentración de azúcares presentes en toda la suspensión.

Masa de suspensión de pulpa de café y $H_2SO_4 = 300 \text{ g}$ suspensión

En el Cuadro No.23 de la sección de Datos Originales se puede observar que se utilizaron 270.01 g de solución de H_2SO_4 al 2%(m/m). Utilizando la densidad de una solución de H_2SO_4 al 2%(m/m), obtenida de Perry (2008), se puede determinar el volumen total del líquido presente en la suspensión de pulpa de café y ácido sulfúrico.

$$\text{Densidad de Solución de } H_2SO_4 \text{ 2\% } \left(\frac{m}{m}\right) \text{ a } 25^\circ\text{C} = 1.0104 \frac{\text{g solución}}{\text{mL solución}}$$

Volumen de la solución de H_2SO_4 al 2% $\left(\frac{m}{m}\right)$ en la suspensión

$$\begin{aligned} &= 270.01 \pm 0.1 \text{ g solución de } H_2SO_4 \text{ al 2\% } \left(\frac{m}{m}\right) \left(\frac{1 \text{ mL solución}}{1.0104 \text{ g solución}}\right) \\ &= 269.92 \pm 0.1 \text{ mL solución} \end{aligned}$$

Masa de glucosa en la suspensión antes de la hidrólisis

$$\begin{aligned} &= 269.92 \pm 0.1 \text{ mL solución } \left(0.594 \pm 0.001 \frac{\text{g glucosa}}{100 \text{ mL}}\right) \left(\frac{1}{100}\right) \\ &= 1.603 \pm 0.003 \text{ g glucosa} \end{aligned}$$

Concentración de glucosa en la suspensión antes de la hidrólisis

$$\begin{aligned} &= \left(\frac{1.603 \pm 0.003 \text{ g glucosa}}{300.0 \pm 0.1 \text{ g de suspensión}}\right) \times 100 \\ &= 0.534 \pm 0.01 \% \left(\frac{\text{g glucosa}}{100 \text{ g suspensión}}\right) \end{aligned}$$

Se calculó de la misma forma las concentraciones de glucosa, fructosa y sacarosa para todas las pruebas de hidrólisis realizadas.

- Cálculos del rendimiento de hidrólisis ácida

El rendimiento se calculó a partir de los datos originales del Cuadro 24, como el aumento en la concentración de glucosa en la suspensión de pulpa de café y ácido sulfúrico.

Rendimiento de hidrólisis ácida

$$\left(\frac{(0.757 - 0.594) \pm 0.001 \frac{\text{g glucosa}}{100 \text{ mL solución}}}{0.594 \pm 0.001 \frac{\text{g glucosa}}{100 \text{ mL solución}}}\right) \times 100 = 27.44 \pm 0.01 \%$$

Se utilizó el mismo procedimiento para calcular el rendimiento de las demás pruebas de hidrólisis ácida.

- **Cálculos del crecimiento de biomasa en la fermentación de jugo de pulpa de café**

Para determinar el aumento en la concentración de biomasa se siguió el siguiente procedimiento:

Determinar la cantidad de sólidos suspendidos en el jugo de pulpa de café tomando una muestra "F0" que todavía no se ha inoculado con levadura, como blanco.

$$\text{Masa de tubo de ensayo F0} = 12.5408 \pm 0.0001 \text{ g}$$

$$\text{Masa de tubo de ensayo F0 y sólidos suspendidos secos} = 12.5487 \pm 0.0001 \text{ g}$$

$$\begin{aligned} \text{Masa de sólidos suspendidos secos en muestra F0} & (12.5487 \pm 0.0001 \text{ g}) \\ & - (12.5408 \pm 0.0001 \text{ g}) = 0.0079 \pm 0.0001 \text{ g} \end{aligned}$$

Se asumió que esta masa de sólidos suspendidos es constante para cada una de las muestras. Para obtener la masa de levadura presente en la muestra se restó este valor del peso seco calculado para las demás muestras.

$$\text{Masa de tubo de ensayo F2} = 12.8127 \pm 0.0001 \text{ g}$$

$$\text{Masa de tubo de ensayo F2 y sólidos suspendidos secos} = 12.256 \pm 0.0001 \text{ g}$$

$$\text{Masa de sólidos suspendidos secos} = 0.0129 \pm 0.0001 \text{ g}$$

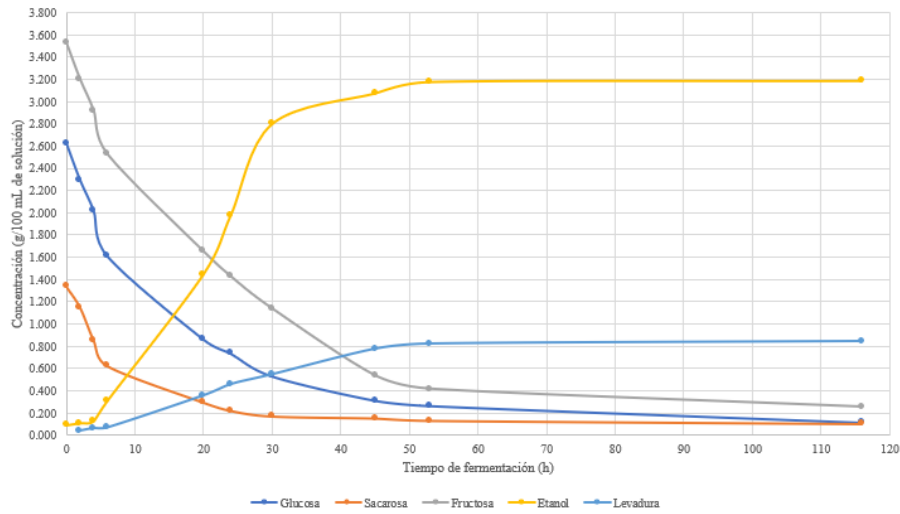
$$\begin{aligned} \text{Masa de levadura} & = (0.0129 \pm 0.0001 \text{ g}) - (0.0079 \pm 0.0001 \text{ g}) \\ & = 0.005 \pm 0.0002 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Concentración de levadura en la muestra F2} \\ & = \left(\frac{0.005 \pm 0.0002 \text{ g levadura}}{8.0 \pm 0.1 \text{ mL de muestra}} \right) \times 1000 \\ & = 0.625 \pm 0.02 \frac{\text{g levadura}}{\text{L jugo de pulpa fermentado}} \end{aligned}$$

Se utilizó el mismo procedimiento para calcular la concentración de levadura en las demás muestras. Estos resultados se encuentran en el Cuadro 48 de la sección de datos calculados.

Se utilizaron los datos de los Cuadros 27, 28 y 48 para realizar la siguiente gráfica que muestra la concentración de sacarosa, glucosa, fructosa, etanol y levadura en el tiempo de fermentación.

Figura 41: Concentración de azúcares, etanol y levadura en el tiempo de la fermentación de jugo de pulpa de café de prensado



Notas:

- Se utilizaron los datos calculados del Cuadro 48 para graficar la curva de crecimiento de biomasa (levadura).
- Los cálculos para el crecimiento de biomasa se encuentran en la sección de anexos. Se utilizaron los datos Originales del Cuadro 28 para estos cálculos.
- Se utilizaron los datos originales del Cuadro 27 para graficar las curvas de concentración de azúcares y etanol con el tiempo.
- **Cálculos para el balance de masa de la fermentación de jugo de pulpa de café prensado**

Para calcular el balance de masa global se utilizaron los datos de los Cuadros 27 y 47.

$$\begin{aligned}
 & \text{Masa de sacarosa inicial en el fermentador} \\
 & = \left(1.339 \pm 0.0001 \frac{\text{g sacarosa}}{100 \text{ mL mosto}} \right) (10)(12 \text{ L}) \\
 & = 160.67 \pm 0.01 \text{ g sacarosa}
 \end{aligned}$$

De la misma forma se calculó las demás masas en el fermentador. En la siguiente tabla se resume los valores calculados.

	Masa inicial (g) ± 0.01	Masa final (g) ± 0.01
Sacarosa	160.67	12.12
Glucosa	315.14	13.8
Fructosa	423.96	30.36
Etanol	10.68	382.56
Levadura	4.8	109.2

Se calculó la masa de CO₂ producida a partir de la cantidad de etanol producida en la fermentación y la estequiometría de la reacción, tal como se puede observar en las Ecuación 10 y la Figura 16 en el marco teórico.

Masa de etanol producido en la fermentación

$$= (382.56 \pm 0.01) - (10.68 \pm 0.01) = 371.88 \pm 0.01 \text{ g de etanol}$$

Masa de CO₂ producida en la fermentación

$$= 371.88$$

$$\pm 0.01 \text{ g de etanol} \left(\frac{1 \text{ mol etanol}}{46.07 \text{ g etanol}} \right) \left(\frac{1 \text{ mol CO}_2}{1 \text{ mol etanol}} \right) \left(\frac{44.01 \text{ g CO}_2}{1 \text{ mol CO}_2} \right)$$

$$= 355.25 \pm 0.01 \text{ g CO}_2$$

- Cálculo del rendimiento de producción de etanol en la fermentación de jugo de pulpa de café

Se calculó el rendimiento de etanol producido en base a la cantidad de azúcares disponibles al inicio de la fermentación y en base a las azúcares consumidas. Para esto se utilizaron las Ecuaciones 12-15 que se encuentran en la sección del Marco Teórico.

La Figura X de la sección de Marco Teórico muestra el mecanismo de reacción para la fermentación de sacarosa en etanol. En la figura se puede observar que 1 mol de sacarosa se hidroliza para formar 1 mol de glucosa y 1 mol de fructosa. Luego, cada una de estas moléculas se fermenta para producir 2 moles de etanol y 2 moles de CO₂, cada una. Para poder utilizar las Ecuaciones 12-15 se determinó la masa de azúcares inicial y final, expresadas como glucosa y fructosa, es decir, se determinó la masa de glucosa y fructosa que se producirían si se hidroliza toda la sacarosa presente.

	Masa inicial (g) ± 0.01	Masa final (g) ± 0.01
Sacarosa	160.67	12.12
Glucosa	315.14	13.8
Fructosa	423.96	30.36
Etanol	10.68	382.56
Levadura	4.8	109.2

Glucosa hidrolizada

$$= 160.67 \pm 0.01 \text{ g de sacarosa} \left(\frac{1 \text{ mol sacarosa}}{342.3 \text{ g sacarosa}} \right) \left(\frac{1 \text{ mol glucosa}}{1 \text{ mol sacarosa}} \right) \left(\frac{180.156 \text{ g glucosa}}{1 \text{ mol glucosa}} \right)$$

$$= 84.56 \pm 0.01 \text{ g glucosa}$$

Fructosa hidrolizada

$$= 160.67 \pm 0.01 \text{ g de sacarosa} \left(\frac{1 \text{ mol sacarosa}}{342.3 \text{ g sacarosa}} \right) \left(\frac{1 \text{ mol fructosa}}{1 \text{ mol sacarosa}} \right) \left(\frac{180.156 \text{ g fructosa}}{1 \text{ mol fructosa}} \right)$$

$$= 84.56 \pm 0.01 \text{ g glucosa}$$

Entonces, la cantidad de sustrato inicial se puede expresar de la siguiente forma:

	Masa inicial (g)	Masa final (g) \pm 0.01
Glucosa	399.70 \pm 0.01	20.18 \pm 0.01
Fructosa	508.52 \pm 0.01	36.74 \pm 0.01
Sustrato total	908.22 \pm 0.02	59.92 \pm 0.02

$$\text{Rendimiento sobre azúcares iniciales "Y}_1\text{"} = \frac{(382.56 \pm 0.01 \text{ g} - 10.68 \pm 0.01) \text{ g etanol} \times 100}{908.22 \pm 0.02 \text{ g sustrato}} =$$

40.95 \pm 0.01 %

Rendimiento sobre azúcares consumidas "Y₂"

$$= \frac{(382.56 \pm 0.01 \text{ g} - 10.68 \pm 0.01) \text{ g etanol} \times 100}{(908.22 \pm 0.02 - 59.92 \pm 0.02) \text{ g sustrato}} = 43.68 \pm 0.02\%$$

Rendimiento relativo sobre azúcares iniciales "Y₁" =

$$\frac{(382.56 \pm 0.01 \text{ g} - 10.68 \pm 0.01) \text{ g etanol} \times 100}{908.22 \pm 0.02 \text{ g sustrato} \times (0.511)} = 80.13 \pm 0.02 \%$$

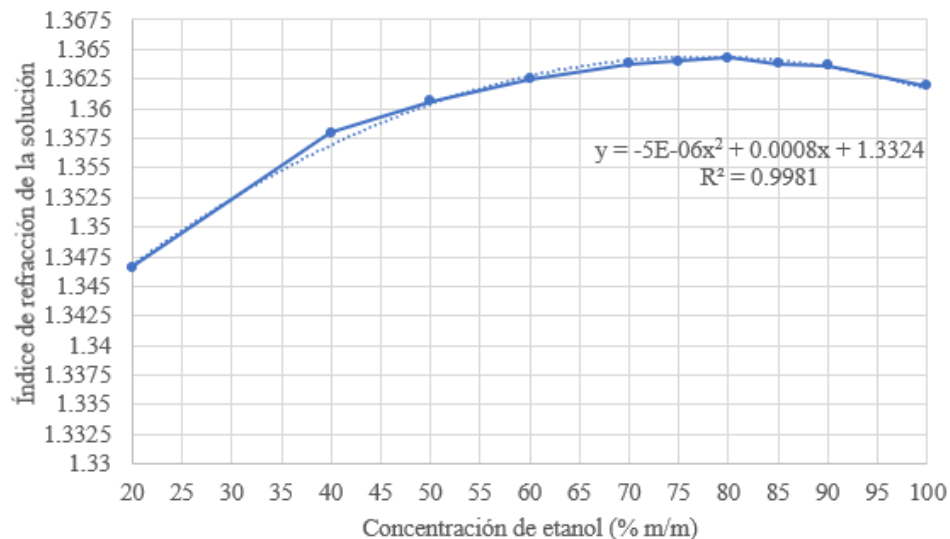
Rendimiento sobre azúcares consumidas "Y₂"

$$= \frac{(382.56 \pm 0.01 \text{ g} - 10.68 \pm 0.01) \text{ g etanol} \times 100}{(908.22 \pm 0.02 - 59.92 \pm 0.02) \text{ g sustrato} \times (0.511)} = 85.49 \pm 0.02\%$$

Se utilizó el mismo procedimiento para calcular el balance de masa y el rendimiento en la fermentación del hidrolizado de harina de pulpa de café.

- **Cálculos de muestra para determinación de concentración de etanol en el destilado**

Figura 42: Curva de calibración par soluciones de etanol-agua a diferentes concentraciones y ecuación para línea de tendencia polinómica de grado 2



Se construyó una curva de calibración a partir de los datos originales del Cuadro 25. Se utilizó una hoja de cálculo en Microsoft Excel para encontrar una ecuación de la línea de tendencia que se acoplara al comportamiento de la curva. Se determinó que una ecuación polinómica de grado 2 se acopla al comportamiento de la curva, ya que tiene un coeficiente de determinación (R^2) de 0.9981.

Se calcularon las concentraciones de etanol para cada una de las mediciones del índice de refracción del destilado, utilizando la ecuación de la línea de tendencia polinómica de grado 2 que se encuentra en la Figura 41.

$$y = 5.0 \times 10^{-6}x^2 + 0.0008x + 1.3324$$

En donde:

y = índice de refracción

x = concentración de etanol (%m/m)

Se utilizó el programa Wolfram Alpha para calcular la concentración de etanol respectiva de cada uno de los índices de refracción medidos. Los resultados se encuentran en el Cuadro 50 de la sección de Datos Calculados.

- **Determinación de la relación de reflujo mínima y la relación de reflujo real para obtener una concentración de destilado inicial de 90% (m/m)**

Ambos reflujo se determinaron por el método gráfico de McCabe-Thiele.

Determinación de la concentración molar de etanol en el mosto fermentado:

A partir de los datos de concentración final de etanol en el mosto del Cuadro 22 de la sección de Datos Originales y de la densidad promedio del jugo de pulpa de café fermentado en el Cuadro 32 de la sección de Datos Calculados se determinó la fracción másica y la fracción molar de etanol en el mosto.

$$\text{Densidad promedio del jugo fermentado} = 0.971 \pm 0.02 \frac{\text{g solución}}{\text{mL solución}}$$

$$\text{Concentración final de etanol en el mosto} = 3.188 \pm 0.001 \frac{\text{g etanol}}{100 \text{ mL solución}}$$

Fracción másica de etanol $\left(\frac{m}{m}\right)$

$$\left(\frac{0.971 \text{ g solución}}{\text{mL solución}}\right) \left(\frac{3.188 \text{ g etanol}}{100 \text{ mL solución}}\right) \left(\frac{1}{100}\right) = 0.033 \pm 0.001 \frac{\text{g etanol}}{\text{g de solución}}$$

Asumiendo que el mosto fermentado se puede considerar como una solución binaria etanol-agua:

$$\text{Fracción molar de etanol } \left(\frac{\text{mol}}{\text{mol}} \right) = \frac{\left(\frac{0.033 \pm 0.001 \frac{\text{g etanol}}{\text{g de solución}}}{46.068 \frac{\text{g etanol}}{\text{mol etanol}}} \right)}{\left(\frac{0.033 \pm 0.001 \frac{\text{g etanol}}{\text{g de solución}}}{46.068 \frac{\text{g etanol}}{\text{mol etanol}}} \right) + \left(\frac{(1 - 0.033) \frac{\text{g agua}}{\text{g de solución}}}{18.015 \frac{\text{g agua}}{\text{mol agua}}} \right)} = 0.013 \pm 0.002 \frac{\text{mol etanol}}{\text{mol de solución}}$$

Se utilizó el mismo procedimiento para determinar la fracción molar de una solución al 90% (m/m).

$$\text{Fracción molar de etanol de solución al 90\% } \left(\frac{m}{m} \right) = 0.779 \pm 0.002 \frac{\text{mol etanol}}{\text{mol de solución}}$$

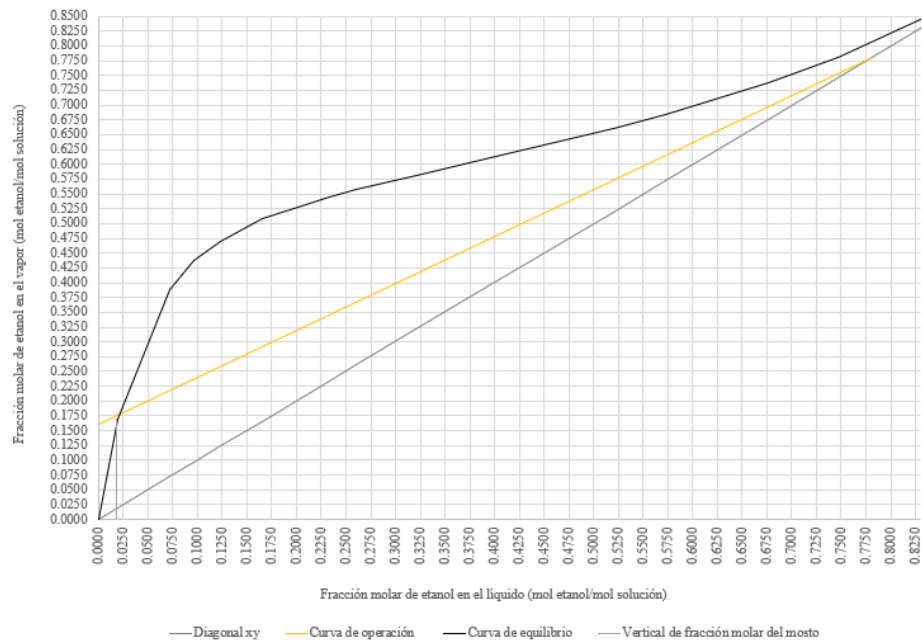
Con estas dos fracciones molares se determinó de manera gráfica el reflujo mínimo para obtener un destilado con una concentración de etanol inicial del 90% (m/m) a partir de una solución con una concentración inicial de etanol del 3.3% (m/m).

- Reflujo mínimo (operación con número infinito de etapas ideales)

Siguiendo el procedimiento gráfico para una operación de destilación discontinua con reflujo, se trazó una línea de operación desde el punto de la fracción molar del destilado en la diagonal de 45° (0.779) hasta cruzar la curva de equilibrio en el punto de la fracción molar del mosto a destilar (0.013).

Se determinó el valor de la relación de reflujo leyendo el intercepto de la curva de operación en la ordenada de la Figura 42 de la sección de Anexos y utilizando la Ecuación 26 que se encuentra en la sección del Marco Teórico.

Figura 43: Determinación del reflujo mínimo necesario para obtener una concentración de destilado inicial del 90 % (m/m) por el método gráfico de McCabe-Thiele



$$y_{n+1} = \frac{R}{R+1}x_n + \frac{x_D}{R+1}$$

$$\text{Intercepto en la ordenada} = \frac{x_D}{R+1} = 0.16 \pm 0.025$$

Despejando para el valor de “R”

$$R_{min} = \frac{x_D}{(0.16)} - 1 = \frac{0.779 \pm 0.002}{(0.16 \pm 0.025)} - 1 = 3.87 \pm 0.02$$

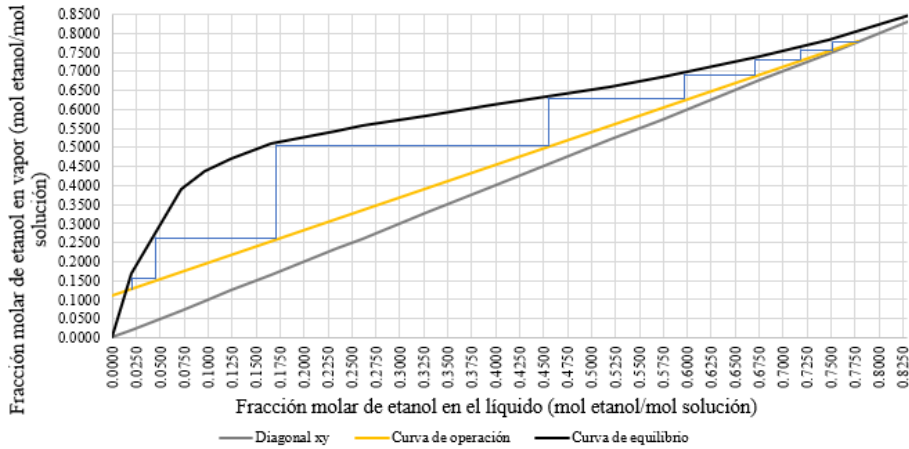
- Reflujo real para una columna de 8 etapas ideales

Se determinó de manera gráfica el reflujo mínimo para obtener un destilado con una concentración de etanol inicial del 90% (m/m) a partir de una solución con una concentración inicial de etanol del 3.3% (m/m).

Se siguió el procedimiento gráfico para una operación de destilación discontinua con reflujo constante. Para determinar el intercepto de la curva de operación real se realizó un procedimiento iterativo, trazando una la línea de operación desde el punto de la fracción molar del destilado en la diagonal de 45° (0.779) y construyendo 8 etapas ideales en el diagrama hasta que la última etapa quedara exactamente en el punto de la fracción molar del mosto a destilar (0.013).

Se determinó el valor de la relación de reflujo leyendo el intercepto de la curva de operación en la ordenada de la Figura 43 de la sección de Anexos y utilizando la Ecuación 26 que se encuentra en la sección del Marco Teórico:

Figura 44: Determinación del reflujo necesario para obtener una concentración de destilado inicial del 90 % (m/m) para una columna de destilación discontinua de ocho etapas, por el método gráfico de McCabe-Thiele



$$y_{n+1} = \frac{R}{R+1}x_n + \frac{x_D}{R+1}$$

$$\text{Intercepto en la ordenada} = \frac{x_D}{R+1} = 0.11 \pm 0.025$$

Despejando para el valor de “R”

$$R_{real} = \frac{x_D}{(0.11)} - 1 = \frac{0.779 \pm 0.002}{(0.11 \pm 0.025)} - 1 = 6.08 \pm 0.02$$

- Balance de masa de la destilación

Masa de etanol en el jugo de pulpa de café fermentado

Masa del mosto de pulpa de café

$$12,000 \text{ mL mosto} \left(\frac{0.971 \text{ g solución}}{1 \text{ mL solución}} \right) = 11,684.05 \pm 0.01 \text{ g de mosto}$$

Masa de etanol en mosto

$$12,000 \text{ mL mosto} \times \left(3.188 \pm 0.001 \frac{\text{g etanol}}{100 \text{ mL solución}} \right) \left(\frac{1}{100} \right) = 382.56 \pm 0.01 \text{ g de etanol}$$

Masa del destilado

$$376.8 \pm 0.1 \text{ g destilado al } 76.56 \% \left(\frac{m}{m}\right)$$

Masa de etanol en destilado

$$376.8 \pm 0.1 \text{ g destilado} \left(\frac{0.7656 \text{ g etanol}}{1 \text{ g solución}}\right) = 288.48 \pm 0.02 \text{ g de etanol}$$

Masa de colas de destilación

$$(11,684.05 \pm 0.01 \text{ g de mosto}) - \left(376.8 \pm 0.1 \text{ g destilado al } 76.56 \% \left(\frac{m}{m}\right)\right) \\ = 11,307.25 \pm 0.1 \text{ g de colas de destilación}$$

Masa de etanol en colas

$$(382.56 \pm 0.01 \text{ g}) - (288.48 \pm 0.02 \text{ g}) = 94.08 \pm 0.02 \text{ g de etanol}$$

- **Cálculos para el balance de masa de la filtración y neutralización del hidrolizado de harina de pulpa de café**

$$\text{Masa de suspensión de harina de pulpa de café y } H_2SO_4 \text{ 6\%} \left(\frac{m}{m}\right) = 300.0 \pm 0.1 \text{ g suspensión}$$

Filtración

$$\text{Masa de líquido filtrado} = 160.0 \pm 0.1 \text{ g líquido filtrado}$$

$$\text{Masa de torta no filtrada} = 140.0 \pm 0.1 \text{ g torta}$$

$$\text{Volumen de líquido filtrado} = 150.0 \pm 0.5 \text{ mL}$$

$$\text{Densidad de líquido filtrado} = \frac{160.0 \pm 0.1 \text{ g}}{150.0 \pm 0.5 \text{ mL}} = 1.064 \pm 0.004 \frac{\text{g}}{\text{mL}}$$

$$\text{Humedad absoluta en torta de pulpa de café} = 78.58 \pm 0.01 \%$$

$$\text{Concentración de sacarosa HPLC} = 0.375 \pm 0.001 \frac{\text{g}}{100 \text{ mL}}$$

$$\text{Concentración de glucosa HPLC} = 0.832 \pm 0.001 \frac{\text{g}}{100 \text{ mL}}$$

$$\text{Concentración de fructosa HPLC} = 0.581 \pm 0.001 \frac{\text{g}}{100 \text{ mL}}$$

Con estos datos se determinó la masa de azúcares presentes en el líquido filtrado y en la torta de sólidos filtrados.

Masa de sacarosa en líquido filtrado

$$150.0 \pm 0.5 \text{ mL} \left(\frac{0.375 \text{ g sacarosa}}{100 \text{ mL}} \right) \left(\frac{1}{100} \right) = 0.564 \pm 0.002 \text{ g sacarosa}$$

Masa de glucosa en líquido filtrado

$$150.0 \pm 0.5 \text{ mL} \left(\frac{0.832 \text{ g glucosa}}{100 \text{ mL}} \right) \left(\frac{1}{100} \right) = 1.251 \pm 0.002 \text{ g glucosa}$$

Masa de fructosa en líquido filtrado

$$150.0 \pm 0.5 \text{ mL} \left(\frac{0.581 \text{ g fructosa}}{100 \text{ mL}} \right) \left(\frac{1}{100} \right) = 0.873 \pm 0.002 \text{ g fructosa}$$

Se determinó la fracción azúcares presentes en el líquido filtrado:

$$\begin{aligned} \text{Fracción de sacarosa en la suspensión} &= \left(\frac{0.564 \pm 0.002 \text{ g sacarosa}}{160.0 \pm 0.1 \text{ g líquido}} \right) \times 100 \\ &= 0.352 \pm 0.2 \frac{\text{g sacarosa}}{100 \text{ g líquido filtrado}} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Fracción de glucosa en la suspensión} &= \left(\frac{1.251 \pm 0.002 \text{ g glucosa}}{160.0 \pm 0.1 \text{ g líquido}} \right) \times 100 \\ &= 0.782 \pm 0.2 \frac{\text{g glucosa}}{100 \text{ g líquido filtrado}} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Fracción de fructosa en la suspensión} &= \left(\frac{0.873 \pm 0.002 \text{ g fructosa}}{160.0 \pm 0.1 \text{ g líquido}} \right) \times 100 \\ &= 0.546 \pm 0.2 \frac{\text{g fructosa}}{100 \text{ g líquido filtrado}} \end{aligned}$$

Para determinar la masa de azúcares presentes en la torta de sólidos filtrados, primero se determinó la cantidad de líquido presente en dicha torta utilizando la humedad absoluta.

Masa de líquido presente en la torta

$$140.0 \pm 0.1 \text{ g torta} \left(0.7858 \pm 0.0001 \frac{\text{g humedad}}{\text{g torta}} \right) = 110 \pm 0.1 \text{ g líquido en torta}$$

Volumen de líquido presente en la torta

$$110 \pm 0.1 \text{ g líquido en torta} \left(\frac{1 \text{ mL}}{1.064 \pm 0.004 \text{ g}} \right) = 103.4 \pm 0.4 \text{ mL}$$

Masa de sacarosa en torta

$$103.4 \pm 0.4 \text{ mL} \left(\frac{0.375 \text{ g sacarosa}}{100 \text{ mL}} \right) \left(\frac{1}{100} \right) = 0.388 \pm 0.002 \text{ g sacarosa}$$

Masa de glucosa en torta

$$103.4 \pm 0.4 \text{ mL} \left(\frac{0.832 \text{ g glucosa}}{100 \text{ mL}} \right) \left(\frac{1}{100} \right) = 0.860 \pm 0.002 \text{ g glucosa}$$

Masa de fructosa en torta

$$103.4 \pm 0.4 \text{ mL} \left(\frac{0.581 \text{ g fructosa}}{100 \text{ mL}} \right) \left(\frac{1}{100} \right) = 0.601 \pm 0.002 \text{ g fructosa}$$

Se determinó la fracción azúcares presentes en la torta de sólidos:

$$\begin{aligned} \text{Fracción de sacarosa en la torta} &= \left(\frac{0.388 \pm 0.002 \text{ g sacarosa}}{140.0 \pm 0.1 \text{ g torta}} \right) \times 100 \\ &= 0.277 \pm 0.2 \frac{\text{g sacarosa}}{100 \text{ g torta}} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Fracción de glucosa en la torta} &= \left(\frac{0.860 \pm 0.002 \text{ g glucosa}}{140.0 \pm 0.1 \text{ g torta}} \right) \times 100 \\ &= 0.614 \pm 0.2 \frac{\text{g glucosa}}{100 \text{ g torta}} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Fracción de fructosa en la torta} &= \left(\frac{0.601 \pm 0.002 \text{ g fructosa}}{140.0 \pm 0.1 \text{ g torta}} \right) \times 100 \\ &= 0.429 \pm 0.2 \frac{\text{g fructosa}}{100 \text{ g torta}} \end{aligned}$$

Se determinó la cantidad total de azúcares presentes en la suspensión de harina de pulpa de café, sumando los valores calculados en el líquido filtrado y en la torta de sólidos.

$$\begin{aligned} \text{Masa de sacarosa en la suspensión} &= (0.564 \pm 0.002 + 0.388 \pm 0.002) \\ &= 0.951 \pm 0.002 \text{ g sacarosa} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Masa de glucosa en la suspensión} &= (1.251 \pm 0.002 + 0.860 \pm 0.002) \\ &= 2.111 \pm 0.002 \text{ g glucosa} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Masa de fructosa en la suspensión} &= (0.873 \pm 0.002 + 0.601 \pm 0.002) \\ &= 1.474 \pm 0.002 \text{ g fructosa} \end{aligned}$$

Con estos datos se determinó la fracción de cada azúcar en la suspensión total:

$$\begin{aligned} \text{Fracción de sacarosa en la suspensión} &= \left(\frac{0.951 \pm 0.002 \text{ g sacarosa}}{300.0 \pm 0.1 \text{ g suspensión}} \right) \times 100 \\ &= 0.317 \pm 0.2 \frac{\text{g sacarosa}}{100 \text{ g suspensión}} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Fracción de glucosa en la suspensión} &= \left(\frac{2.111 \pm 0.002 \text{ g glucosa}}{300.0 \pm 0.1 \text{ g suspensión}} \right) \times 100 \\ &= 0.704 \pm 0.2 \frac{\text{g glucosa}}{100 \text{ g suspensión}} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Fracción de fructosa en la suspensión} &= \left(\frac{1.474 \pm 0.002 \text{ g fructosa}}{300.0 \pm 0.1 \text{ g suspensión}} \right) \times 100 \\ &= 0.491 \pm 0.2 \frac{\text{g fructosa}}{100 \text{ g suspensión}} \end{aligned}$$

Se utilizó el mismo procedimiento para los cálculos de la filtración que se hizo posterior a la neutralización del ácido sulfúrico. Estos resultados se resumen en el Cuadro 49 de la sección de Datos Calculados.

- **Cálculos para hidrólisis ácida de 530.52 g de harina de pulpa de café**

Para la experimentación de hidrólisis ácida y fermentación del hidrolizado únicamente se utilizaron 29.99 g de harina de pulpa de café con granulometría menor o igual a 250 μm . Sin embargo, como se puede observar en el Cuadro 37 de datos calculados, se obtuvieron 530.52 g de harina de pulpa de café con la granulometría deseada después de los procesos de molienda y tamizado de la pulpa de café seca.

A continuación, se harán los cálculos respectivos para un balance de masa de la hidrólisis, filtración, neutralización y fermentación de 530.52 g de harina de pulpa de café utilizando las proporciones que se encuentran en los Cuadros 49 y 51 en la sección de datos calculados.

Hidrólisis ácida

$$\begin{aligned} \text{Masa de harina de pulpa de café (granulometría menor o igual a } 250 \mu\text{m)} \\ = 530.52 \pm 0.1 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\text{Masa de solución de } H_2SO_4 \text{ 6.06\%} \left(\frac{m}{m} \right) = 4,775.9 \text{ g}$$

$$\text{Masa de suspensión} = 5,306.42 \pm 0.1 \text{ g}$$

La masa y concentración de esta solución se calcularon de acuerdo con procedimiento descrito anteriormente en la sección de anexos.

A partir de las fracciones másicas de azúcares del Cuadro 51 se calcularon los siguientes resultados:

$$\begin{aligned} \text{Masa de sacarosa} &= 5,306.42 \pm 0.1 \text{ g suspensión} \left(\frac{0.487 \text{ g sacarosa}}{100 \text{ g suspensión}} \right) \left(\frac{1}{100} \right) \\ &= 25.85 \pm 0.02 \text{ g sacarosa} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Masa de glucosa} &= 5,306.42 \pm 0.1 \text{ g suspensión} \left(\frac{0.507 \text{ g sacarosa}}{100 \text{ g suspensión}} \right) \left(\frac{1}{100} \right) \\ &= 26.92 \pm 0.02 \text{ g glucosa} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Masa de fructosa} &= 5,306.42 \pm 0.1 \text{ g suspensión} \left(\frac{0.455 \text{ g sacarosa}}{100 \text{ g suspensión}} \right) \left(\frac{1}{100} \right) \\ &= 24.14 \pm 0.02 \text{ g fructosa} \end{aligned}$$

Estas son las masas de azúcares presentes en la suspensión antes de la hidrólisis ácida. Se utilizó el mismo procedimiento, con los valores respectivos del cuadro 49 para calcular la masa de azúcares en la suspensión, después de la hidrólisis ácida, la masa de azúcares en el líquido filtrado y en la torta de pulpa de café, después del proceso de filtrado.

Masa de azúcares en suspensión, después de la hidrólisis ácida

$$\text{Masa de sacarosa} = 16.83 \pm 0.02 \text{ g sacarosa}$$

$$\text{Masa de glucosa} = 37.34 \pm 0.02 \text{ g glucosa}$$

$$\text{Masa de fructosa} = 26.07 \pm 0.02 \text{ g fructosa}$$

Filtración

Las masas del líquido filtrado y la torta sólido se calcularon con los datos del Cuadro 48:

$$\begin{aligned} \text{Masa de líquido filtrado} &= 5,306.42 \\ &\pm 0.1 \text{ g suspensión} \left(\frac{0.5333 \pm 0.0005 \text{ g líquido filtrado}}{1 \text{ g suspensión}} \right) \\ &= 2,988.90 \pm 0.1 \text{ g líquido filtrado} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Masa de torta} &= 5,306.42 \\ &\pm 0.1 \text{ g suspensión} \left(\frac{0.4667 \pm 0.0005 \text{ g líquido filtrado}}{1 \text{ g suspensión}} \right) \\ &= 2,317.52 \pm 0.1 \text{ g torta} \end{aligned}$$

A partir de las fracciones másicas de azúcares del Cuadro 49 se calcularon los siguientes resultados:

Masa de azúcares en líquido filtrado

$$\text{Masa de sacarosa} = 10.53 \pm 0.02 \text{ g sacarosa}$$

$$\text{Masa de glucosa} = 23.37 \pm 0.02 \text{ g glucosa}$$

$$\text{Masa de fructosa} = 16.32 \pm 0.02 \text{ g fructosa}$$

Masa de azúcares en torta

Masa de sacarosa = 6.30 ± 0.02 g sacarosa

Masa de glucosa = 13.97 ± 0.02 g glucosa

Masa de fructosa = 9.76 ± 0.02 g fructosa

Neutralización y filtración de la suspensión neutralizada

De acuerdo con los cálculos para la neutralización en la sección de anexos:

Masa de Ca(OH)₂ utilizada para neutralización

$$\begin{aligned} 2,988.90 \pm 0.1 \text{ g líquido hidrolizado} & \left(\frac{26.9059 \text{ g Ca(OH)}_2}{1 \text{ kg líquido hidrolizado}} \right) \left(\frac{1 \text{ kg}}{1000 \text{ g}} \right) \\ & = 80.42 \pm 0.1 \text{ g Ca(OH)}_2 \end{aligned}$$

Masa de suspensión neutralizada

$$\begin{aligned} (2,988.90 \pm 0.1) \text{ g líquido hidrolizado} & + (80.42 \pm 0.1) \text{ g Ca(OH)}_2 \\ & = 3,069.32 \text{ g} \pm 0.2 \text{ suspensión neutralizada} \end{aligned}$$

La masa de azúcares presentes en esta suspensión es igual a la masa de azúcares presentes en el líquido filtrado, que ya fueron calculadas.

Las masas del líquido filtrado y la torta sólido se calcularon con los datos del Cuadro 51:

Masa de líquido filtrado

$$\begin{aligned} & = 3,069.32 \text{ g} \\ & \pm 0.2 \text{ suspensión} \left(\frac{0.9547 \pm 0.0005 \text{ g líquido filtrado}}{1 \text{ g suspensión}} \right) \\ & = 2,930.28 \pm 0.1 \text{ g líquido filtrado} \end{aligned}$$

Masa de torta

$$\begin{aligned} & = 3,069.32 \text{ g} \\ & \pm 0.2 \text{ suspensión} \left(\frac{0.0453 \pm 0.0005 \text{ g líquido filtrado}}{1 \text{ g suspensión}} \right) \\ & = 139.04 \pm 0.1 \text{ g torta} \end{aligned}$$

A partir de las fracciones máscas de azúcares del Cuadro 51 se calcularon los siguientes resultados:

Masa de azúcares en líquido filtrado

Masa de sacarosa = 10.32 ± 0.02 g sacarosa

Masa de glucosa = 22.91 ± 0.02 g glucosa

Masa de fructosa = 16.00 ± 0.02 g fructosa

Masa de azúcares en torta

Masa de sacarosa = 0.21 ± 0.02 g sacarosa

Masa de glucosa = 0.46 ± 0.02 g glucosa

Masa de fructosa = 0.32 ± 0.02 g fructosa

- **Cálculo de muestra de propagación de error de una suma o resta de datos**

Masa de levadura = (0.0129 ± 0.0001 g) – (0.0079 ± 0.0001 g) = 0.005

$$\text{Propagación de error} = \sqrt{(0.0001)^2 + (0.0001)^2} = \pm 0.0002$$

Masa de levadura = 0.005 ± 0.0002 g

- **Cálculo de muestra de propagación de error de una multiplicación o división de datos**

Masa de torta no filtrada = 140.0 ± 0.1 g torta

Volumen de líquido filtrado = 150.0 ± 0.5 mL

$$\text{Densidad de líquido filtrado} = \frac{160.0 \pm 0.1 \text{ g}}{150.0 \pm 0.5 \text{ mL}} = 1.064$$

$$\text{Propagación de error} = 1.064 * \sqrt{\left(\frac{0.1 \text{ g}}{160 \text{ g}}\right)^2 + \left(\frac{0.5 \text{ mL}}{150 \text{ mL}}\right)^2} = \pm 0.004 \frac{\text{g}}{\text{mL}}$$

Densidad de líquido filtrado = 1.064 ± 0.004 $\frac{\text{g}}{\text{mL}}$

XIII. GLOSARIO

1. Beneficio húmedo de café: proceso, por vía húmeda, de transformación del grano de café cereza en café pergamino seco. En este proceso se separan las partes del fruto y luego se seca el grano para su conservación. El proceso de beneficio por vía húmeda consiste de cinco etapas: la recolección del café cereza, el despulpado, la remoción del mucílago, el lavado y el secado.
2. Despulpado: proceso del beneficio húmedo en el que el café cereza es transportado, por una corriente de agua a través de una canaleta, hacia una máquina despulpadora, que separa la pulpa o cáscara del fruto de café. El proceso de despulpado se puede llevar a cabo por despulpadoras manuales o despulpadoras automáticas eléctricas que están conectadas a un motor.
3. Mucílago: capa vegetal gelatinosa que recubre la semilla de café.
4. Remoción del mucílago: proceso de fermentación natural que se realiza en la mayoría de los beneficios húmedos para degradar la capa de mucilago, mediante la acción de enzimas y microorganismos propias del grano, lo suficiente para que se pueda desprender fácilmente del grano de café por medio de un lavado con agua.
5. Asociación Nacional del Café (ANACAFÉ): es una institución privada, de servicio público, que tiene como principal objetivo fortalecer la economía nacional a través de la producción y exportación de café, representar al sector caficultor de Guatemala, promover los cafés de Guatemala, etc.
6. Hidrólisis ácida: es un proceso en el que un ácido se utiliza como catalizador para la separación de un enlace químico a través de una reacción de sustitución nucleofílica, con la adición de agua. Un ejemplo de este tipo de reacción es la conversión de celulosa o de almidón en glucosa.
7. Biomasa lignocelulósica: término que se refiere a la biomasa compuesta por polímeros de carbohidratos (como hemicelulosa y celulosa) y un polímero aromático (lignina).
8. Lignina: es un biopolímero aromático complejo de gran peso molecular y se forma por la polimerización de radicales alcoholes p-hydroxycinnamyl. El término lignina no se refiere a un compuesto específico, sino que es un término colectivo que agrupa a una serie de polímeros grandes con estructuras similares.
9. Hemicelulosa: polímero ramificado compuesto por heteropolímeros lineales y ramificadas de pentosas (como xilosa y arabinosa) y hexosas (manosa, glucosa y galactosa).
10. Celulosa: es un polisacárido formado por 1,800-3,000 unidades de glucosa unidas unas a otras. La celulosa puede llegar a tener un peso molecular con un rango entre 300,000 – 500,000 g/mol. La celulosa es uno de los tres principales componentes estructurales de la membrana celular de las plantas. Es el compuesto orgánico de origen natural más abundante en el planeta tierra.
11. Fermentación alcohólica: es una reacción biológica que permite degradar azúcares en alcohol y dióxido de carbono. La fermentación alcohólica tiene una serie de

reacciones enzimáticas diferente. Los microorganismos responsables de esta transformación son las levaduras. La cepa *Saccharomyces cerevisiae*, es la especie de levadura más utilizada para la fermentación alcohólica.

12. Glicólisis: vía anaeróbica que convierte la glucosa, a través de varios pasos, en ácido pirúvico, como compuesto intermedio. La glucólisis proporciona un medio importante para sintetizar ATP en ausencia de oxígeno. Después de varias reacciones enzimáticas se logra la degradación o fermentación de la glucosa a dos moléculas de piruvato, que es un metabolito fundamental para el metabolismo y el procesamiento de nutrientes de los microorganismos. El piruvato puede ser fermentado, bajo condiciones anaeróbicas, a ácido láctico, etanol, ácido acético, acetona, butanol u otros productos o puede oxidarse, bajo condiciones aeróbicas, a CO₂ y NADH por medio del ciclo de Krebs.
13. Catabolismo: es el proceso intracelular en el que se degradan compuestos orgánicos a productos más pequeños y simples, por ejemplo, la degradación de glucosa a dióxido de carbono y agua. Este proceso produce energía para la célula.
14. Anabolismo: es la síntesis de compuestos complejos a partir de compuestos simples, por ejemplo, la síntesis de glicógeno a partir de glucosa. Este proceso consume energía.
15. Levaduras: son una especie de hongo. Los hongos son plantas que no contienen clorofilas y por lo tanto no son organismos autótrofos, es decir, que no puede sintetizar su propia fuente de energía. Son organismos unicelulares que tienen una forma esférica u ovoide. Su tamaño es de 1-5 μm de ancho y 5-30 μm de largo.
16. Esterilización: proceso utilizado para eliminar todos los microorganismos vivos que se encuentran en el medio y el recipiente de cultivo. El método más común de esterilización es por vapor a alta presión dentro de una autoclave.
17. Inoculación: es el sembrado de un material microbiológico (inóculo) en el medio de cultivo esterilizado. El inóculo se puede introducir de diferentes formas al medio de cultivo.
18. Fermentador de tanque agitado (STR): es un equipo, que opera de forma discontinua, en el cual ocurren transformaciones bioquímicas causadas por la acción de enzimas o células vivas.
19. Destilación: es un método para separar los componentes de una solución; depende de la distribución de las sustancias entre una fase gaseosa y una líquida, y se aplica a los casos en que todos los componentes están presentes en las dos fases. Al aplicar calor a una solución líquida con dos componentes con una volatilidad similar, es posible evaporar parcialmente la solución y crear una fase gaseosa con una concentración mayor, del líquido más volátil, que la solución inicial. Debido a que la fase gaseosa es más rica en el líquido más volátil que el líquido residual, se logra cierto grado de separación.
20. Volatilidad relativa: es una medida numérica de esta diferencia entre las composiciones de las fases gaseosa y líquida, y su valor es una medida de la posibilidad de separación de los dos compuestos estudiados por medio de una destilación.

21. Azeótropo: mezcla con concentraciones iguales en la fase líquida y la fase gaseosa, con punto de ebullición constante. Este tipo de soluciones no pueden separarse por completo mediante los métodos ordinarios de destilación a una presión determinada.
22. Fraccionamiento o rectificación: es una operación de destilación a contracorriente en varias etapas. Por lo general, es posible separar los componentes de una solución binaria por medio de este método y recuperar cada componente en el estado de pureza que se desee.
23. Reflujo: líquido devuelto a la parte superior de la torre en la operación de rectificación. se llama reflujo y la mezcla que se elimina permanentemente es el destilado.
24. Destilado: mezcla que se elimina permanentemente del equipo de rectificación.
25. Residuo o colas: líquido eliminado que está enriquecido con el componente menos volátil.
26. Calderín: intercambiador de calor que proporcionar el calor necesario para elevar la temperatura de la mezcla binaria que se va a destilar.
27. Destilación discontinua: