

**Generación de biogás a partir de lixiviados de la pulpa del café provenientes del
municipio de Jericó con potencial aplicación como combustible doméstico**

Leidy Johana Marín Echeverri

Quim MSc PhD(c) Gloria Maria Doria Herrera

Directora del trabajo de grado

Ing. Biol. MSc Yesid Alexander Sánchez Acosta

Asesor externo del trabajo de grado

Universidad Nacional Abierta y a Distancia UNAD

Escuela de Ciencias Agrícolas, Pecuarias y del Medio Ambiente

Tecnología en saneamiento ambiental

Medellín, Colombia

2020

El mejor soldado jamás ataca. El luchador superior triunfa sin violencia. El conquistador más grande vence sin combate. El director más eficaz dirige sin imponer. A eso se le llama ecuanimidad inteligente; a eso se le llama conocimiento de los hombres.

Tao Te King

Agradecimientos

Expreso mi más sincero agradecimiento a las personas e instituciones que contribuyeron al proceso y conclusión de este trabajo de investigación:

Química y doctora en ingeniería ambiental Gloria María Doria Herrera por brindarme su conocimiento, apoyo incondicional, colaboración, comprensión y acompañamiento durante este proceso de investigación, facilitando los recursos y saberes para un buen aprendizaje.

Ingeniero biológico Yesid Alexander Sánchez Acosta por su acompañamiento, asesoría, paciencia, compromiso, colaboración e incentivador de hacer fructífero y posible resultados positivos del proyecto, contribuyendo de manera satisfactoria a mis conocimientos.

A mi esposo Juan Carlos Madrid y a mi familia (Madre, padre, hermanos, tíos y abuelo) por facilitarme su comprensión y acompañamiento en el desarrollo y ejecución del proyecto.

Al grupo interdisciplinario de estudios moleculares (GIEM) de la universidad de Antioquia (UdeA), por facilitar el acceso a sus laboratorios y especialmente al químico Alejandro Ruiz por compartir y contribuir de manera significativa a mis saberes durante este proceso.

Universidad nacional abierta y a distancia (UNAD) por permitirme el acceso a las instalaciones y contribuir de manera significativa a la ejecución del proyecto.

Universidad de Antioquia por permitir el acceso a las instalaciones, y contribuir de manera significativa a la ejecución del proyecto.

Resumen

En las zonas cafeteras, durante el proceso de transformación y producción de café pergamino se generan gran cantidad de residuos de materia orgánica, que son dispuestos en sitios a cielo abierto generando gases de efecto invernadero, también son arrojados a los cuerpos de agua cercanos sin tratamiento alguno, convirtiéndose en una problemática de contaminación ambiental.

Por otro lado, el biogás es una mezcla de gases producto de la digestión anaerobia en el cual se toma el residuo orgánico y este es transformado por bacterias anaerobias dentro de los productos más significativos del biogás es el metano (CH_4), considerado un combustible renovable. Por esta razón, se planteó la investigación para demostrar la generación de biogás a partir de los subproductos aguas miel y pulpa del café provenientes de la finca Villa Luz del municipio de Jericó, en procesos de digestión anaerobia a escala laboratorio, con miras a potenciar su aplicación como combustible doméstico como alternativa para mitigar los impactos negativos generados por los residuos del café.

Para lograr este propósito, se utilizó un reactor anaerobio de flujo ascendente (UASB) de 35.2 L, operando en modo semi-continuo bajo condiciones mesófilicas. El reactor fue alimentado con una mezcla de lixiviado de pulpa de café (L) y efluente (E) (L: E desde 40:60 a 100:0), aumentando progresivamente la tasa de carga orgánica hasta 2,43 g DQO/L*d para un tiempo de retención de 21 días. El lixiviado, con 15.6 g/L de sólidos volátiles (SV), fue obtenido por pretratamiento biológico y filtración de la pulpa de café. Bajo estas condiciones, el sistema presentó un comportamiento estable con niveles de ácidos grasos volátiles y pH adecuados, permitieron una tasa de producción máxima de

biogás de 45.5 L/d, con fracciones de metano superiores a 53% y una reducción en SV de 82.3%.

Estos resultados demuestran que el aprovechamiento energético de pulpa de café mediante digestión anaerobia es un proceso viable, generando una estrategia de mitigación de impactos ambientales a través del uso de energías renovables.

Palabras claves: Pulpa de café, digestión anaerobia, biogás, metano, reactor UASB.

Abstract

In the Coffe áreas of Colombia, during the process of transformation and production of “Café Pergamino” it generate big amount of organic Residues that are disposed on open-air places, generating greenhouse gases, also are thrown into nearby wather bodies without any treatment, becoming in a big problem of environmental contamination.

On the other hand, the biogas is a mixture of gases resulting from the anaerobic digestion in which the organic residue is taken and is transformed by anaerobic bacteria. Among the most significant biogas products is the methane (CH_4), considered a renewable fuel; for this reason the investigation was raised to demonstrate the generation of Biogas from the by-products of honey waters and coffe Pulp from the Villa Luz farm of municipality of Jerico, in anaerobic digestion processes into a Laboratory scales, with the visión to promoting its application as domestic fuel as an alternative to mitigate the negative impacts generated by the coffe residues.

To achive this purpose, was used an anaerobic up-flow reactor (UASB) of 35,2 L, operating in semi-continuous mode mesophilic conditions. The reactor was fed with a mixture of coffe Pulp leachated (L) and effluent (E) (L: E desde 40:60 a 100:0), lincreasing progressively the rate of organic charge till 2,43 g DQO/L*d, for a retention time of 21 days. The leachate, with 15.6 g/L of volatile solids (SV), was obtained by biological pretreatment and Cofee Pulp filtration. Under these conditions, the system showed an stable behavior with volatile fatty acid leves and adequate PH, what allowed a maximum biogas production rate f 45.5 L/ d, with methane fractions greater than 53% and a reduction on SV of 82.3%.

These results showed that the energy used of coffee Pulp through anaerobic digestion is a viable process, generating a strategy to mitigate the environmental impacts through the use of renewable energy.

Key words: Coffee pulp, anaerobic digestion, biogas, methane, UASB reactor.

Contenido

Introducción	12
Marco teórico y antecedentes	14
2.1 Digestión anaerobia.....	14
2.2 Café en Colombia.....	16
2.3 Pulpa de café	17
2.4 Impacto ambiental de los subproductos del café.....	18
2.5 Marco legal.....	20
2.6 Biogás.....	21
Objetivos	23
3.1 Objetivo General	23
3.2 Objetivos específicos.....	23
Metodología	24
4.1 Localización	24
4.2 Muestreo y preparación de las muestras de pulpa de café.....	25
4.3 Preparación cama de lixiviado	25
4.4 Determinación de sólidos totales, fijos y volátiles	25
4.5 Análisis de demanda química de oxígeno (DQO).....	27
4.6 Análisis de pH.....	28
4.7 Análisis de ácidos grasos volátiles y alcalinidad AGV/ALK.....	28

4.8 Medición del biogás	30
4.9 Condiciones de trabajo del reactor UASB	30
Resultados y análisis de resultados	32
5.1 Sitio de estudio y muestreo	32
5.2 Cama de lixiviado	33
5.3 Caracterización del lixiviado y efluente	35
5.4 Análisis de demanda química de oxígeno (DQO).....	38
5.5 Velocidad de carga orgánica (OLR).....	40
5.6 Análisis de pH del sustrato y el efluente	42
5.7 Análisis de ácidos grasos volátiles (AGV) y alcalinidad (ALK).....	44
5.8 Caracterización del biogás.....	47
Conclusiones	51
Bibliografía... ..	54
Anexos.....	57

Lista de tablas

Tabla 1. Información específica de fechas de los muestreos de pulpa de café para la investigación.....	33
Tabla 2. Resultados de los sólidos totales, volátiles y fijos del sustrato y efluente luego de la digestión anaerobia	36
Tabla 3. Resultados de la demanda química de oxígeno de la semana 2 a la semana 13	40
Tabla 4. Resultados del análisis OLR por semana de monitoreo.....	42
Tabla 5. Resultados del análisis de pH del monitoreo del proceso de digestión anaerobia.....	44
Tabla 6. Resultados del análisis de alcalinidad/ Ácidos Grasos Volátiles en el efluente...47	
Tabla 7. Análisis de las fracciones del biogás y relación de metano producción.....	49

Lista de figuras

Figura 1. Proceso de digestión anaerobia	15
Figura 2. Mapas cafeteros de Colombia y Antioquia	17
Figura 3. Composición del grano de café	18
Figura 4. Finca Villaluz del municipio de Jericó, Ant – zona de muestreo.....	24
Figura 5. Reactor UASB utilizado en el desarrollo de la investigación	31
Figura 6. Punto de recolección de muestra en la zona de despulpe.....	32
Figura 7. Proceso de recirculación del agua en la cama de lixiviación	34
Figura 8. Análisis de solidos Volátiles para el sustrato y el efluente	37
Figura 9. Resultados de análisis de DQO para las muestras analizadas por semana.....	40
Figura 10. Resultado del análisis OLR con relación al porcentaje de remoción por semana de análisis	43
Figura 11. Control de pH del sustrato/efluente por semana de monitoreo	45
Figura 12. Transformaciones químicas que ocurren en la digestión anaerobia.....	46
Figura 13. Grafica control del análisis de Ácidos Grasos Volátiles/ alcalinidad del efluente	48
Figura 14. Análisis de la tasa de metano por semana	50

Introducción

El café es uno de los productos de mayor comercialización en el suroeste de Antioquia - Colombia, constituyendo parte fundamental de la economía y base social de los agricultores de esta zona. Para la obtención de una taza de café, se debe llevar a cabo varios procesos, dentro de los que se destacan: la recolección del grano en cereza despulpe o beneficio y secado de semilla. Específicamente el proceso de despulpe húmedo, se generan subproductos tales como la pulpa 40%, el mucilago 16% y cascarilla o también llamada pergamino 4% (Serna-Jiménez et al. 2018) y consecuentemente generando altos volúmenes de agua propios del proceso.

Según cenicafé (2015) por cada kilogramo de café pergamino seco (cps) se necesitan 40 litros de agua, los cuales poseen alta carga de materia orgánica y que es vertida directamente a los cuerpos hídricos, los sólidos solubles que la componen se propagan rápidamente en el agua, convirtiéndose en un agente contaminante. A esto también se suma la disposición de la pulpa en campos o en sitios a cielo abierto sin ningún tipo de tratamiento, propiciando la producción de gases efecto invernadero aumentando la problemática ambiental.

La digestión anaerobia es un proceso biológico complejo degradativo que con la ausencia de oxígeno y la acción de bacterias, involucra la transformación de la materia orgánica en biogás, el cual está compuesto por metano (CH_4), dióxido de carbono (CO_2), Hidrogeno (H_2), sulfuro de hidrogeno (H_2S), entre otros. También se obtiene otros productos como el digestato (residuo sólido que se obtiene después de pasar por un proceso de digestión anaerobio) y compuestos de degradación compleja (Berm 2003). Los residuos sólidos orgánicos en la primera fase del proceso son la fuente principal de alimento para los

microorganismos, los cuales comienzan su reproducción y crecimiento al ponerse en contacto con la fuente ilimitada de sustrato, siendo limitada por su propia capacidad de crecimiento poblacional (Chinappi Ciccolella, Jerez Carrizo, and Agrícola Trujillo Estado Trujillo 2008).

Teniendo en cuenta lo anterior, el énfasis de este trabajo investigativo y apropiando las tecnologías vistas desde la ingeniería ambiental orientados al aprovechamiento de los residuos agroindustriales, se evalúa la producción de biogás a partir de las aguas miel y pulpa de café, recolectados en la finca villa luz del municipio de Jericó Antioquia, a través de un proceso de fermentación de digestión anaerobia en un sistema piloto a escala laboratorio.

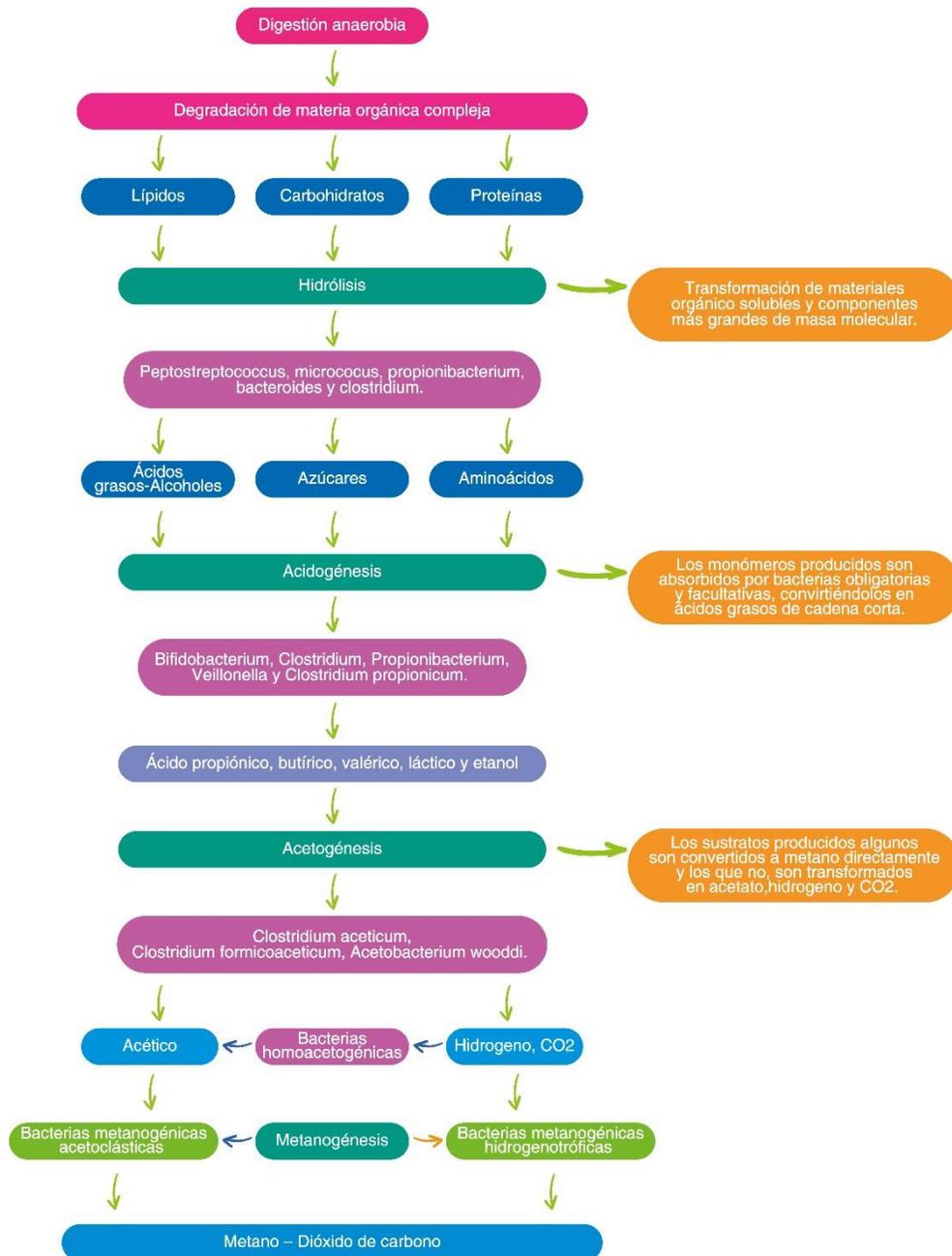
Para determinar las mejores condiciones de operación de los subproductos originados en el proceso de despulpado del café en el sistema de digestión anaerobia en laboratorio, se propuso monitoreo de las variables ácidos grasos volátiles (AGV/ALK), demanda química de oxígeno (DQO), PH y sólidos totales, fijos y volátiles (De Ciencias et al. 2013).

También se tiene en cuenta, la variable respuesta que es la generación de biogás, monitoreado a través de un medidor de gases; y el % metano (CH_4); cuantificado por un equipo analizador de gases. Esto propone entonces que el sustrato utilizado es realmente una buena fuente para la investigación en cuanto a los propósitos esperados y consecuentemente brinda alternativas eficientes de aprovechamiento de estos residuos a los campesinos del municipio de Jericó, que les permita tener opciones de emplear energías limpias en sus hogares a través de la utilización del biogás como combustible doméstico.

Marco teórico y antecedentes

2.1 Digestión anaerobia

La digestión anaerobia es un proceso de bioconversión de residuos orgánicos mediante bacterias y microorganismos, convirtiendo la materia orgánica en productos de aprovechamiento. En la figura 1 se describe el proceso de digestión anaerobia.

Figura 1.*Proceso de digestión anaerobia.*

Fuente: (Dean Sherry and Singh 1983)

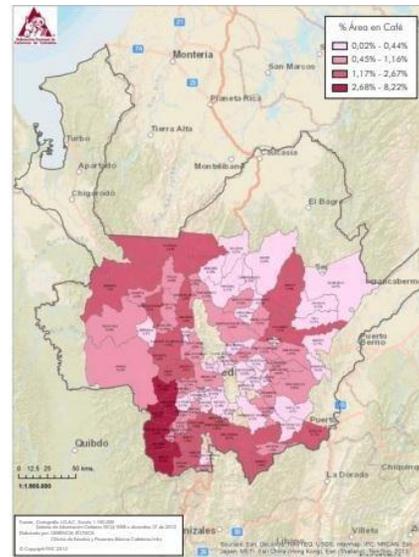
2.2 Café en Colombia

Colombia se identifica por zonas homogéneas en cuanto a las características de relieve, suelo y clima denominadas ecotopos cafeteros, que definen el entorno o el ambiente principal de los sistemas de producción de café (Cenicafé, 2007). Departamentos como Huila, Antioquia, Cundinamarca, Tolima, Quindío, Risaralda y Caldas son los principales productores tal como se evidencia en la figura 2, puntualmente en el departamento de Antioquia considerado el segundo departamento de mayor producción de café con 94 municipios que se dedican a la caficultura de los 125 que lo integran; entre ellos se destacan los municipios ubicados en el sur oeste antioqueño tales como Andes, Concordia, Betania, Ciudad Bolívar, Hispania, Jericó, Valparaíso, entre otros; siendo para estos municipios su principal actividad económica y por ende los focos de mayor producción de este tipo de subproductos agroindustriales (©FNC, 2012).

Estadísticas reportadas por (Serna et al., 2018) se estima que en 2018 se tuvo una producción de 1'188,000 sacos de café pergamino, siendo una fuente significativa para la economía del país. Sin embargo, en las diferentes fases del proceso productivo del grano, se generan alrededor de 784.000 toneladas/año de biomasa residual, llevando consigo una problemática de acumulación de subproductos provenientes de este proceso, la cual conlleva a la generación de nuevas estrategias de mitigación.

Figura 2.

Mapas cafeteros de Colombia y Antioquia.



Mapa cafetero de Colombia

Mapa cafetero de Antioquia

Fuente: Federación Nacional de Cafeteros de Colombia.

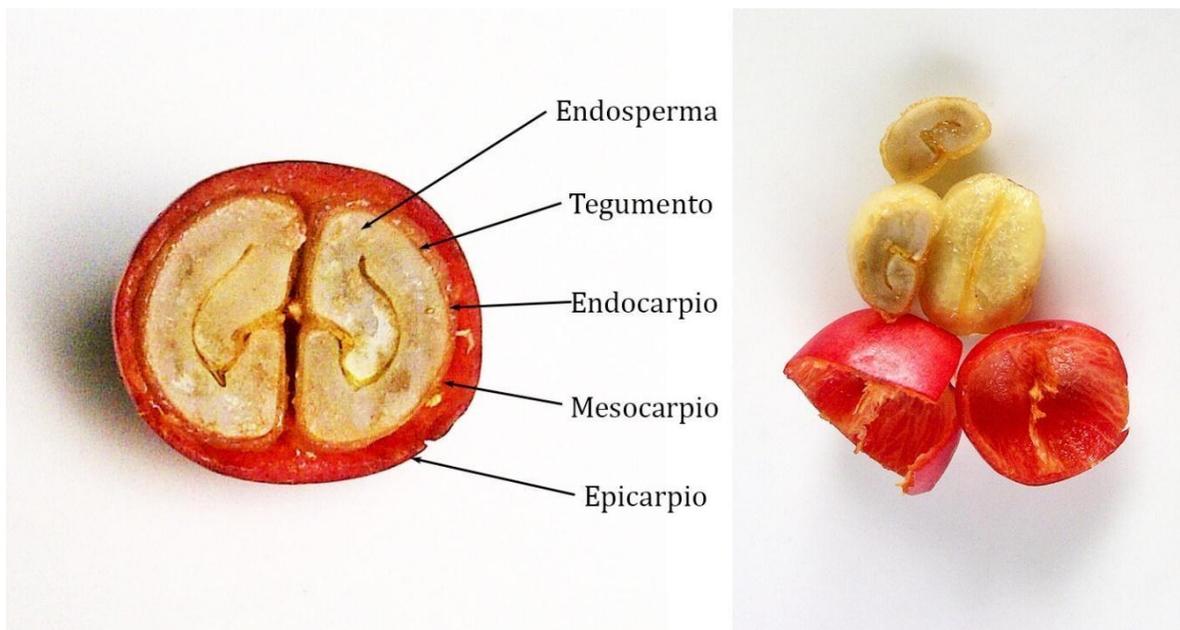
2.3 Pulpa de café

El fruto de café cereza está formado por la cascara (epicarpio), pulpa (mesocarpio), capa de pectina (mucílago), pergamino (endocarpio), piel plateada (tegumento), grano de café (endosperma), siendo residuo las tres primeras menciones como lo especifica (Bressani, 1988). La pulpa y la cascara del café se obtienen a partir del procesamiento del fruto en cereza a través del beneficio seco (sin agua) o beneficio húmedo (con agua) siendo este último el más utilizado en el país; esta a su vez posee una amplia variedad de microorganismos, bacterias, levaduras y hongos, siendo ideal para la producción de enzimas para procesos biológicos, sin embargo, la pulpa en su composición química posee taninos como agente tóxico para algunos microorganismos, pero ellos han desarrollado mecanismos de adaptación para superar los efectos del compuesto (Bhoite and Murthy 2015). La pulpa posee una significativa cantidad de carbohidratos (50%), en el caso del

mucílago, el cual está ubicado entre la pulpa y la cáscara, es considerado un excelente sustrato para hongos y bacterias debido a la cantidad de azúcares, además poseen enzimas pectina- metilesterasa, la cual elimina los grupos metoxilos de la pectina, conservando glicosídico del ácido poligalacturónico (ácido péptico) favoreciendo la fermentación y en el caso de la cáscara también posee altos contenidos de azúcares (Braham & Bressani, 1979; Esquivel & Jiménez, 2012).

Figura 3.

Composición del grano de café.



Fuente: <https://mundocafeto.com/planta/el-cafeto/>

2.4 Impacto ambiental de los subproductos del café

Los impactos ambientales directos e indirectos generados por los residuos del café como son las aguas residuales de beneficio y la pulpa, son en su mayoría dispuestos en áreas cercanas del proceso de transformación del grano de café cereza, convirtiéndose en un foco generador de insectos y malos olores a escala local (Alfaro and Rodríguez 1994). Los

residuos líquidos son altamente contaminantes por sus registros de acidez, contenido de sólidos y Demanda Química de Oxígeno (DQO), lo cual genera graves desequilibrios en el ecosistema receptor y en sus componentes. Según los resultados obtenidos por (Matuk, Puerta, and Rodríguez 2012) en las aguas de lavado por cada Kg de café en baba conlleva la utilidad de 18,5 L de agua, equivalentes a 2500 ppm de demanda química de oxígeno, siendo concentraciones tóxicas para micocrustáceos que se encuentran en el medio, provocando su muerte en muy poco tiempo (Ivonne and Brown 2004). La contaminación que la pulpa y el mucílago producen se debe a que gran parte de su materia orgánica se disuelve o queda en suspensión en las aguas, por lo tanto, el material orgánico disuelto puede retirar o consumir muy rápidamente el oxígeno del agua pura que lo contiene (Cenicafé, 2015). En el caso de los suelos, la pulpa al estar compuesta por fenoles y polifenoles intoxican la mayoría de las especies de artrópodos y microorganismos ya que son sustancias bastantes tóxicas, manifestando entonces, afectaciones a las poblaciones de microflora edáfica, donde los hongos acidófilos son los principales microorganismos que metabolizan todo ese volumen de materia orgánica (Cervantes Beyra et al. 2015).

Sin embargo, la utilización eficiente de los residuos agroindustriales ha estado marcando tendencia en la última década para la generación de nuevos productos ya sean finos o de valor agregado. Gracias a sus características fisicoquímicas de este material se ha utilizado ampliamente en bioprocesos como alternativa para resolver problemas ambientales a través de la producción de abonos orgánicos, biofertilizantes y energías renovables (Pandey et al. 2000). Otra propiedad adicional que posee estos residuos es capacidad para ser buenos sustratos para bacterias tanto aerobias como anaerobias, en este caso particular, hay estudios que corroboran que los subproductos del café propician el crecimiento de bacterias

metanogénicas, tal es el caso de (Battista, et al., 2016) el cual pudo demostrar que haciendo uso de subproductos de café se logró obtener biogás con un contenido de metano de casi 80% v/v en medio básico.

2.5 Marco legal

Los sistemas de producción ecológicos agroindustriales deben de cumplir con algunos requisitos establecidos por el ministerio de ambiente y agricultura para garantizar la sostenibilidad y renovabilidad de los recursos naturales; para ello se tiene en cuenta los capítulos y los artículos establecidos en el decreto colombiano 3930 de 2010 sobre “el uso del agua y vertimiento de los residuos líquidos”. También se menciona la norma técnica colombiana NTC 5167 de 2004 “productos para la industria agrícola. Productos orgánicos usados como abonos o fertilizantes y enmiendas de suelo”, en la cual se hace referencia a conceptos que deben cumplir con parámetros de caracterización y garantía que deben disponer al ser sometidos los productos orgánicos usados como abono o fertilizante y como enmienda del suelo, dentro de estos tenemos:

Abono orgánico: Producto sólido obtenido a partir de la estabilización de residuos de animales, vegetales o residuos sólidos urbanos (separados en la fuente) o mezcla de los anteriores, que contiene porcentajes mínimos de materia orgánica expresada como carbono orgánico oxidable total y los parámetros que se indican. (NTC 5167, 2004, pág. 2).

Abono orgánico mineral sólido: Producto sólido obtenido por mezcla o combinación de abonos minerales y orgánicos de origen animal, vegetal, pedogenético (geológico) o provenientes de lodos de tratamiento de aguas residuales, que contiene porcentajes mínimos de materia orgánica expresada como carbono orgánico oxidable total y de los parámetros que se indican. (NTC 5167, 2004, pág. 3).

Abono orgánico mineral líquido: Producto líquido obtenido por adición de agua a un abono orgánico, orgánico mineral sólido o mezcla de los anteriores, con posterior extracción al que puede o no, añadirse un fertilizante mineral y que cumple con los parámetros que se indican. (NTC 5167, 2004, pág. 4).

Los parámetros para garantizar son: sólidos suspendidos (%), contenido de carbono orgánico oxidable total (g/L), contenido total de nitrógeno (g/L Nt), el nitrógeno se expresará en forma orgánica y mineral, contenido de Potasio (g/l), contenido de fosforo (g/L), contenido de metales pesados (mg/L ppm) (NTC 5167, 2004, pág. 4).

2.6 Biogás

El biogás se define como un estado de la materia en forma gaseosa, el cual se genera a través de procesos biológicos en medios naturales o bajo condiciones específicas anaeróbicas, mediante la acción de microorganismo o bacterias sobre la materia orgánica (Venegas Venegas, Raj Aryal, and Pinto Ruíz 2019)

La calidad del biogás está caracterizada por el contenido de metano (CH_4) que se encuentra en él, el CH_4 debe oscilar entre 55% y 70%, el CO_2 en un 30% y otros gases en porcentajes menores (Severiche & Acevedo, 2013). Los valores anteriores son necesarios para que el biogás pueda ser combustionado a través de una reacción química de oxigenación/oxidación, con un requerimiento mínimo de aire del 21% y la presión entre 7 y 20 mbar. El biogás también comprende una serie de compuestos que se comportan como impurezas: agua, sulfuro de hidrógeno, monóxido de carbono y compuestos orgánicos volátiles como hidrocarburos halogenados, siloxanos, etc. Por tanto, es necesaria la limpieza del combustible, dependiendo del uso final (Dean Sherry and Singh 1983). Las

utilidades que se pueden obtener del biogás son: la producción de vapor o calor (energía térmica), generación de electricidad y combustible para vehículos (FAO, 2011).

En la siguiente tabla se expresa algunas propiedades que comprende el biogás en comparación con otros gases.

Energía equivalente (Valor energético) Biogás

Propiedades	Biogás
Valor Calorífico (Kwh/ m ³)	7.0
Densidad (t/m ³)	1.08
Densidad con respecto al aire	0.81
Límite de explosión (% de gas en el aire)	6 - 12
Temperatura de encendido	687
Máxima velocidad de encendido en el aire (m/s)	0.31
Requerimiento teórico de aire (m ³ /m ³)	6.6

Fuente: (FAO et al. 2011)

Objetivos

3.1 Objetivo General

Evaluar la producción de biogás a partir de subproductos del proceso del café generados en una finca del municipio de Jericó, Antioquia, mediante un sistema de biodigestión anaerobia a escala de laboratorio.

3.2 Objetivos específicos

- ✓ Determinar las mejores condiciones de operación en un reactor UASB usando como sustratos los subproductos originados del proceso de despulpado del fruto del café.
- ✓ Caracterizar los subproductos de café utilizados como sustrato y el biogás generado con potencial de aplicación como combustible doméstico.

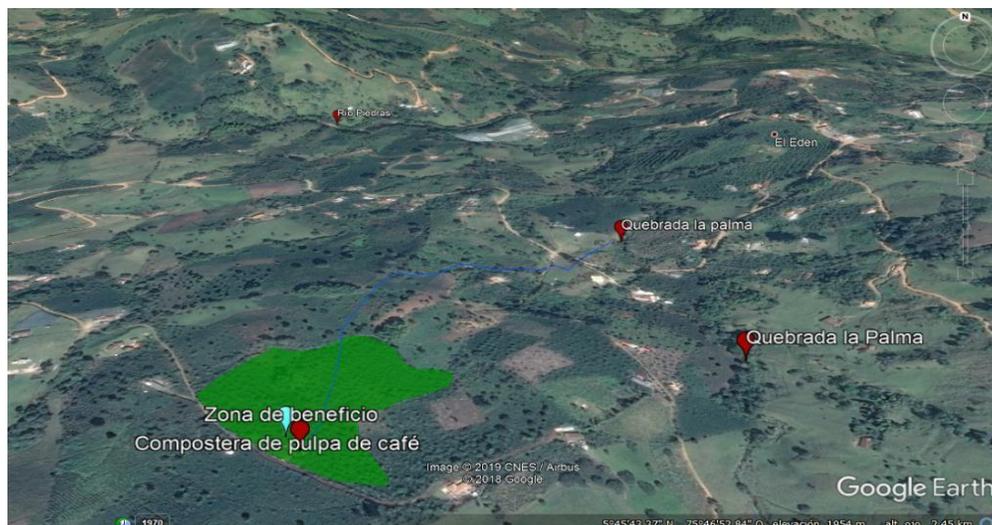
Metodología

4.1 Localización

Para la realización del muestreo requerido para esta investigación se tomó pulpa de café proveniente de la finca Villa luz ubicada en la vereda la Estrella del municipio de Jericó, Antioquia tal como se evidencia en la figura 1. La ubicación geográfica de dicha finca es N 5°45'38'' – W 75°46'58'' a una altitud de 6624.0 FT con una temperatura ambiente de 24°C, dicha información se obtuvo por la App móvil altimeter let¹. La toma de muestra se realizó en el intervalo de tiempo de los meses de septiembre del año 2018 hasta octubre del año 2019. La figura 1 el interés de selección de finca se asocia a la localización geográfica la cual nos brinda más información acerca de los impactos que se generan a los cuerpos de agua y a la atmosfera.

Figura 4.

Finca Villaluz del municipio de Jericó, Ant – zona de muestreo



Fuente: Google Earth

¹Altimeter let es una aplicación móvil descargable gratuitamente de Play store, fue utilizada para georreferenciación del lugar en el que se realizó el muestreo.

4.2 Muestreo y preparación de las muestras de pulpa de café

El muestreo se realizó en la zona de beneficio (despulpado) de la finca villa luz, para ello se aplicó el tipo de muestreo aleatorio simple, con muestra puntual; para la recolección de la muestra se utilizó una caneca de tapa anillada de 20 litros, la cual fue previamente lavada y esterilizada. Para la toma de muestra se realizó un previo tamizaje con la finalidad de eliminar el exceso de agua. Finalmente, la muestra fue sellada y rotulada para ser transportada hasta el laboratorio donde se realizó los respectivos análisis. Luego, para la preservación de la muestra fue transportada en una nevera de icopor con hielo, según el procedimiento de muestreo establecido por el laboratorio (ver anexo 1).

4.3 Preparación cama de lixiviado

Para la preparación de la cama de lixiviado se tomó una caneca de 20 litros de tapa anillada previamente limpia y seca, provisto un fondo falso de plástico resistente, agujereado con la finalidad de favorecer la obtención de lixiviado. Luego, para la preparación de la cama de lixiviado, se tomó una relación 1:1 pulpa de café: agua, de tal manera que el agua lavara o enjuagara la pulpa; el líquido obtenido, se recirculaba dentro del sistema cada dos (2) días, por un periodo de cinco (5) a siete (7) días, obteniendo así un lixiviado cargado con la materia orgánica necesaria para alimentar el reactor.

4.4 Determinación de sólidos totales, fijos y volátiles.

Sólidos totales

Para la determinación de sólidos totales se colocó la cápsula de porcelana previamente lavada y limpia en la estufa a 103 - 105°C por 1 h, pasado este tiempo se dejó enfriar en el

deseCADador hasta equilibrar la temperatura a la ambiental (20 min aprox.) y se pesó en una balanza analítica marca sartorius para la toma del dato de la capsula limpia (**Wc**). Luego, se tomó 30g de material previamente homogenizado de pulpa de café y se transfirió a la capsula (**Wc+m**), y llevados a la estufa por 24 horas en un rango de temperatura entre los 103 - 105°C, enfriar la capsula en un desecador, y, por último, pesar la cápsula de porcelana con la muestra (**W105°c**). La fórmula para la determinación de sólidos totales es:

$$\frac{\text{Peso de la muestra (g)} - \text{Peso de la capsula (g)}}{(\text{W}_{105^\circ\text{C}} - \text{W}_c) \times 100} \times 100 = \frac{\text{Peso de la muestra (g)} - \text{Peso de la capsula (g)}}{(\text{W}_{105^\circ\text{C}} - \text{W}_c)} \times 100 \quad \text{Ecuación 1}$$

Determinación de sólidos fijos y volátiles

Para la determinación de sólidos fijos y volátiles, se tiene en cuenta los pasos desarrollados para la determinación de sólidos totales, sin embargo, para este resultado se procedió a someter el residuo a ignición en la mufla a 550°C durante hora y media.

Después de pasado este tiempo, se dejó enfriar la cápsula parcialmente al aire hasta que la mayor parte del calor se haya disipado y luego se transfirió al desecador para enfriamiento total, finalmente, se pesó la cápsula de porcelana con el residuo (**W550°c**). para la determinación de sólidos fijos y volátiles se muestran en la ecuación 2 y 3.

$$\frac{\text{Peso de la muestra (g)} - \text{Peso de la capsula (g)}}{(\text{W}_{550^\circ\text{C}} - \text{W}_c) \times 100} \times 100 = \frac{\text{Peso de la muestra (g)} - \text{Peso de la capsula (g)}}{(\text{W}_{105^\circ\text{C}} - \text{W}_c)} \times 100 \quad \text{Ecuación 2}$$

$$\frac{\text{Peso de la muestra (g)} - \text{Peso de la capsula (g)}}{(\text{W}_{105^\circ\text{C}} - \text{W}_c) \times 100} \times 100 = \frac{\text{Peso de la muestra (g)} - \text{Peso de la capsula (g)}}{(\text{W}_{105^\circ\text{C}} - \text{W}_c)} \times 100 \quad \text{Ecuación 3}$$

A₁: Valor brindado por el colorímetro

VD: Volumen de dilución

V_m: Volumen de muestra

DQO: Demanda química de oxígeno (ppm)

4.6 Análisis de pH

El análisis de PH fue un parámetro que se midió in-situ. Previamente el pHmetro marca jenway fue calibrado para las respectivas determinaciones.

4.7 Análisis de ácidos grasos volátiles y alcalinidad AGV/ALK

Para la obtención de los resultados de AGV/ALK, se tomó una muestra 500 mL del efluente (producto final del proceso de digestión anaerobia); luego se homogeneizó y se tomó 120 mL de la muestra los cuales fueron centrifugados por 10 minutos. Seguidamente se tomó 50 mL de la muestra y se tituló con ácido sulfúrico (H₂SO₄) estandarizado al 0,173 M. Inmediatamente se procedió la titulación hasta alcanzar un pH de 5,0, luego se registra el dato del volumen consumido del ácido como A1 (ml), se sigue agregando ácido a la muestra hasta obtener un pH de 4,3, se registra de nuevo el volumen consumido como A2 (ml), se agrega un poco más de ácido hasta obtener un pH de 4,0, se registra el volumen consumido como A3 (ml); Repetir el procedimiento acorde a las réplicas requeridas. Para la determinación de la alcalinidad y consecuentemente para determinar los ácidos grasos volátiles se utilizaron la ecuación 8 y la ecuación 9

$$(A_1 + A_2) * H_2SO_4 \text{ mmol/L} * 1000 / SV = ALK \text{ Ecuación 8}$$

Donde

A₁: Volumen de ácido consumido en la primera titulación pH 5,0

A₂: Volumen de ácido consumido en la segunda titulación pH 4,3

H₂SO₄ mmol/L: Concentración de ácido sulfúrico utilizado

SV: Volumen de la muestra

$$131,340 * H_2SO_4 \text{ mmol/L} * (A_2 + A_3) / SV - 3,08 * ALK \text{ mmol/L} - 10,9 = AGV \text{ Ecuación 9}$$

Donde

H₂SO₄ mmol/L: Concentración del ácido sulfúrico utilizado

A₂: Volumen de ácido utilizado en la segunda titulación pH 4,3

A₃: Volumen de ácido utilizado en la tercera titulación pH 4,0

SV: Volumen de la muestra

ALK mmol/L: Resultado de la alcalinidad

La relación ALK/AGV se utiliza como indicador de la estabilidad del proceso dentro del digester, expresando la relación entre los ácidos grasos y la capacidad amortiguadora (alcalinidad), en otras palabras, la cantidad de ácidos en comparación con el carbono orgánico total.

La fórmula para la determinación de esta relación es la ecuación 10

$$\frac{\text{[Diagrama de bloques]}_{\text{[Diagrama de bloques]}}}{\text{[Diagrama de bloques]}_{\text{[Diagrama de bloques]}}} = ALK/AGV \quad \text{Ecuación 10}$$

4.8 Medición del biogás

Se tomó la bolsa de biogás marca Shemi que se encontraba conectada al biodigestor, luego era conectada a un medidor de gas marca Metrex el cual proporcionaba mediciones de volumen en litros y en m³; por medio de un objeto tipo antorcha era combustionado el biogás.

4.9 Condiciones de trabajo del reactor UASB

Para la realización del proceso de digestión anaerobia previsto en esta investigación se utilizó un reactor de segunda generación, denominado reactor anaerobio de flujo ascendente (UASB) con una capacidad de 35,2 L, operado de modo semicontinuo en condiciones mesofílicas; el reactor fue apoyado por una fuerza de trabajo en este caso una bomba peristáltica para su respectiva alimentación tres veces al día promediadas por un temporizador.

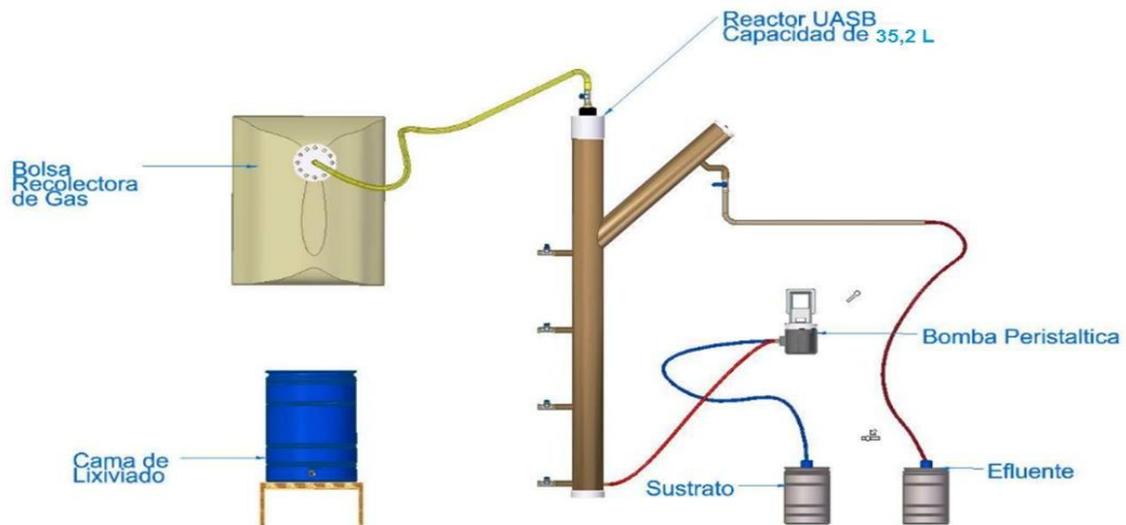
Para alcanzar las condiciones ideales de estabilidad dentro del sistema se comenzó a alimentar con una mezcla de lixiviado de pulpa (L) y efluente (E) hasta llegar al 100% de lixiviado de la pulpa.

El reactor fue monitoreado semanalmente mediante experimentación analítica de ácidos grasos volátiles (AGV), alcalinidad (ALK), demanda química de oxígeno (DQO) y sólidos totales, fijos y volátiles. Para llevar acabo lo anterior, se realizaron muestreos en el punto de entrada (alimento) y en la salida (efluente) del proceso. Para la caracterización del biogás producido, en nuestra investigación se utilizó como variable respuesta, se empleó un

analizador de gases marca Geotech y para medir el volumen del gas producido se utilizó un medidor tradicional marca Metrex. Todos estos parámetros fueron analizados con el propósito de establecer la eficacia del proceso de digestión anaerobia usando como sustrato lixiviados de pulpa de café.

Figura 5.

Reactor UASB utilizado en el desarrollo de la investigación.



Fuente: Los autores

Resultados y análisis de resultados

5.1 Sitio de estudio y muestreo

Las muestras de pulpa de café fueron recolectadas en la finca Villa Luz en la vereda la estrella del municipio de Jericó Antioquia – Colombia. La zona de despulpe de la finca se encuentra ubicado geográficamente a $5^{\circ}45'38''$ N – $75^{\circ}46'58''$ W y a una altitud de 2,022 msnm según la aplicación App móvil altimeter let; el área en que se recolectó la pulpa cuenta con 2,25 m², semicubierto, rodeado de varios insumos de la finca incluyendo agroquímicos, en la figura 6 se encuentra representada el lugar de la muestra para los diferentes muestreos realizados para el proyecto. De igual forma en la tabla 1 se muestra las fechas y las características de cada muestreo realizado, se logró notar en la experimentación que el efecto de la conservación en frío no afectaba las características de la pulpa al momento de realizar pretratamiento de la muestra.

Figura 6.

Punto de recolección de muestra en la zona de despulpe



Fuente: Los autores

Tabla 1.

Información específica de fechas de los muestreos de pulpa de café para la investigación.

N° muestreo	Fecha de muestreo	Tipo de muestreo	Fecha de licuado de la muestra	Conservación de la muestra	Temporada de café
1	22/09/2018	Aleatorio simple	24/09/2018	4°C	Alta producción
2	17/11/2018	Aleatorio simple	20/11/2018	4°C	Alta producción
3	05/05/2019	Aleatorio simple	14/06/2019	°C ambiente	Alta producción
4	03/07/2019	Aleatorio simple	No licuada	°C ambiente	Baja producción
5	13/08/2019	Aleatorio simple	No licuada	°C ambiente	Baja producción
6	09/09/2019	Aleatorio simple	No licuada	°C ambiente	Baja producción
7	01/10/2019	Aleatorio simple	No licuada	°C ambiente	Alta producción

Fuente: Los autores

Finalmente, debido a las características del sitio de muestreo, se usó una estrategia de muestreo aleatorio simple (las muestras se recolectaron en el punto medio entre la salida de la pulpa y el piso), sin necesidad de realizar procesos de licuado para las preparaciones de las camas de lixiviado del sustrato usado para el proceso de digestión; además, con miras de tener la suficiente cantidad de muestra, se utilizaron canecas de tapa anillada de 20 L para la recolección de la pulpa en los muestreos, cabe destacar que la pulpa tenía las variedades de castillo, variedad 2000, caturro y catimor.

5.2 Cama de lixiviado

Debido a las características de la cascara de café, con relación al pH el cual oscila entre 4.27 – 4.40 (Rattan et al., 2015) además, poseen un alto contenido de material lignocelulósico, lo que hace más difícil su solubilización y biodegradación, limitando a su

vez la fase de hidrólisis y fermentación, por ello, se propuso en esta investigación la utilización de camas de lixiviado, este sistema favorece la etapa de la hidrólisis de la pulpa de café con la recirculación del agua en la misma como se observa en la figura 7, pues en este proceso las bacterias fermentativas propician la degradación de moléculas y partículas de alto peso molecular convirtiéndolas en compuestos solubles más sencillos, facilitando de esta manera el proceso de digestión para la aceleración de la actividad metanogénicas.

Figura 7.

Proceso de recirculación del agua en la cama de lixiviación.



Fuente: Los autores

Con el lixiviado generado, este producto es incorporado en el reactor UASB para dar inicio al proceso de digestión anaerobia, es importante conocer las características del material para saber el proceso de transformación del sustrato.

5.3 Caracterización del lixiviado y efluente

El reactor se operó de modo semicontinuo, se monitoreo de forma semanal, teniendo en cuenta el comportamiento del sistema, antes y después de la digestión para conocer el proceso de transformación de la materia orgánica.

Inicialmente se analizó los sólidos totales, volátiles y fijos, al igual que la demanda química de oxígeno (DQO) los cuales mostraron la cantidad de materia orgánica presente tanto en el efluente como en el sustrato, estando directamente relacionados con la materia orgánica transformable en el proceso de biodegradación anaerobia. En la tabla 2, se muestra los valores relacionados con los resultados de los sólidos totales, volátiles y fijos tanto del sustrato como del efluente obtenidos por cada semana de monitoreo del proceso en el sistema biológico. En la primera semana no se realizó análisis de solidos debido a que el reactor estaba en periodo de arranque y optimización, así que la semana 1 no es considerada para el análisis de sólidos.

Tabla 2.

Resultados de los sólidos totales, volátiles y fijos del sustrato y efluente luego de la digestión anaerobia.

Semana	Sustrato			Efluente			% Remoción
	ST	SV	SF	ST	SV	SF	
	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	
2	6.472,67	6.013,33	459,33	5.885,83	1.983,33	3.902,50	67,02
3	8.591,33	7.792,00	799,33	4.694,17	1.558,33	3.135,83	80,00

4	3.932,50	3.607,50	325,00	3.555,00	1.062,50	2.492,50	70,55
5	16.917,33	14.552,67	2.364,67	3.052,50	950,83	2.101,67	93,47
6	14.801,33	10.698,67	4.102,67	2.970,83	955,83	2.015,00	91,07
7	5.243,33	4.823,33	420,00	3.506,67	1.121,67	2.385,00	76,74
8	8.942,50	5.211,67	3.730,83	3.736,67	1.101,67	2.635,00	78,86
9	9.995,00	5.425,00	4.570,00	3.330,00	794,17	2.535,83	85,36
10	13.720,00	9.245,83	4.474,17	3.610,00	786,67	2.823,33	91,49
11	10.743,33	7.374,17	3.369,17	3.857,50	820,83	3.036,67	88,87
12	22.595,00	14.242,50	8.352,50	6.779,17	2.349,17	4.430,00	83,51
13	22.084,17	13.655,83	8.428,33	7.568,33	2.620,00	4.948,33	80,81
14	13.034,17	8.057,50	4.976,67	6.653,33	1.823,33	4.830,00	77,37
15	18.553,33	10.340,67	8.212,67	5.109,33	1.102,67	4.006,67	89,34
16	21.210,00	11.460,00	9.750,00	5.131,33	1.375,33	3.756,00	88,00
17	16.052,00	8.292,00	7.760,00	6.027,33	1.330,67	4.696,67	83,95
18	14.265,33	7.640,67	6.624,67	6.919,33	2.070,00	4.849,33	72,91
19	18.314,00	9835,33	8467,67	10014,67	3749,33	6265,33	61,88

Fuente: Los autores

También se pudo evidenciar, que hay una disminución de los sólidos volátiles conforme al sustrato y al efluente, demostrando que parte de la materia orgánica se ha transformado en el proceso de digestión (Corro et al. 2013).

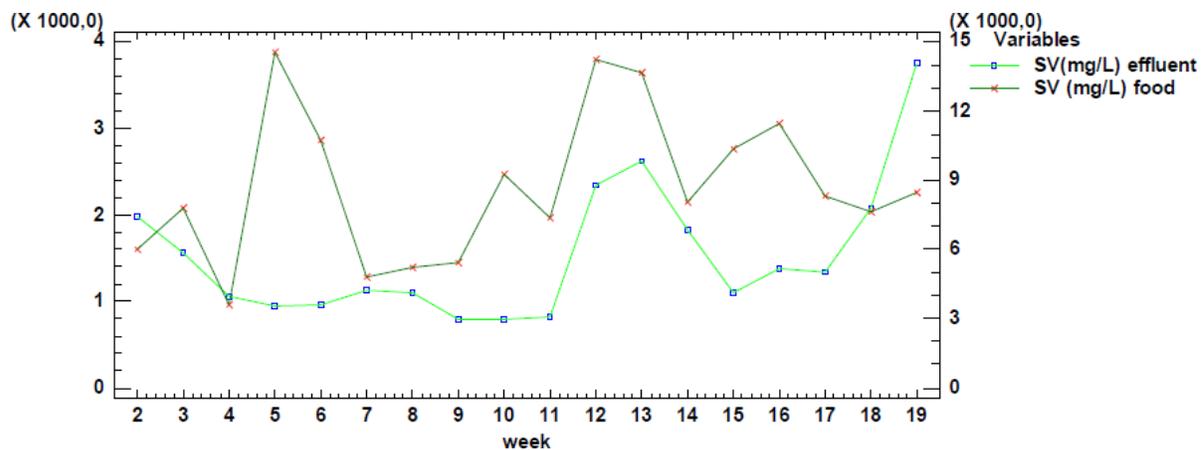
Al revisar con mayor detalle los resultados obtenidos e investigaciones anteriores se puede afirmar que los sólidos volátiles son los que mayormente aportan al desarrollo del proceso de la metanogénesis (Ripley, Boyle & Converse, 1986) (Villa et al. 2019) además, se evidencio que las concentraciones de estos en el efluente fueron mucho menores que las iniciales, esto es reflejado en la remoción de solidos que oscilan entre el 61% y el 91%.

Cabe recordar que las proporciones de sustrato - agua fueron variados en el desarrollo de las semanas: 2-10 se tomó proporciones lixiviado: agua (30:70), dentro de la semana 11 fue 40:60, seguido en la semana 12-14 se usó la proporción 50:50; luego, en la semana 15-16 se cambió a la proporción 70:30, consecutivamente en la semana 17-18 se utilizó la proporción 90:10 y en la etapa final se usó un 100% lixiviado. Un aspecto relevante que destacar, es que hubo un cambio significativo en la última semana de monitoreo, se evidenció un aumento en la proporción de los sólidos volátiles y con un bajo porcentaje de remoción. Esto nos puede dar un inicio de algún cambio en la capacidad del reactor ante la mayor carga orgánica, es decir que el reactor tenga interior solo efluente de pulpa de café dado que existen algunas referencias que permiten suponer que la presencia de algunos fenoles y poliaromáticos propios del sustrato pueden contribuir a la inhibición enzimática del proceso (Bhoite and Murthy 2015).

Debido a la importancia que tiene los sólidos volátiles de digestión anaerobia se realizó un análisis gráfico de la figura 8 en el cual se evidencia el comportamiento de la materia orgánica en las semanas de monitoreo de la reacción, en el cual se pudo notar algunos comportamientos atípicos tal como el mostrado en la semana 5 por ejemplo, donde se evidencia un aumento de la materia orgánica debido a que hay una incursión de nuevas camas de lixiviado, que luego logran su proceso de estabilización.

Figura 8.

Análisis de sólidos Volátiles para el sustrato y el efluente.



Fuente: Los autores

5.4 Análisis de demanda química de oxígeno (DQO)

Seguidamente, se realizaron análisis de DQO desde la semana 2 hasta la semana 13, dado a que hubo algunos inconvenientes experimentales, no se permitió el análisis hasta la semana 19, los resultados son reportados en la figura 9, en la cual se evidencia que los resultados del oxígeno consumido por la materia orgánica en el sustrato son mayores conforme a los valores obtenidos en el efluente, sin embargo, el valor obtenido en la semana 12, del efluente fue mayor que la del sustrato, por lo que es posible que se haya presentado algún error experimental que pudo haber contribuido en dicho resultado. Para efectos concluyentes de este resultado, debió ser necesario el monitoreo completo del parámetro.

Tabla 3.

Resultados de la demanda química de oxígeno de la semana 2 a la semana 13.

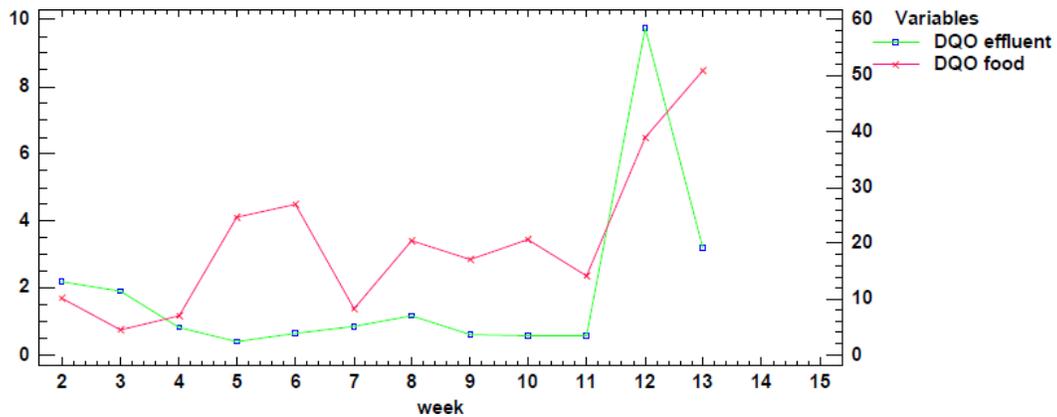
	Alimento	Efluente	%
Semana			Remoción
	DQO (g O ₂ /L)	DQO (g O ₂ /L)	

2	10,20	2,19	78,58
3	4,48	1,89	57,77
4	6,98	0,81	88,47
5	24,70	0,39	98,42
6	27,03	0,65	97,61
7	8,36	0,87	89,59
8	20,43	1,19	94,20
9	17,20	0,62	96,40
10	20,76	0,57	97,25
11	14,08	0,57	95,95
12	38,92	9,72	75,03
13	50,95	3,20	93,72

Fuente: Los autores

Figura 9.

Resultados de análisis de DQO para las muestras analizadas por semana.



Fuente: Los autores.

5.5 Velocidad de carga orgánica (OLR)

Es absolutamente necesario conocer la cantidad de materia orgánica con que se alimenta el reactor y de esta manera asegurar la estabilidad del sistema, se realiza el cálculo de velocidad de carga orgánica, su sigla en inglés Organic Load Rate (OLR) el cual se define como la cantidad de materia orgánica con que se alimenta el reactor, por unidad de tiempo (día) y por unidad de volumen del reactor, además considera que los sólidos volátiles (SV) poseen equivalencia con la materia orgánica contenida en un sustrato (Mahdy et al. 2020). La ecuación para la determinación de la velocidad de carga orgánica es:

$$\text{OLR} = \frac{\text{SV}}{V \cdot t} \quad \text{Ecuación 11}$$

Es importante destacar, que el volumen de trabajo fue constante ($V_w = 35,18 \text{ L}$) en todo el monitoreo de la reacción, los resultados obtenidos de OLR son reportados en la tabla 4, se evidencia que el caudal también fue considerado constante hasta la semana 16, y en las últimas semanas del monitoreo se aumentó el caudal pasando de 1,68 a 2,52 para evidenciar la estabilidad del sistema, la cual fue graficada en la figura 10 donde se analizó el OLR obtenido por semana de monitoreo del reactor, en el cual se evidencia una estabilidad en la velocidad, la cual oscila entre (0,17-0,55), sin embargo, el dato más alto fue al ingresar 100% de lixiviado (0,70) y un bajo porcentaje de remoción (61%) , aspecto que debe ser monitoreado con mayor detalle, ya que entre mayor sea la sobrecarga del reactor (VCO alta) puede producir un exceso de producción de ácidos en las primeras etapas del proceso, lo que puede provocar la inhibición parcial o total de la actividad metanogénicas (Duan et al. 2019)

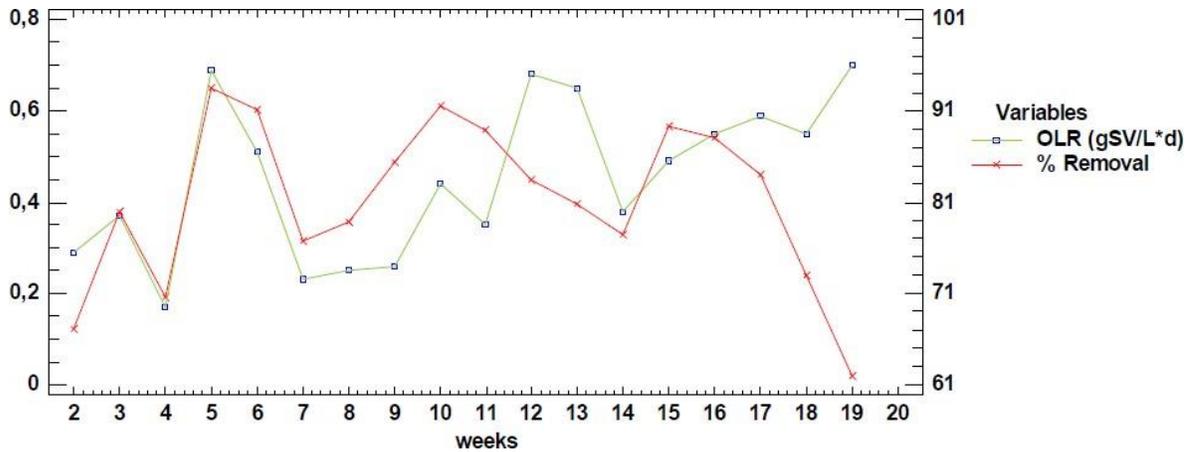
Tabla 4.*Resultados del análisis OLR por semana de monitoreo*

Semana	Qreal (L/d)	OLR (gSV/L*d)
2	1,68	0,29
3	1,68	0,37
4	1,68	0,17
5	1,68	0,69
6	1,68	0,51
7	1,68	0,23
8	1,68	0,25
9	1,68	0,26
10	1,68	0,44
11	1,68	0,35
12	1,68	0,68
13	1,68	0,65
14	1,68	0,38
15	1,68	0,49
16	1,68	0,55
17	2,52	0,59
18	2,52	0,55
19	2,52	0,70

Fuente: Los autores

Figura 10.

Resultado del análisis OLR con relación al porcentaje de remoción por semana de análisis.



Fuente: Los autores

5.6 Análisis de pH del sustrato y el efluente

El análisis de pH de las muestras del sustrato y del efluente del proceso de digestión, nos da cuenta en primera instancia las características del sustrato (lixiviado de café), el cual como se había mencionado anteriormente posee bajos pHs mostrando una significativa oscilación en los valores reportados, al final del proceso (efluente) se evidenció que el pH fue muy cercano a la neutralidad, indicando de forma preliminar que el proceso de la metanogénesis se dio de manera satisfactoria. En la tabla 5, se relaciona los datos obtenidos en el análisis y en la figura 11 la gráfica de control del comportamiento obtenido en el monitoreo de las 19 semanas de análisis es algo a destacar, que, aunque para las últimas tres semanas de análisis se aumentó la carga orgánica (100% lixiviado), el pH se mantuvo en todo el proceso.

Tabla 5.

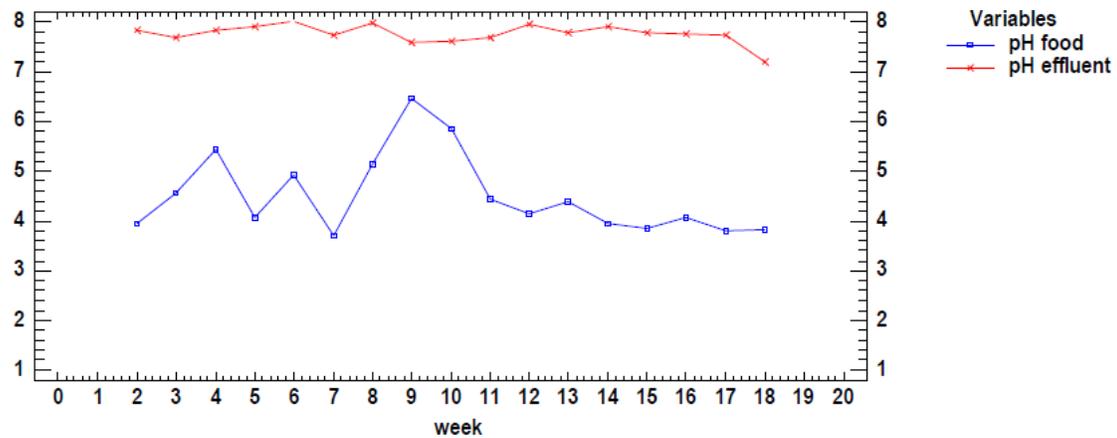
Resultados del análisis de pH del monitoreo del proceso de digestión anaerobia.

Semana	pH inicial	pH final
2	3,95	7,83
3	4,55	7,70
4	5,45	7,83
5	4,06	7,91
6	4,94	8,01
7	3,70	7,74
8	5,15	7,99
9	6,46	7,59
10	5,86	7,61
11	4,45	7,69
12	4,14	7,97
13	4,38	7,79
14	3,96	7,91
15	3,86	7,79
16	4,07	7,77
17	3,80	7,75
18	3,82	7,20
19	4,45	7,69

Fuente: los autores

Figura 11.

Control de pH del sustrato/efluente por semana de monitoreo



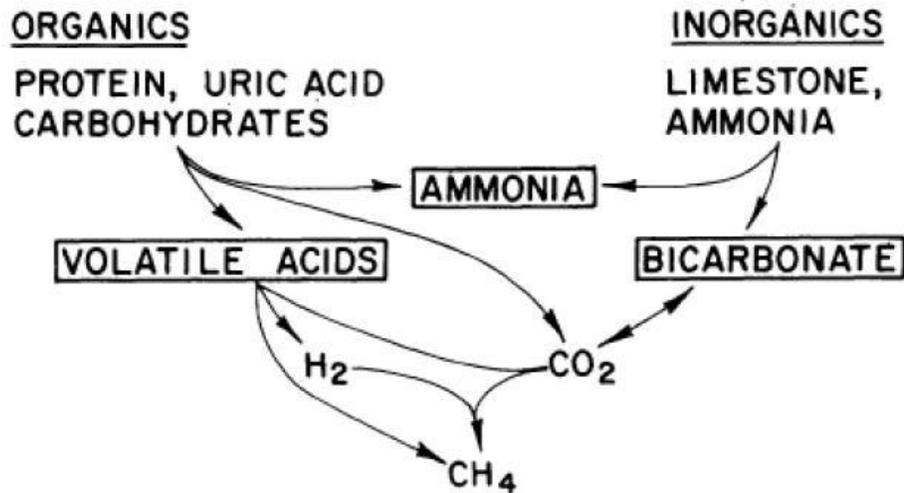
Fuente: Los autores.

5.7 Análisis de ácidos grasos volátiles (AGV) y alcalinidad (ALK)

Existen otros parámetros que permiten conocer lo que sucede al interior del reactor, para lograr esto, se realiza análisis de ácidos grasos volátiles (AGV) y consecuentemente la alcalinidad (ALK), estos parámetros nos dan cuenta de la participación de los tres componentes (amonio, ácidos volátiles y bicarbonatos), indican su participación en la amortiguación del reactor tal como se muestra en la figura 12 (Ripley et al., 1986). Por ello, un indicio de que el proceso de metanogénesis se llevó a cabo de forma satisfactoria es la determinación de los parámetros anteriormente mencionados.

Figura 12.

Transformaciones químicas que ocurren en la digestión anaerobia.



Fuente: (Georgacakis, Sievers, & Iannotti, 1982)

Los resultados del análisis de los ácidos grasos volátiles y de la alcalinidad del efluente se reportan en la tabla 6 y la gráfica control se muestra en la figura 13, dentro de los aspectos más relevantes a destacar del análisis fue que los ácidos grasos volátiles fue muy variado, el cual puede estar asociado a las diferentes proporciones de lixiviado: agua que se realizó entre las semanas de experimentación, sin embargo, la generación de carbonatos relacionados con la amortiguación, no tuvo variaciones significativas, por lo que el sistema en cuanto a la variación de carga orgánica, daba una respuesta positiva ante el cambio, esto se comporta de manera consecuente en la relación AGV/ALK debe estar por debajo de 1, sin embargo, al mirar la última semana de monitoreo (semana 19), se evidenció que el valor de dicha relación aumentó significativamente, este fenómeno se relaciona con perturbaciones de la estabilidad relacionados con su capacidad de amortiguación, por lo que se hace necesario proponer mejoras en el diseño experimental para analizar el comportamiento del reactor con un 100% de lixiviado.

Tabla 6.

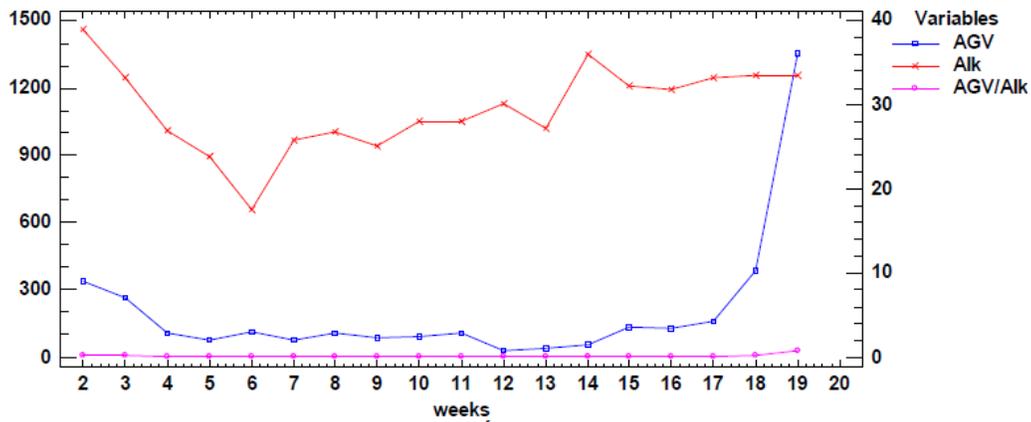
Resultados del análisis de alcalinidad/ Ácidos Grasos Volátiles en el efluente.

Semana	Alk (mmol/L)	AGV (mg/L)	AGV/ALK
2	38,89	336,93	0,17
3	33,27	264,29	0,16
4	26,91	108,55	0,08
5	23,89	77,37	0,06
6	17,62	111,17	0,13
7	25,85	77,02	0,06
8	26,79	109,40	0,08
9	25,11	88,11	0,07
10	27,99	91,18	0,07
11	28,06	108,90	0,08
12	30,17	30,66	0,02
13	27,17	39,91	0,03
14	36,04	57,40	0,03
15	32,27	134,39	0,08
16	31,87	126,88	0,08
17	33,20	157,74	0,09
18	33,47	184,12	0,23
19	33,47	1354,09	0,81

Fuente: Los autores

Figura 13.

Grafica control del análisis de Ácidos Grasos Volátiles/ alcalinidad del efluente.



Fuente: Los autores

5.8 Caracterización del biogás

Para la caracterización del biogás producido se utilizaba un analizador de gases que permitió conocer los porcentajes y concentraciones de los componentes del biogás, sin embargo, como dentro de los objetivos del proyecto era la cantidad de metano generado, los resultados están enfocados en esta determinación, cabe recordar que luego de llenada la bolsa de almacenamiento de gas, se realizaron las respectivas determinaciones.

Los primeros resultados se obtuvieron luego de 4 semanas de digestión, tal como se reporta en la tabla 7; se evidencia que los resultados reportado en las primeras semanas se obtuvieron fracciones de metano en un rango que varía entre el 50% y el 70% siendo valores óptimos para la combustión (Cárdenas et al. 2016) , al relacionarlo con otras referencias usando el mismo sustrato, los resultados se consideran satisfactorios. Luego de pasado las primeras semanas, se realizó la determinación de la tasa de metano generado por

día, la cual se obtuvo en la semana 12, tal como se muestra en la figura 14, la cual se tenía una proporción de lixiviado/agua de 40:60, sin embargo, es importante valorar relación de costos/beneficios que permitan tomar la mejor decisión al momento del montaje de dicho reactor.

Tabla 7.

Análisis de las fracciones del biogás y relación de metano producido.

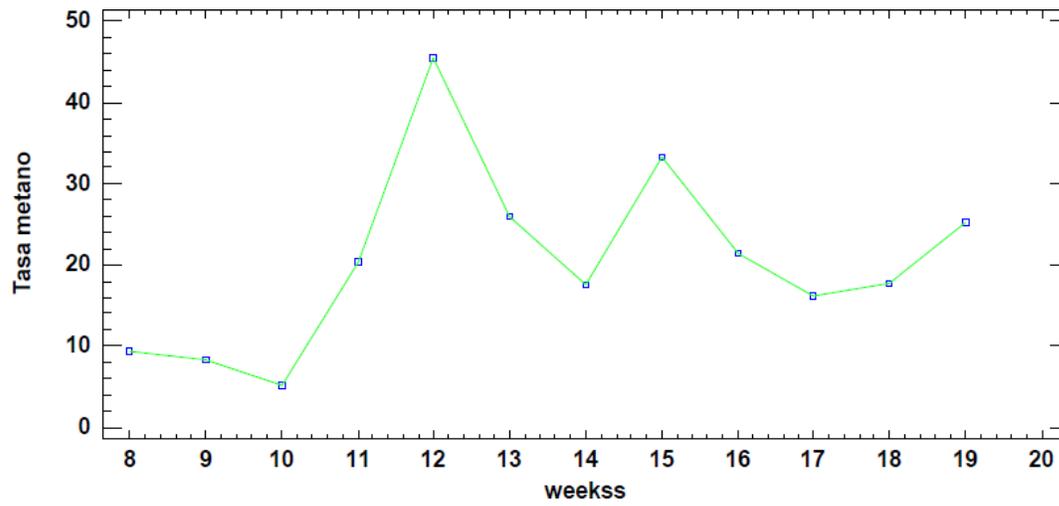
Semana	Fracciones del biogás			Tasa (L/d)
	CH ₄ %	O ₂ %	H ₂ S (ppm)	
4	67,2	0,2	29	
5	66,8	0,2	42	
6	53,7	0,4	25	
7	53,7	0,4	25	
8				9,44
9				8,23
10	58,6	0,2	3	5,23
11				20,33
12				45,50
13	57	0,3	123	26,00
14				17,60
15				33,33
16				21,40
17				16,20

18				17,71
19	70	0,2	25	25,25

Fuente: los autores

Figura 14.

Análisis de la tasa de biogás por semana.



Fuente: Los autores

Conclusiones

A través de esta investigación se demostró que la generación de biogás a partir de la pulpa es posible resolver problemáticas ambientales provocadas por la agroindustria del café; conllevando a la reducción mínima de producción de residuos, implementada través de una economía circular aportando favorablemente a la sostenibilidad.

Estas afirmaciones están soportadas en los promisorios resultados encontrados y ajustes metodológicos encontrados de la investigación, ya que, por las características del sustrato usado y su elevada acidez, se realizó el proceso previo de hidrolisis del sustrato en las denominadas camas de lixiviación previo a la entrada del reactor, esto contribuyó a la estabilización del reactor anaerobio de flujo ascendente (UASB) usado en el desarrollo de la investigación. También, es importante aclarar que dicha investigación, se usó pulpa de café/ agua como único sustrato usado, lo cual se convierte en un valor agregado de la investigación.

Además, se estableció las mejores condiciones de trabajo para el proceso de digestión, teniendo en cuenta las relaciones lixiviado: agua de la siguiente manera: de la semana 2 a la 10 lixiviado: agua (30:70), de la semana 11 fue 40:60, de la semana 12-14 se usó la proporción 50:50, semana 15-16 se cambió a la proporción 70:30, de la semana 17-18 se utilizó la proporción 90:10 y en la etapa final se usó un 100% lixiviado; de estos análisis, se encontró que los sólidos volátiles y el análisis de DQO (indicadores de degradación de la materia orgánica) fue de 14.242,50 mg/L y de 38,92 g O₂/L en la semana 12 respectivamente, demostrado que hubo degradación de materia orgánica; otras variables que dieron cuenta acerca de la estabilidad del proceso fueron las variables pH, velocidad de carga orgánica (OLR) y AGV/ALK, en los cuales se pudo establecer que en el caso del pH

pasó de 4,51 a 7,78, demostrando que al hidrolizar el sustrato previo ingreso al reactor generó las condiciones propicias para que las bacterias metanogénicas pudieran degradar el sustrato; para el caso del análisis de la velocidad de carga orgánica (OLR) se dio una estabilidad de la carga la cual osciló entre (0,17-0,55), sin embargo, al realizar el ensayo con 100% lixiviado disminuyó su tasa de remoción y aumentó la OLR, por lo que se presume que la relación de degradación entrada/salida de materia orgánica por litro/día fue menor a (4,48/1,89) respectivamente, con tan solo el 57% de remoción, atribuyéndose a la inhibición de las bacterias metanogénicas y el proceso de digestión anaeróbica.

Seguidamente, la relación AGV/ALK, dicha relación debe mantenerse en un valor menor a 1, el cual se mantuvo en todas las semanas de monitoreo, sin embargo, al aplicar 100% de lixiviado el valor varió el valor de Ácidos Grasos Volátiles (1354,09 mg/L) y alcalinidad (33,47 mmol/L), es importante destacar el control de dichas variables asegura que se de una generación optima de metano y de bicarbonatos y carbonatos, aseguran el sistema de amortiguación con el dióxido de carbono que ambos casos participan activamente en la producción de metano; luego para el monitoreo de producción de biogás/metano se obtuvo los siguientes resultados: conforme a la tasa de biogás obtenido por semana fue entre (9,44 y 45,50 L/d), los porcentajes de metano oscilaron entre 53,7 y el 70% los cuales demuestran que la tecnología representa un valor significativo dentro de todo el gas obtenido.

Finalmente, la tecnología ejecutada para la evaluación de la producción de biogás a partir de la pulpa de café demostró su viabilidad para ser implementada en actividades domésticas, siendo necesario resaltar, que la pulpa, por sus condiciones y características que la componen posee un pH ácido, por tal motivo, es necesario realizar el proceso del hidrolisis del sustrato en camas de lixiviado, previo a la entrada del reactor, pues esto

contribuirá a la no inhibición del sistema. Además, el reactor anaerobio de flujo ascendente (UASB) funciona adecuadamente con lixiviado de pulpa de café, acomodándose satisfactoriamente a las diferentes reacciones microbiológicas que suceden internamente.

Bibliografía

- Alfaro, María, and Jose J Rodríguez. 1994. "Nota Técnica Impacto Ambiental Del Procesamiento Del Café En Costa Rica." *Agronomía Costarricense* 18 (2): 217–25.
http://www.mag.go.cr/rev_agr/v18n02_217.pdf.
- Berm, Rosa Catalina. 2003. "Biogas de Pulpa de Café." *Tecnología Química XXIII* (1): 39–44.
- Bhoite, Roopali N., and Pushpa S. Murthy. 2015. "Biodegradation of Coffee Pulp Tannin by *Penicillium Verrucosum* for Production of Tannase, Statistical Optimization and Its Application." *Food and Bioproducts Processing* 94 (July): 727–35.
<https://doi.org/10.1016/j.fbp.2014.10.007>.
- Cárdenas, Lina Marcela, Brayan Alexis Parra, Patricia Torres, and Carlos Humberto Vásquez. 2016. "Perspectivas Del Ensayo de Potencial Bioquímico de Metano - PBM Para El Control Del Proceso de Digestión Anaerobia de Residuos Perspectives of Biochemical Methane Potential - BMP Test for Control the Anaerobic Digestion Process of Wastes Perspectivas Do T." *Revista ION* 29 (1): 95–108.
<https://doi.org/10.18273/revion.v29n1-2016008>.
- Cervantes Beyra, Rafael, Iván Castro-Lizazo, María Mesa Pérez, Arturo Ocampo Ramírez, Daybelis Fernández Valdés, and Dayvis Fernández Valdés. 2015. "Efecto de La Pulpa de *Coffea Arabica* L. Sobre La Microflora de Tres Unidades de Suelos." *Revista de Protección Vegetal* 30 (2): 115–22.
- Chinappi Ciccolella, Italia, Alonzo Jerez Carrizo, and Mecanización Agrícola Trujillo Estado Trujillo. 2008. "Biodigestión Anaeróbica de La Pulpa de Café. Propuesta de Saneamiento Ambiental y Ahorro Energético." *Vii* 13 (13): 75–83.

- Ciencias, Profesional De, Físico Matemáticas, Facultad De, Ricardo Romero Loaiza, Renzo Henry, and Mamani Pari. 2013. “A TIEMPO COMPLETO b DOCENTE AUXILIAR A TIEMPO COMPLETO c ESCUELA OBTENCIÓN DE BIOGÁS COMO FUENTE DE ENERGÍA RENOVABLE A PARTIR DE LOS SUBPRODUCTOS DEL CAFÉ ‘OBTAINING OF BIOGAS AS A SOURCE OF RENEWABLE ENERGY FROM THE COFFEE BYPRODUCTS.’” *Rev. Investig. Altoandin* 15: 241–52.
- Corro, Grisel, Umapada Pal, Fortino Bañuelos, and Minerva Rosas. 2013. “Generation of Biogas from Coffee-Pulp and Cow-Dung Co-Digestion: Infrared Studies of Postcombustion Emissions.” *Energy Conversion and Management* 74: 471–81.
<https://doi.org/10.1016/j.enconman.2013.07.017>.
- Dean Sherry, A., and Mangal Singh. 1983. *170 Nuclear Magnetic Resonance Studies of Lanthanide Ion-Proline Complexes. Journal of The Less-Common Metals*. Vol. 94.
[https://doi.org/10.1016/0022-5088\(83\)90035-8](https://doi.org/10.1016/0022-5088(83)90035-8).
- Duan, Na, Duojiao Zhang, Cong Lin, Yifeng Zhang, Lingying Zhao, Hongbin Liu, and Zhidan Liu. 2019. “Effect of Organic Loading Rate on Anaerobic Digestion of Pig Manure: Methane Production, Mass Flow, Reactor Scale and Heating Scenarios.” *Journal of Environmental Management* 231 (July 2018): 646–52.
<https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2018.10.062>.
- FAO, MINENERGIA, PNUD, and GEF. 2011. “Manual Del Biogás.” *Proyecto CHI/00/G32*, 120. <https://doi.org/10.1073/pnas.0703993104>.
- Ivonne, Adis, and Terry Brown. 2004. “Introducción Materiales y Métodos Localización de Los Inóculos y Residuos” XXIV (2): 64–71.
- Mahdy, Ahmed, Shaojie Bi, Yunlong Song, Wei Qiao, and Renjie Dong. 2020. “Overcome Inhibition of Anaerobic Digestion of Chicken Manure under Ammonia-Stressed

- Condition by Lowering the Organic Loading Rate.” *Bioresource Technology Reports* 9 (December 2019): 100359. <https://doi.org/10.1016/j.biteb.2019.100359>.
- Matuk, V, G Puerta, and N Rodríguez. 2012. “Impacto Biológico De Los Efluentes Del Beneficio Humedo Del Café.” *Cenicafé* 48 (4): 234–52. [http://biblioteca.cenicafe.org/bitstream/10778/67/1/arc048\(04\)234-252.pdf](http://biblioteca.cenicafe.org/bitstream/10778/67/1/arc048(04)234-252.pdf).
- Pandey, Ashok, Carlos R. Soccol, Poonam Nigam, Debora Brand, Radjiskumar Mohan, and Sevastianos Roussos. 2000. “Biotechnological Potential of Coffee Pulp and Coffee Husk for Bioprocesses.” *Biochemical Engineering Journal* 6 (2): 153–62. [https://doi.org/10.1016/S1369-703X\(00\)00084-X](https://doi.org/10.1016/S1369-703X(00)00084-X).
- Serna-Jiménez, Johanna Andrea, Laura Sofía Torres-Valenzuela, Katherine Martínez Cortínez, and María Camila Hernández Sandoval. 2018. “Aprovechamiento de La Pulpa de Café Como Alternativa de Valorización de Subproductos.” *Revista Ion, Investigación, Optimización y Nuevos Procesos En Ingeniería* 31 (1): 37–42. <https://doi.org/10.18273/revion.v31n1-2018006>.
- Venegas Venegas, José Apolonio, Deb Raj Aryal, and René Pinto Ruíz. 2019. “Biogás, La Energía Renovable Para El Desarrollo de Granjas Porcícolas En El Estado de Chiapas.” *Análisis Económico* 34 (85): 169–87.
- Rattan, S., Parande, A. K., Nagaraju, V. D., & Ghiwari, G. K. (2015). A comprehensive review on utilization of wastewater from coffee processing. *Environmental Science and Pollution Research*. <https://doi.org/10.1007/s11356-015-4079-5>

ANEXOS

PROTOCOLO # 1

Protocolo de lavado y esterilización de material para procesos anaerobios.

Materiales

- Solución detergente: detergente neutro al 3.5% en agua común.
- Solución de hipoclorito al 1%
- Agua destilada
- Cepillo de botella
- Paños absorbentes
- Autoclave
- Estufa

Procedimiento para lavado y esterilización de material para procesos anaerobios

1. Sumergir el material de vidrio en una solución de hipoclorito al 1% (50 ml de hipoclorito y llevar a 500 ml de agua) en un recipiente o bandeja adecuado para ello por 30 minutos.
2. Descartar la solución de hipoclorito y enjuagar en repetidas ocasiones el material bajo el chorro de agua corriente a presión.
3. Sumergir el material en solución detergente neutro al 3,5% en agua común durante 30 minutos en recipientes o bandejas adecuados para ello.
4. Enjuagar bien con agua común, repitiendo este paso tres veces, seguido por tres enjuagues más con agua destilada para asegurar que no queden residuos de detergente.

5. Descartar el agua en el lavadero y colocar el material sobre paños absorbentes para su secado.
6. Colocar papel karft sobre las bandejas del horno dispuesto para el secado del material y ubicar el material sobre estas para su secado.
7. Encender el horno y colocar las bandejas con el material a secar. Dejarlo durante 1 hora a una temperatura de 30°C.
8. Esterilizar el material en autoclave a una 1 atmosfera de presión durante 15 – 30 minutos.
9. Disponer del material previamente esterilizado para los respectivos procedimientos en laboratorio

PROTOCOLO # 2

RECOLECCIÓN, TRANSPORTE Y CONSERVACIÓN DE MUESTRAS DE AGUAS MIEL Y PULPA DE CAFÉ PARA ANÁLISIS EN LABORATORIO.

Objetivo

Enumerar los diferentes procedimientos para la recolección, transporte y análisis experimentales de muestras de aguas miel y pulpa de café.

Aplicabilidad

Los procedimientos enumerados en el presente documento tienen como campo de aplicación las zonas del proceso de transformación del grano de café, específicamente en el área del despulpe, en donde son depositados los subproductos del grano del café cereza; en este lugar se realizará la recolección de muestras de aguas miel y pulpa de café que serán transportadas al laboratorio para los respectivos análisis y finalidades.

MUESTREO

Tipo de muestreo

1. Muestreo aleatorio simple

Es aquella muestra que es tomada en un tiempo y lugar determinado, para su análisis individual. Deberá recogerse durante la jornada de trabajo de la unidad.

2. Elementos de protección personal para el muestreo

- Gafas traslucidas

- Gorro
- Guantes de nitrilo
- Tapabocas
- Botas de caucho
- Bata de laboratorio
- Camisa de manga larga
- Pantalón largo

Los elementos de protección personal aquí mencionados son necesarios para evitar incidentes, alergias de tipo cutáneo, ocular o respiratorio y también, para que la zona en la que se está haciendo la recolección de la muestra no sea alterada.

3. **materiales para muestreo**

Los materiales mencionados serán requeridos al momento de la recolección de la muestra y transporte de la muestra.

Balde o recipiente plástico de 10 litros

Frasco de polietileno de 1 Lt

Termómetro

Altímetro

pH metro

Colador

Rotulación

Planilla de recolección de datos

4. Procedimiento

Para recolectar la muestra se deben seguir los siguientes pasos:

4.1. En la zona de despulpe, utilizar un recipiente plástico de 10 litros y diámetro de 30 cm, previamente lavado con jabón neutro, luego enjuagar con abundante agua y, por último, dejar secar boca abajo.

4.2. Purgar el balde plástico, colocándolo en la parte media del flujo de los subproductos salientes del despulpado, que, en este caso, es la pulpa mezclada con agua.

4.3. Filtrar con el colador para de separar y retener la pulpa, e inmediatamente depositar la pulpa recolectada al envase de plástico y rotular (Anexo 1)

4.4. En la zona de tratamiento de aguas fermentadas del lavado del café, recolectar en un recipiente plástico el agua fermentada del fondo del primer pozo, la muestra debe contener lodos (muestra puntual).

4.5. Medir pH y temperatura de la muestra obtenida de agua fermentada y diligenciar la planilla de recolección de datos en la zona de muestreo. (Anexo 2).

4.6. Las muestras envasadas se conservarán en una nevera con hielo, a una temperatura de 4°C, así mismo se llevarán a laboratorio.

4.7. Transportar los frascos con las muestras de manera vertical, evitando que se golpeen.

5. Procesamiento y conservación de la muestra en laboratorio

Materiales y equipos

- Bolsas plásticas con cierre hermético
- Balanza
- Licuadora
- Recipiente plástico o de vidrio
- Refrigerador

Procedimiento.

Cuando la muestra de pulpa de café se encuentre en laboratorio se deberá proceder de la siguiente manera:

- 5.1. Descongelar la muestra de pulpa de café en un recipiente con agua al clima, cambiar el agua constantemente para aclimatar las áreas externas del envase con la muestra.
- 5.2. Una vez descongelada la muestra, pesar la cantidad muestra total en una balanza.
- 5.3. Determinar la concentración requerida de muestra de pulpa de café y la concentración necesaria de agua que deberá ser incorporada para componer el sustrato.
- 5.4. Procesar las concentraciones de pulpa de café y agua en una licuadora previamente lavada y desinfectada hasta obtener una mezcla homogénea.
- 5.5. Vaciar el sustrato homogenizado en un recipiente plástico o de vidrio, previamente lavado y desinfectado.
- 5.6. Preparar porciones o alícuotas de muestra representativa del sustrato en bolsas plásticas de cierre hermético por 200 g.

5.7. Conservar y almacenar las alícuotas en un refrigerador a temperatura no mayor de 4°C.

PROTOCOLO # 3.

DETERMINACIÓN DE SÓLIDOS TOTALES, SÓLIDOS FIJOS Y VOLÁTILES EN MUESTRA SÓLIDA Y SEMISÓLIDA DE PULPA DE CAFÉ.

OBJETIVO

Determinar la cantidad de sólidos totales presentes en la muestra sólida y semisólida de la pulpa de café.

INTRODUCCIÓN

La determinación de los sólidos totales (ST) se basa en el peso obtenido de una muestra incorporada en un recipiente tras eliminar toda el agua que la compone a través del sometimiento a evaporación y secado.

Una muestra bien mezclada se evapora en una cápsula de porcelana secada en una estufa a 103 - 105 °C; el incremento de peso de la cápsula vacía representa el residuo total.

Los sólidos fijos y volátiles de los sólidos totales son determinados por ignición de la muestra a 550 °C. Esta determinación ofrece una aproximación de la cantidad de materia orgánica presente en la fracción sólida de los residuos; mientras que pérdida de peso ofrecida obedece a los sólidos volátiles.

PRESERVACIÓN DE LA MUESTRA

La muestra debe transportarse refrigerada al laboratorio a 4°C. Si el análisis no se puede realizar de inmediato se debe almacenar refrigerada por un periodo no superior a siete días.

Antes de realizar el análisis se debe homogenizar la muestra agitándola fuertemente.

MATERIALES Y EQUIPOS

- Cápsulas de porcelana de 100 ml
- Horno/estufa a 103-105°C
- Balanza analítica (+/- 0.00001 g)
- Desecador con sílica gel (gel de sílice) previamente deshidratada
- Pinzas grandes
- Guantes gruesos para tomar materiales calientes
- Muestra de pulpa de café

PROCEDIMIENTO PARA SOLIDOS TOTALES

1. Colocar la cápsula de porcelana previamente lavada y limpia en la estufa a 103 - 105°C por 1 h.
2. Enfriar la cápsula en el desecador hasta equilibrar la temperatura a la ambiental (20 min aprox.) y pesar (**W_c**).
3. Tomar 30g de material homogenizado de pulpa de café y transferirlos a la cápsula (**W_{c+m}**)
4. Mantener durante 24 horas a 103 - 105°C una vez evaporada el agua.
5. Enfriar la cápsula en un desecador
6. Pesar la cápsula de porcelana con la muestra (**W_{105°c}**)

CÁLCULOS Y RESULTADOS PARA SOLIDOS TOTALES

Tabla de registro de datos

		Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3
Peso de la cápsula de porcelana seca (mg)	Wc			
Peso de la muestra (mg)	W(m+c)			
Peso de la cápsula más la muestra (mg)	W105°c			

$$\% \text{ de humedad} = \frac{(W_{105^\circ c} - W_c) * 100}{(W_{(m+c)} - W_c)}$$

SÓLIDOS FIJOS

MATERIALES Y EQUIPOS

- Mufla a 550°C
- Cápsulas de porcelana de 100 ml
- Horno/estufa a 103-105°C
- Balanza analítica (+/- 0.00001 g)
- Desecador con sílica gel (gel de sílice) previamente deshidratada

- Pinzas grandes
- Guantes gruesos para tomar materiales calientes
- Muestra de pulpa de café

PROCEDIMIENTO PARA SOLIDOS FIJOS

1. Colocar una cápsula de porcelana previamente lavada y limpia en una estufa a 103 - 105°C por 1 h.
2. Enfriar la cápsula en el desecador hasta equilibrar la temperatura a la ambiental (20 min aprox.) y pesar (**W_c**).
3. Tomar 30g de material homogenizado de pulpa de café y transferirlos a la cápsula **W(m+c)**.
4. Mantener durante 24 horas entre una temperatura de 103 - 105°C.
5. Someter el residuo a ignición en la mufla a 550°C durante 1 hora y media.
6. Apagar la mufla y dejar enfriar la cápsula parcialmente al aire hasta que la mayor parte del calor se haya disipado y transferirla al desecador para enfriamiento total.
7. Pesar la cápsula de porcelana con el residuo (**W_{550°C}**)

CÁLCULOS Y RESULTADOS PARA SOLIDOS FIJOS

Tabla de registro de datos

		Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3

Peso de la cápsula seca (mg)	W_c			
Peso de la muestra (mg)	W(m+c)			
Peso de la cápsula con el residuo después de calcinar (mg)	W_{550°C}			

$$\% \text{ Sólidos totales} = \frac{(W_{550^\circ\text{C}} - W_c) * 100}{(W_{105^\circ\text{C}} - W_c)}$$

FORMULA PARA DETERMINACIÓN DE SÓLIDOS VOLÁTILES (SV)

$$\% \text{ Sólidos volátiles} = \frac{(W_{105^\circ\text{C}} - W_{550^\circ\text{C}}) * 100}{(W_{105^\circ\text{C}} - W_c)}$$

**DETERMINACIÓN DE SÓLIDOS TOTALES, SÓLIDOS FIJOS Y VOLÁTILES
EN MUESTRA LÍQUIDA DE PULPA DE CAFÉ.**

OBJETIVO

Determinar la cantidad de sólidos totales presentes en la muestra líquida de la pulpa de café.

MATERIALES Y EQUIPOS

- Cápsulas de porcelana de 100 ml
- Horno/estufa a 103-105°C
- Balanza analítica (+/- 0.00001 g)
- Desecador con sílica gel (gel de sílice) previamente deshidratada
- Pinzas grandes
- Pipeta volumétrica de 50 ml
- Guantes gruesos para tomar materiales calientes
- Muestra de pulpa de café

PROCEDIMIENTO PARA SOLIDOS TOTALES

7. Colocar la cápsula de porcelana previamente lavada y limpia en la estufa a 103 - 105°C por 1 h.
8. Enfriar la cápsula en el desecador hasta equilibrar la temperatura a la ambiental (20 min aprox.) y pesar (**Wc**).
9. Tomar 50 ml de material homogenizado líquido de pulpa de café y transferirlos a la cápsula (**Wvol**)
10. Mantener durante 24 horas a 103 - 105°C una vez evaporada el agua.

- Balanza analítica (+/- 0.00001 g)
- Desecador con sílica gel (gel de sílice) previamente deshidratada
- Pinzas grandes
- Pipeta volumétrica de 50 ml
- Guantes gruesos para tomar materiales calientes
- Muestra de pulpa de café

PROCEDIMIENTO PARA SOLIDOS FIJOS

8. Colocar una cápsula de porcelana previamente lavada y limpia en una estufa a 103 - 105°C por 1 h.
9. Enfriar la cápsula en el desecador hasta equilibrar la temperatura a la ambiental (20 min aprox.) y pesar (**W_c**).
- 10.** Tomar 50 ml de material homogenizado líquido de pulpa de café y transferirlos a la cápsula **W_{vol}**).
11. Mantener durante 24 horas entre una temperatura de 103 - 105°C.
12. Someter el residuo a ignición en la mufla a 550°C durante 1 hora y media.
13. Apagar la mufla y dejar enfriar la cápsula parcialmente al aire hasta que la mayor parte del calor se haya disipado y transferirla al desecador para enfriamiento total.
14. Pesar la cápsula de porcelana con el residuo (**W_{550°C}**)

CÁLCULOS Y RESULTADOS PARA SOLIDOS FIJOS

Tabla de registro de datos

		Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3
Peso de la cápsula seca (mg)	Wc			
Peso de la muestra (mg)	W(vol)			
Peso de la cápsula con el residuo después de calcinar (mg)	W550°c			

$$\text{Pérdida por calcinación (mg)} < \% > = \frac{(\text{W} 550^{\circ} \text{c} - \text{Wc})}{(\text{W} \text{vol})} * 1000$$

FORMULA PARA DETERMINACIÓN DE SÓLIDOS VOLÁTILES (SV)

$$\text{Pérdida por volatilización (mg)} < \% > = \frac{\text{W} 105^{\circ} \text{c} - \text{W} 550^{\circ} \text{c}}{(\text{W} \text{vol})} * 1000$$

PROTOCOLO # 4.

DETERMINACIÓN DE LA DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO EN MUESTRAS DE PROCESO ANAEROBIO DE PULPA DE CAFÉ.

OBJETIVO

Determinar la cantidad de oxígeno requerido para oxidar la materia orgánica presente en muestras de alimento, efluente y sustrato del proceso de digestión anaerobio de pulpa de café.

INTRODUCCIÓN

La demanda química de oxígeno (DQO) es utilizada para cuantificar la cantidad de oxígeno requerido para oxidar la materia orgánica presente en un sistema de digestión anaerobia de pulpa de café. Los análisis son realizados a muestras de entrada (alimento), salida (efluente) y sustrato (pulpa de café) en el cual la materia orgánica se oxida a través de reflujo cerrado en una solución de dicromato de potasio ($K_2Cr_2O_7$), bajo condiciones de temperatura y tiempo específicos, los resultados obtenidos de los cálculos de materia orgánica consumida son en oxígeno equivalente ($g\ O_2/Kg$) y ($g\ O_2/L$).

MATERIALES, REACTIVOS Y EQUIPOS

- 3 Beakers
- 2 balones de 100 ml y 200 ml
- 1 pipeta de 25 ml
- 1 pera
- Magneto

- Gradilla
- Paños secos
- Agitador magnético
- Colorímetro (DR/890-Colorimeter)
- Termo reactor (HACH, DRB 200)
- Agua destilada
- Viales $K_2Cr_2O_4$ (Tintometer group)
- Muestra de pulpa de café

PROCEDIMIENTO

1. Agitar 100 ml de muestra de pulpa de café en un Beaker de 600 ml por 5 minutos para su respectiva homogenización.
2. Tomar 25 ml de muestra de pulpa de café y depositarla en los balones volumétricos, luego terminar de diluir con agua destilada sus respectivos volúmenes de 100 ml y 200 ml.
3. Observar las dos diluciones realizadas y elegir la que posee menos concentración de materia orgánica.
4. La dilución elegida debe ser depositada en un Beaker y agitarla, por 5 minutos.
5. Tomar los viales con $K_2Cr_2O_4$ y rotular con el tipo de muestra.
6. Con la micropipeta tomar 200 microlitros de muestra diluida y depositar en cada uno de los viales.
7. Luego los viales deberán ser puestos a digerir en un termo reactor por 2 horas; pasado el tiempo los viales deben ser puestos en una gradilla y dejar enfriar.

8. Estando fríos los viales se debe limpiar la parte externa, con un paño limpio y húmedo con agua destilada.
9. Encender el colorímetro y colocar en la parte correspondiente el vial llamado blanco taparlo y oprimir el botón Zero.
10. Tomar los viales con la muestra y colocar en el lector, luego tapar y oprimir el botón read, se debe realizar con cada uno de los viales digestados.

FORMULA PARA DETERMINAR DQO

$$A_1 * 10 * VD / Vm$$

Donde

A₁: Valor brindado por el colorímetro

VD: Volumen de dilución

SV: Volumen de muestra

PROTOCOLO # 5

DETERMINACIÓN DE ÁCIDOS GRASOS VOLÁTILES Y ALCALINIDAD (AGV/ALK).

OBJETIVO.

Determinar la alcalinidad y la concentración de ácidos grasos volátiles (AGV) mediante el método de titulación con ácido sulfúrico (H_2SO_4) al 0,1073M estandarizado.

INTRODUCCIÓN

El primer indicador medible en un proceso de digestión anaerobio es la concentración de ácidos grasos volátiles y la alcalinidad (AGV/ALK), ya que son procesos analíticos de gran importancia para brindar estabilidad temprana al proceso de degradación que ejercen las bacterias y los microorganismos dentro del sistema, evitando de cierta manera estrés, anomalías o posibles inhibiciones en la etapa de la metanogénesis, caracterizada por ser una de las más vulnerables en el proceso de digestión anaerobia. Por esta razón se realiza una medición a través del método de titulación con ácido sulfúrico a 0,1 M estandarizado, la muestra debe ser calificada en un PH de 5.0 a 4.0 para ser considerada proporcional a los AGV contenidos en la misma.

MATERIALES

6 tubos falcon

1 gradilla

3 Beaker de 50 ml

1 pipeta de 20 ml

1 soporte universal

1 pinza de soporte

1 nuez pequeña

1 bureta de 50 ml

1 magneto

Clínex

Vinipel

Equipos

1 centrifugadora

1 agitador magnético

1 pH metro

Reactivos

- Agua destilada
- Ácido sulfúrico estandarizado al 0,173 M
- Muestra

- Estándar de calibración para pH metro (pH 4 – pH 7)

Procedimiento

- Homogenizar bien la muestra
- Purgar con muestra los tubos falcon, se procede a llenarlos con la misma cantidad de volumen de muestra, luego tapar.
- Someter a centrifugadora los tubos falcon con la muestra durante un tiempo de 10 minutos
- Tomar el soporte universal y poner en la mitad de él la pinza de soporte, y la nuez pequeña un poco más debajo de la mitad del soporte.
- Colocar en la parte inferior del soporte universal el agitador magnético.
- Purgar y llenar la bureta con el ácido sulfúrico (H_2SO_4) estandarizado al 0,173 M hasta obtener un volumen de 50 ml.
- Pasado los 10 minutos de la muestra en la centrifugadora, se procede a apagarla y sacar los tubos con las muestras, luego depositar en un solo Beaker todas muestras. Evitar que el fondo (sólidos o lodos) salga del tubo falcon.
- Tomar 20 ml de muestra con la pipeta y depositarlos a un Beaker.
- Depositar el magneto en el Beaker que contiene los 20 ml de muestra y ponerlo sobre el agitador magnético.
- Tapar el resto de la muestra con vinipel para evitar alteraciones en su composición fisicoquímica.

- Tener calibrado el pH metro y sostenerlo en la nuez pequeña que se encuentra en el punto medio entre la mitad y la parte inferior del soporte universal. (Anexo 1. Como calibrar un pH metro). La punta del electrodo del pH metro deberá estar cubierta con la muestra.
- Se procede a titular la muestra con ácido sulfúrico estandarizado al 0,173 M hasta alcanzar un pH de 5,0, luego se registra el dato del volumen consumido del ácido como A1 (ml), se sigue agregando mas ácido a la muestra hasta obtener un pH de 4,3, se registra de nuevo el volumen consumido como A2 (ml), se agrega un poco mas de ácido hasta obtener un pH de 4,0, se registra el volumen consumido como A3 (ml).
- Por último, desechar el contenido (muestra + ácido) del Beaker.
- Repetir el procedimiento acorde a las réplicas requeridas.

Fórmula para la determinación de alcalinidad (ALK mmol/L)

$$(A_1 + A_2) * H_2SO_4 \text{ mmol/L} * 1000 / SV$$

Donde

A₁: Volumen de ácido consumido en la primera titulación pH 5,0

A₂: Volumen de ácido consumido en la segunda titulación pH 4,3

H₂SO₄ mmol/L: Concentración de ácido sulfúrico utilizado

SV: Volumen de la muestra

Fórmula para la determinación de ácidos grasos volátiles (AGV mg/L)

$$131,340 * H_2SO_4 \text{ mmol/L} * (A_2 + A_3) / SV - 3,08 * ALK \text{ mmol/L} - 10,9$$

Donde

H₂SO₄ mmol/L: Concentración del ácido sulfúrico utilizado

A₂: Volumen de ácido utilizado en la segunda titulación pH 4,3

A₃: Volumen de ácido utilizado en la tercera titulación pH 4,0

SV: Volumen de la muestra

ALK mmol/L: Resultado de la alcalinidad

Fórmula para la determinación de AGV/ ALK

$$\frac{\frac{\square\square\square\square}{\square}}{\square} * \left(\frac{\square\square\square.\square\square\square}{\square} \right)$$

ANEXO 1. Calibración del pH metro

Equipo

pH metro

Reactivo

Solución Estándar de calibración (pH 4 – pH 7)

Agua destilada

Procedimiento

- Encender el pH metro
- Lavar el electrodo con agua destilada y secar un paño limpio y seco.
- Incorporar el electrodo del pH metro en la solución estándar de calibración pH 7 (Tener en cuenta las recomendaciones del fabricante en cuanto a temperatura y calibración), dar en el botón Cal, la pantalla del pH metro mostrara Cal 1; en caso de ser necesario se da en ajustar pH y llevarlo hasta el valor requerido.
- Lavar nuevamente el electrodo con agua destilada y secar con un paño limpio y seco.
- Incorporar el electrodo del pH metro en la solución estándar de calibración pH 4 (Tener en cuenta las recomendaciones del fabricante en cuanto a temperatura y calibración), dar en el botón Cal, la pantalla del pH metro mostrara Cal 2; en caso de ser necesario se da en ajustar pH y llevarlo hasta el valor requerido.
- Lavar el electrodo con agua destilada y secar con un paño limpio y seco.
- Utilizar el pH metro para las funciones requeridas.