

**ELABORACIÓN DE UNA METODOLOGÍA PARA EL DESARROLLO DE LOS
PROCESOS DE TAMIZADO, IMPREGNACIÓN (ÁCIDO SULFÚRICO DILUIDO)
Y PRETRATAMIENTO CON EL REACTOR PILOTO TERMOMECAÁNICO PARA
LA PRODUCCIÓN DE ETANOL A PARTIR DE BIOMASA.**

**MARCO JEFFREY CÁRDENAS SALAZAR
CRISTIAN LEONARDO MORANTES CHAPARRO**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISCOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA**

2016

**ELABORACIÓN DE UNA METODOLOGÍA PARA EL DESARROLLO DE LOS
PROCESOS DE TAMIZADO, IMPREGNACIÓN (ÁCIDO SULFÚRICO DILUIDO)
Y PRETRATAMIENTO CON EL REACTOR PILOTO TERMOMECAÁNICO PARA
LA PRODUCCIÓN DE ETANOL A PARTIR DE BIOMASA.**

**MARCO JEFFREY CÁRDENAS SALAZAR
CRISTIAN LEONARDO MORANTES CHAPARRO**

Trabajo de Grado para optar al título de Ingeniero Químico

Director:

**VIATCHESLAV KAFAROV
PhD. en Ciencias Tecnicas**

Codirectora:

**NEILA MILENA MANTILLA BARBOSA
Ingeniera Quimica**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISCOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA**

2016

DEDICATORIA

A ti madre porque es a quien debo todo lo que soy y espero ser.

Cristian Morantes.

A Dios, por ser el gestor y forjador de este proyecto vida.
A mis padres, porque a ellos debo mi vida y mis logros; los amo.

Marco Jeffrey Cárdenas Salazar.

AGRADECIMIENTOS

A Dios...

A nuestras familias... quienes fueron uno de los principales precursores de este logro; gracias por el amor, apoyo, fuerza y comprensión brindados en este proceso.

Agradecemos al Dr. Viatcheslav Kafarov por su gestión para hacer posible el desarrollo de esta investigación.

A la Ing. Neila Mantilla Barbosa por su orientación, conocimiento, colaboración y apoyo durante el desarrollo de esta investigación.

Al técnico de Laboratorio Especializado de la Escuela de Ingeniería Química, Guillermo Acero por su total colaboración.

A los técnicos del Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Escuela de Ingeniería Química, Eduardo Carreño y Wilson Carreño por su orientación y total colaboración.

CONTENIDO

	Pág.
INTRODUCCIÓN	16
1. OBJETIVOS	19
1.1 OBJETIVO GENERAL	19
1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	19
2. MARCO TEÓRICO	20
2.1 ANTECEDENTES	20
2.2 MATERIA PRIMA	20
2.2.1 Clasificación de la biomasa lignocelulósica	21
2.2 BIOETANOL COMO CARBURANTE	21
2.3 TECNOLOGÍAS PARA LA PRODUCCIÓN DE BIOETANOL	22
2.4 ETAPAS EN LA PRODUCCIÓN	23
2.4.1 Producción de biomasa	23
2.4.2 Pretratamiento de la biomasa	23
2.4.3 Fermentación	23
2.4.4 Separación	24
3. METODOLOGÍA	25
3.1 ESTANDARIZACIÓN DEL PROCEDIMIENTO DE PREPARACIÓN DEL MATERIAL LIGNOCELULOSICO (BAGAZO DE CAÑA)	25
3.1.1 Procedimiento de tamizado	25

3.1.2 Procedimiento de impregnación de la biomasa con ácido sulfúrico diluido.	28
3.2 ESTANDARIZACIÓN DEL PROCEDIMIENTO DE OPERACIÓN SEGURA DEL REACTOR DE PRETRATAMIENTO TERMO-MECÁNICO.	30
3.2.1 Descripción de la actividad.	30
3.2.2 Descripción del reactor de pretratamiento termo-mecánico.	31
3.2.2.1 Descripción general	31
3.2.2.2 Sección de alimentación	32
3.2.2.3 Sección de tratamiento térmico	33
3.2.2.4 Sección de tratamiento mecánico	34
3.2.2.5 Sistema de control.	35
3.2.2.6 Capacidades y requerimientos teóricos del reactor de pretratamiento termo-mecánico.	35
3.2.2.7 Condiciones teóricas de operación en el tratamiento térmico.	36
3.2.3 Ajustes mecánicos y operacionales del reactor de pretratamiento termo-mecánico.	36
3.2.3.1 Sección de alimentación	37
3.2.3.2 Sección de tratamiento térmico.	38
3.2.3.3 Sección de tratamiento mecánico.	39
3.2.3.4 Almacenamiento del material	39
3.2.3.5 Tablero de control.	40
3.2.3.6 Flujo de alimentación.	40
3.2.4 Redacción del manual de operación segura del reactor de pretratamiento termo-mecánico	41
3.2.4.1 Contenido del manual de operación	42

4.CONCLUSIONES	44
5. RECOMENDACIÓN	45
BIBLIOGRAFÍA.	46
ANEXOS	49

LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. Diagrama de flujo del proceso de tamizado.	27
Figura 2. Granulometría de la Biomasa.	28
Figura 3. Mezcladora de paletas.	29
Figura 4. Estructura general del Reactor.	31
Figura 5. Ensamble sección de alimentación.	32
Figura 6. Sección de tratamiento térmico.	33
Figura 7. Sección de tratamiento mecánico.	34

LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1. Características generales sección de alimentación	32
Tabla 2. Características generales sección de tratamiento térmico.	33
Tabla 3. Características generales sección de tratamiento mecánico.	34
Tabla 4. Capacidades y requerimientos teóricos.	35
Tabla 5. Consumo teórico de vapor.	36
Tabla 6. Variables de Operación. Alimentación, Tratamientos térmico y mecánico	41
Tabla 7. Variables de Operación, Pretratamiento Termoquímico.	41

LISTA DE ANEXOS

	Pág.
ANEXO A. ANALISIS GRANULOMÉTRICO	49
ANEXO B. PORCENTAJE DE CENIZAS	51
ANEXO C. HUMEDADES	52
ANEXO D. PROTOCOLO DE TAMIZADO.	
ANEXO E. PROTOCOLO DE IMPREGNACIÓN.	
ANEXO F. MANUAL DE OPERACIÓN SEGURA DEL REACTOR DE PRETRATAMIENTO TERMOMECAÁNICO.	

RESUMEN

TÍTULO: Elaboración de una metodología para el desarrollo de los procesos de tamizado, impregnación (ácido sulfúrico diluido) y pretratamiento con el reactor piloto termomecánico para la producción de etanol a partir de biomasa.

AUTORES: Cárdenas Salazar, Marco Jeffrey
Morantes Chaparro, Cristian Leonardo**

PALABRAS CLAVES: Biomasa, pretratamiento, seguridad, reactor piloto, bagazo de caña, impregnación, tamizado

DESCRIPCIÓN:

En el presente trabajo se elaboró el proceso técnico de operación de un reactor de pretratamiento termomecánico de biomasa a escala piloto constituido por tres secciones continuas principales: alimentación, tratamiento térmico y tratamiento mecánico, donde se combinan los efectos sobre el material lignocelulósico de altas presiones y temperatura, reducción del tamaño de partícula, difusión y reacción del ácido junto con una descompresión posterior causando la degradación y separación controlada de sus componentes poliméricos. A partir de pruebas experimentales se obtuvieron parámetros y variables que permitieron su operabilidad durante las cuales se observaron fallas de diseño que fueron posteriormente corregidas, se incluyeron accesorios los cuales permitieron un mayor control sobre el reactor; asimismo se describieron los problemas técnicos que pueden presentarse durante la puesta en marcha y estabilización con sus respectivas soluciones, incluyéndose las actividades y periodos de mantenimiento y limpieza que se deben realizar para garantizar una vida útil máxima. También se estandarizaron los protocolos de tamizado e impregnación de biomasa con ácido sulfúrico diluido, dichos protocolos rigen la forma de adecuación de la biomasa para su posterior alimentación al reactor, allí se describen las precauciones que deben tomar los operarios y los riesgos a los cuales se exponen durante el desarrollo de la actividad así como también formatos para la recolección de datos los cuales facilitan el manejo de la información obtenida durante el desarrollo de las prácticas.

* Proyecto de grado

** Facultad de Ingenierías Físicoquímicas, Escuela de ingeniería Química, Director: Ph D. Viatcheslav Kafarov Codirectora: Ing Qca. Neila Milena Mantilla Barbosa

ABSTRACT

TITLE: DEVELOPMENT OF A METHODOLOGY FOR DEVELOPMENT OF SCREENING PROCESS, IMPREGNATION (DILUTE SULFURIC ACID) AND PRETREATMENT WITH THERMOMECHANICAL PILOT REACTOR FOR ETHANOL PRODUCTION FROM BIOMASS^{*}.

AUTHORS: Cárdenas Salazar, Marco Jeffrey
Morantes Chaparro, Cristian Leonardo^{**}

KEYWORDS: Biomass, pretreatment, safety, pilot reactor, bagasse, impregnation, screening.

DESCRIPTION:

In this paper it was developed the technical process of an operating thermomechanical pretreatment reactor of biomass at pilot scale that consists of three main continuous sections: feeding, heat treatment and mechanical treatment, where the effects are combined on the lignocellulosic material with high pressures and temperature, particle size reduction, diffusion and reaction of the acid with a subsequent decompression causing degradation and controlled separation of the polymer components. From experimental testing were obtained parameters and variables that allowed its operability during which were observed design flaws that were subsequently corrected, some accessories were included which allowed greater control over the reactor; also, there were described the technical problems that may arise during the implementation and stabilization with their respective solutions, including activities and periods of maintenance and cleaning to be performed to ensure maximum life. The screening protocols and impregnation of biomass with dilute sulfuric acid were also standardized, these protocols govern how the adequacy of biomass for further feed to the reactor, the precautions to be taken by operators are described and the risks to which they are exposed during the development of the activity as well as formats for data collection which facilitate the handling of information obtained during the development of practices.

^{*} Degree draft

^{**} Faculty of Physical and Chemical Engineering School Engineering Chemical..Director: Viatcheslav Kafarov Ph.D. Co-director Neila Mantilla, Chemical Engineer.

INTRODUCCIÓN

El impacto generado por el calentamiento global sobre el agua, la energía, la comida y la salud, y un panorama incierto de los hidrocarburos en el mercado, ponen en evidencia la necesidad de avanzar en la diversificación del sistema energético de Colombia. Cuanto más diversificado sea el sistema energético del país, mayor es la independencia energética, y garantiza la generación de energía en cualquier condición climática y circunstancia externa del mercado. Aproximadamente un 78% de la energía consumida hoy en día en Colombia proviene de fuentes fósiles, mientras que el 22% restante proviene de fuentes renovables¹, por tanto, por la disponibilidad local de fuentes de energía renovables aun no aprovechadas, sumada a la progresiva reducción en los costos asociados a su uso, la evolución de las tecnologías relacionadas, y los incentivos por la generación e investigación de energías no convencionales (eólica, solar, biomasa, geotérmica, hidroeléctrica y mareomotriz) por parte del gobierno (LEY_1715_2014), hacen que la integración de estas fuentes a la sistema energético nacional cobre relevancia a raíz de sus potenciales beneficios.

Los biocombustibles de segunda generación, son combustibles obtenidos a partir de fuentes no convencionales de energía (biomasa) que permiten reducir las emisiones de dióxido de carbón en un 86 %²; por cual son una alternativa para la demanda energética y una fuente compatible con el medio ambiente. El etanol celulósico es un tipo de biocombustible producido a partir de la celulosa contenida en material lignocelulósico como lo es el bagazo de caña de azúcar. La conversión

¹ UNIDAD DE PLANEACIÓN MINERO ENERGÉTICA-UPME, Banco Interamericano de Desarrollo-BID. Integración de las energías renovables no convencionales en Colombia. 2015. ISBN: 978-958-8363-26-4.

² WANG, Michael. WU, May. y HUO, Hong. Lifecycle energy and greenhouse gas emission impacts of different corn ethanol plant types. En: Environmental Research Letters. Mayo 2007, Vol. 2, p. 1–13.

de la celulosa en etanol implica de dos pasos fundamentales: primero, cortar las largas cadenas de las moléculas de celulosa dejando libres la glucosa y otros azúcares, y segundo fermentar esos azúcares para su conversión en etanol, estos procesos son llevados a cabo por diferentes organismos: bacterias que secretan enzimas (celulasas) para liberar el azúcar contenido en la celulosa, y otros microorganismos, en particular levaduras, que fermentan los azúcares y los transforman en alcohol³. Sin embargo, barreras físicas y químicas causadas por la asociación de los principales componentes de la biomasa lignocelulósica (celulosa 50%, hemicelulosa 20% y lignina 30%)⁴, obstaculizan la hidrólisis de celulosa y hemicelulosa en azúcares fermentables, por consiguiente es necesario de un tratamiento previo. El efecto del pretratamiento sobre la biomasa es una combinación de alteraciones físicas (desagregación y ruptura de fibras) y químicas (despolimerización y rotura de enlaces lignina-carbohidratos), dando como resultado un producto cuya celulosa es más accesible a una hidrólisis enzimática. Por tanto el pretratamiento se ha considerado el paso fundamental, de mayor impacto a los pasos posteriores (hidrólisis enzimática, fermentación)⁵ y representa uno de los principales costo económicos del proceso. De ahí la importancia de adoptar adecuadas tecnologías de pretratamiento basadas en la propiedades de cada materia prima, así como la integración de procesos para reducir la demanda energética y que a su vez sean económicamente y técnicamente viables, sin que se altere la producción alimenticia y el medio ambiente.

Como fomento a la investigación, desarrollo e innovación en el ámbito de la producción y utilización de energía a partir de fuentes no convencionales de energía renovables, el Centro de Investigación en Desarrollo Sostenible en Industria y Energía (CIDES) y Ecopetrol en apoyo a la tesis doctoral de la

³ SUN, Ye. y CHENG, Jiayang. Hydrolysis of lignocellulosic materials for ethanol production: a review. En: *Bioresource Technology*. Mayo, 2002, Vol 83, p. 1-11.

⁴ *Ibíd.*

⁵ OLIVA, J. Efecto de los productos de degradación originados en la explosión por vapor de biomasa de chopo sobre *kluveromyces marxianus*. Tesis doctoral, Facultad de Ciencias Biológicas, Universidad Complutense de Madrid. 2003

ingeniera Neila Mantilla “Desarrollo de un método de pretratamiento termomecánico continuo con ácido sulfúrico diluido para la producción de etanol lignocelulósico a partir de bagazo de caña de azúcar”, diseñó y construyó un reactor piloto para el pretratamiento de material lignocelulósico con ácido sulfúrico diluido, constituido por tres secciones continuas principales: alimentación, tratamiento térmico y tratamiento mecánico, donde se combinan los efectos sobre el material lignocelulósico de altas presiones y temperatura, reducción del tamaño de partícula, difusión y reacción del ácido junto con una descompresión posterior causando la degradación y separación controlada de sus componentes poliméricos.

En la puesta en marcha de este prototipo se efectuó la normalización del procedimiento de operación segura; de igual forma se estandarizaron los procedimientos para la preparación/adecuación (tamizado e impregnación) de la biomasa alimentada al reactor, siendo estas temáticas los ejes centrales del desarrollo del presente trabajo de grado.

Como resultado del diseño, construcción y funcionamiento del reactor de pretratamiento termo-mecánico, da lugar para el desarrollo de proyectos de investigación siendo beneficiados los profesionales en formación de Ingeniería química y se deja abierta la posibilidad de mejorar e implementar a mayor escala el prototipo; dependiendo de los resultados de futuras investigaciones alrededor de este proyecto.

1. OBJETIVOS

1.1 OBJETIVO GENERAL

Elaborar una metodología de los procesos técnicos de tamizado, impregnación con ácido diluido y operación segura de un reactor a escala piloto para el pretratamiento termomecánico de biomasa.

1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Estandarizar los protocolos de tamizado e impregnación con ácido sulfúrico diluido para el Laboratorio de Biomasa de la Escuela de Ingeniería Química.
- Realizar pruebas preliminares para el ajuste de parámetros de diseño y determinación de variables de operación del reactor.
- Implementar y documentar un manual de operación segura para el reactor a escala piloto de pretratamiento termo-mecánico.

2. MARCO TEÓRICO

2.1 ANTECEDENTES

Los biocombustibles han existido desde los principios del siglo XX, al tiempo que se planeaba construir motores para automóviles que consumieran etanol y no diesel o gasolina como lo hacían los modelos tradicionales de la época pero hallazgos inmensos de pozos petrolíferos en Estados Unidos mantuvieron y rebajaron los costos de los combustibles dejando de un lado la opción de etanol como suministro energético para los vehículos. Años después en la segunda mitad de la década de los 70 debido a la primera crisis del petróleo y a daños irreversibles causados al medio ambiente se decide retomar los biocombustibles como solución a estos problemas y también disminuir la dependencia energética hacia los combustibles fósiles^{6 7}.

2.2 MATERIA PRIMA

El bioetanol puede ser producido a partir de materiales como azúcar o almidón así como de biomasa lignocelulósica. Los recursos de materias primas convencionales tales como la caña de azúcar y el maíz están siendo ampliamente utilizados para la producción de etanol, especialmente en Brasil y Estados Unidos, respectivamente. Sin embargo, los cultivos que se utilizan para producir bioetanol

⁶ PALACIOS German. Análisis de la producción de bioetanol de segunda generación, a partir del aprovechamiento de la fracción orgánica de residuos sólidos urbanos en Bogotá – Colombia. Bogotá 2014. Titulación como especialista Gestión de residuos sólidos. Universidad EAN. Facultad de Postgrados. Disponible en el catalogo en línea de la EAN. [en línea] disponible en: <http://repository.ean.edu.co/bitstream/handle/10882/1562/PalaciosGerman2014.pdf?sequence=1>

⁷ NATIONAL GEOGRAPHIC. Biocombustibles. [en línea] disponible en: <<http://www.nationalgeographic.es/medio-ambiente/calentamiento-global/biofuel-profile>>. Citado 20 de marzo del 2016.

crean un problema ambiental, en particular la contaminación por los materiales usados y las prácticas agrícolas.⁸

La caña de azúcar es la hierba perenne que se produce en las zonas tropicales y las zonas de clima subtropical y su tiempo de maduración está entre los 12 y 16 meses, el bagazo es el residuo fibroso que resulta luego de la extracción del jugo de la caña de azúcar y sus fibras pueden ser duras o blandas dependiendo del tipo de caña, el bagazo contiene aproximadamente 50% de humedad y es lignocelulósico, es decir, está compuesto en su mayoría por celulosa, hemicelulosa y lignina⁹.

2.2.1 Clasificación de la biomasa lignocelulósica En general, las materias primas lignocelulósicas se dividen en tres Categorías: los residuos agrícolas (por ejemplo, residuos de cosechas, el bagazo de caña de azúcar), residuos forestales y herbáceos y cultivos energéticos leñosos¹⁰.

2.2 BIOETANOL COMO CARBURANTE

Existen diversos tipos de alcoholes que pueden ser mezclados con la gasolina para ser usados como fuente de energía en la combustión interna de motores ya que son susceptibles a quemarse, dichos tipos son isobutanol, n- butanol, el

⁸ TYE, Ying. Y., LEE, Keat. T., WAN ABDULLAH, Wan. N. y LEH, Cheu Peng. The world availability of non-wood lignocellulosic biomass for the production of cellulosic ethanol and potential pretreatments for the enhancement of enzymatic saccharification. En: Renewable and Sustainable Energy Reviews, Julio, 2016, Vol. 60, p. 155-172.

⁹ MONTOYA, María. QUINTERO, Julián. Esquema tecnológico integral de la producción de bioetanol carburante. Manizales 2005. Trabajo de grado (Ing. Químico) Universidad Nacional de Colombia Sede Manizales. Facultad de Ingeniería y Arquitectura. Disponible en el catalogo en línea de la Universidad Nacional de Colombia: [en línea] disponible en: <http://www.bdigital.unal.edu.co/1043/1/mariaisabelmontoyarodriguez.2005.pdf>.

¹⁰ ULLAH, Kifayat., SHARMA, Vinod. k., DHINGRA, Sunil., BRACCIO, Giacobbe., AHMAD, Mushtaq. y SOFIA, Sofia. Assessing the lignocellulosic biomass resources potential in developing countries: A critical review. En: Renewable and Sustainable Energy Reviews, 2015, Vol. 51, p. 682-698.

glicol, el alcohol terbutílico (ATB), el metanol y etanol resaltando que estos dos últimos son los únicos alcoholes que se obtienen a partir de biomasa¹¹. En comparación con las gasolinas, el contenido energético del etanol es aproximadamente de un tercio menor con respecto a la gasolina o diesel, sin embargo, su calor de vaporización es casi tres veces mayor y su número de octanos también es superior. Los biocombustibles como cualquier otro producto energético del mercado presentan aspectos positivos y negativos¹².

2.3 TECNOLOGÍAS PARA LA PRODUCCIÓN DE BIOETANOL

Desde sus inicios, se ha debatido y desarrollado las distintas formas y/o medios tecnológicos para lograr una producción eficiente de biocombustibles, los métodos varían según el tipo de biocombustible deseado y dependiendo del tipo de biomasa a utilizar en el proceso, las técnicas mecánicas, termoquímicas, biotecnológicas y extractivas son las más usadas¹³. Estas tecnologías incluyen vías termoquímicas como la combustión, gasificación, la pirólisis y la licuefacción; y vías bioquímicas como la digestión y fermentación anaeróbica¹⁴.

¹¹ CASANOVA, J. Red temática: Utilización de Combustibles Alternativos en Motores Térmicos. Módulo 1. Universidad Nacional de Colombia: Medellín. 2002

¹² RODRÍGUEZ, Ofelia., RAMOS, Andrea., CENTENO, Sara., LEAL, Laura., MARTÍNEZ, Alfredo y FERNÁNDEZ, Marco. Biotecnología: Etanol Carburante. Año 2009. Vol. 13. No 3.

¹³ LEDE, Silvia.. Consejo Superior para la Información y el Desarrollo de la Biotecnología ARGENBIO. 2008

¹⁴ ULLAH, Kifayat., SHARMA, Vinod. k., DHINGRA, Sunil., BRACCIO, Giacobbe., AHMAD, Mushtaq. y SOFIA, Sofia Op. Cit,

2.4 ETAPAS EN LA PRODUCCIÓN

La obtención de bioetanol se da luego de una serie de etapas previas en la que la materia prima (bagazo de caña) sufre cambios físicos y químicos, los pasos básicos de la conversión de biomasa a bioetanol son:

2.4.1 Producción de biomasa Resulta de la conversión de dióxido de carbono de la atmósfera en materia orgánica por medio de la fotosíntesis.

2.4.2 Pretratamiento de la biomasa Es la conversión de la biomasa en una materia prima adecuada para la fermentación (azúcares fermentables). El principal objetivo del pretratamiento es incrementar el rendimiento y la velocidad de la hidrólisis. En la actualidad las tecnologías más implementadas para la degradación de los componentes presentes en el bagazo son tres: hidrólisis ácida concentrada, hidrólisis ácida diluida e hidrólisis enzimática.

También se han realizado combinaciones entre los distintos métodos hallados logrando así nuevos pretratamientos tales como: pretratamiento térmico combinado con pretratamiento alcalino, pretratamientos térmico-oxidativo, pretratamiento térmico-alcalino-oxidativo, pretratamiento con amoníaco y dióxido de carbono; y el pretratamiento térmico combinado con pretratamiento ácido¹⁵.

2.4.3 Fermentación Consiste en una secuencia de reacciones donde se libera energía y se obtiene etanol y dióxido de carbono a partir azúcares por medio de la acción de un biocatalizador (microorganismos como levaduras y/o bacterias).

¹⁵ CARDONA, Carlos A., y ORREGO, Carlos E. (2009) Avances investigativos en la producción de biocombustibles. Universidad Nacional de Colombia - Sede Manizales, Manizales, Colombia. ISBN 978-958-44-5261-0 - [en línea] disponible en: <http://www.bdigital.unal.edu.co>

2.4.4 Separación Procesamiento del producto de la fermentación para la obtención de etanol grado carburante y otros subproductos que puedan ser usados en la obtención de químicos, combustibles, calor o electricidad¹⁶.

A estas etapas básicas para la producción de etanol carburante debe adicionarse una última de tratamiento de residuos, tema que sólo hasta hoy ha ganado una verdadera importancia con las tendencias mundiales de producción limpia.

¹⁶ MONTOYA, María. QUINTERO, Julián. Op. Cit.

3. METODOLOGÍA

3.1 ESTANDARIZACIÓN DEL PROCEDIMIENTO DE PREPARACIÓN DEL MATERIAL LIGNOCELULOSICO (BAGAZO DE CAÑA)

La adecuación y la condición del material lignocelulósico (humedad, tamaño partícula, área superficial) es importante por dos razones fundamentales: primero, para modificar la estructura del material lignocelulósico con el objeto de mejorar los rendimientos en pasos posteriores (hidrolisis enzimática, fermentación), y segundo, reducir al mínimo las interferencias (cenizas) en los análisis de composición, que permita obtener resultados más precisos para cuantificar y evaluar los rendimientos de conversión de hidratos de carbono a etanol. Estos procedimientos se basan en métodos analíticos desarrollados y publicados por el Laboratorio Nacional de Energía Renovable (NREL), pero modificados y adecuados a las condiciones del Laboratorio de Operaciones Unitarias y Procesos y del Laboratorio de Biomasa de la Escuela de Ingeniería Química de la Universidad Industrial de Santander.

3.1.1 Procedimiento de tamizado Este procedimiento describe un método para convertir una variedad de muestras de biomasa en un material uniforme adecuado para el análisis de la composición. Se obtienen muestras de biomasa con tamaño de partícula de malla -20 / + 80 (tamaño de partícula de 0,180 mm) que conforme a los procedimientos analíticos del Laboratorio Nacional de Energía Renovable (NREL) optimiza el análisis de composición; una desviación del tamaño de partícula puede dar lugar a un sesgo de bajo contenido de azúcares y por consiguiente un sesgo alto de lignina, debido a la degradación excesiva de azúcares (para tamaño de partícula más pequeños) y a la hidrólisis incompleta de

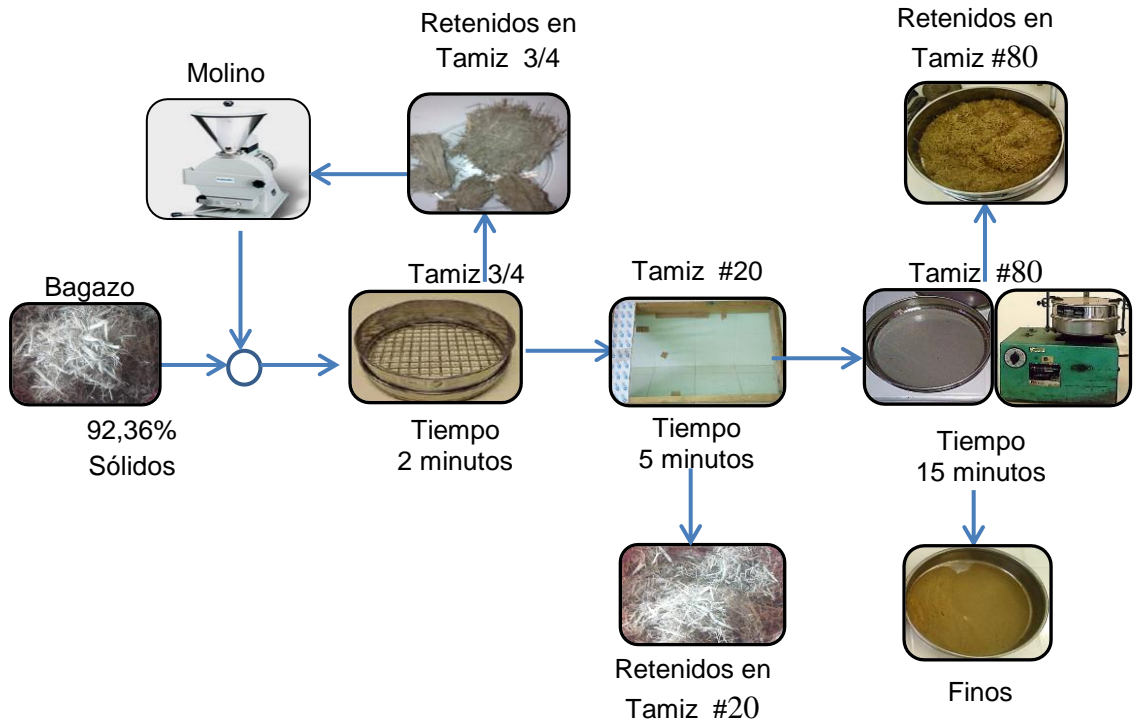
azúcares poliméricos a azúcares monoméricos (para tamaño de partícula más grandes)¹⁷.

Para nuestro caso de estudio; el tamizado se realizar para eliminar la fracción finos (fondos malla 80), cuando su contenido de cenizas es lo suficientemente alto como para inferir en el rendimiento del reactor y la hidrolisis. La estandarización de este procedimiento, se basó en el procedimiento experimental que se llevó acabo en el Laboratorio de Operaciones Unitarias y Procesos de Escuela de Ingeniería Química, para el cual se tomaron tres muestras representativas de bagazo de caña de azúcar del 92,32% en peso de sólidos (Composición basada en pruebas de contenido total de sólidos según la norma del NREL¹⁸), cada una de ellas de un peso promedio de 2800 g. Cada muestra fue pasada por una secuencia de tamices de malla $\frac{3}{4}$, malla 20 y malla 80 respectivamente, de acuerdo a la Fig. 1. El cribado en la malla $\frac{3}{4}$ y 20 es de forma manual y en la malla 80 es en un tamiz vibratorio; en cada tamiz los retenidos y pasantes fueron empacados y pesados respectivamente.

¹⁷ NATIONAL RENEWABLE ENERGY LABORATORY. Preparation of Samples for Compositional Analysis .Junio, 2008.

¹⁸ NATIONAL RENEWABLE ENERGY LABORATORY. Determination of Total Solids in Biomass and Total Dissolved Process in Liquid Solids Samples. Marzo, 2008.

Figura 1. Diagrama de flujo del proceso de tamizado.



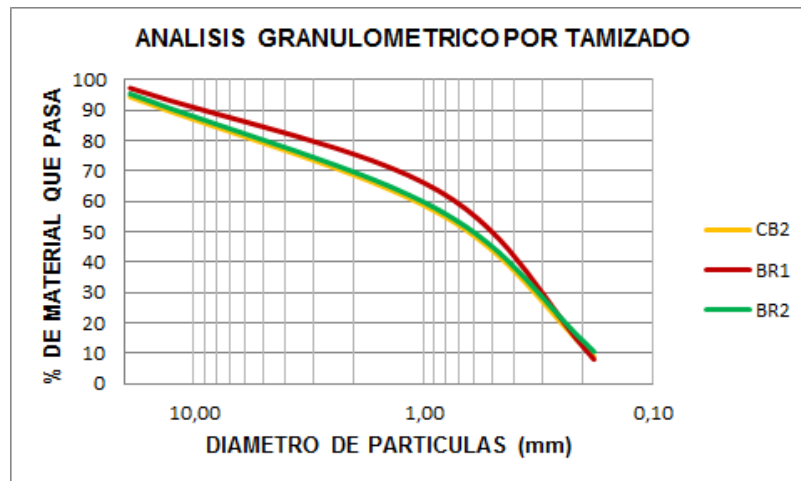
El procedimiento experimental permitió evidenciar y consignar en el protocolo para el tamizaje (Anexo A), consideraciones en cuanto a peligros, donde se ve comprometida la integridad física del laboratorista, de los equipos y del laboratorio en general, así como metodologías que facilitan la reproducibilidad del procedimiento con el objeto mejorar el rendimiento del tiempo de tamizado.

Por último, se realizó un análisis de granulometría de cada muestra a partir de los pesos registrados en cada una de la etapas del tamizado, Fig 2, observándose un comportamiento similar entre las muestras y obteniéndose contenido promedio de finos (tamaño de partícula < 0,180 mm) del 9 por ciento, lo cuales tienen un contenido de 30,4 % de cenizas con base a la prueba propuesta en el NREL¹⁹.

¹⁹ NATIONAL RENEWABLE ENERGY LABORATORY .Determination of Ash in Biomass. Enero, 2008.

Estos resultados nos dan un estimado de la composición y tamaño de partícula del bagazo, valores necesarios para evaluar el rendimiento y eficiencia del reactor.

Figura 2. Granulometría de la Biomasa.



3.1.2 Procedimiento de impregnación de la biomasa con ácido sulfúrico diluido. En este procedimiento, el ácido sulfúrico se difunde a través de la estructura porosa de la biomasa para degradar los componentes poliméricos presentes en el bagazo²⁰, proceso que se lleva a cabo con una relación porcentual de 10% sólidos y 90% solución, temperatura de 80°C, y una concentración de H₂SO₄ de 1% en peso durante 120 minutos. Estas condiciones fueron estudiadas y suministradas por el Instituto Colombiano del Petróleo.

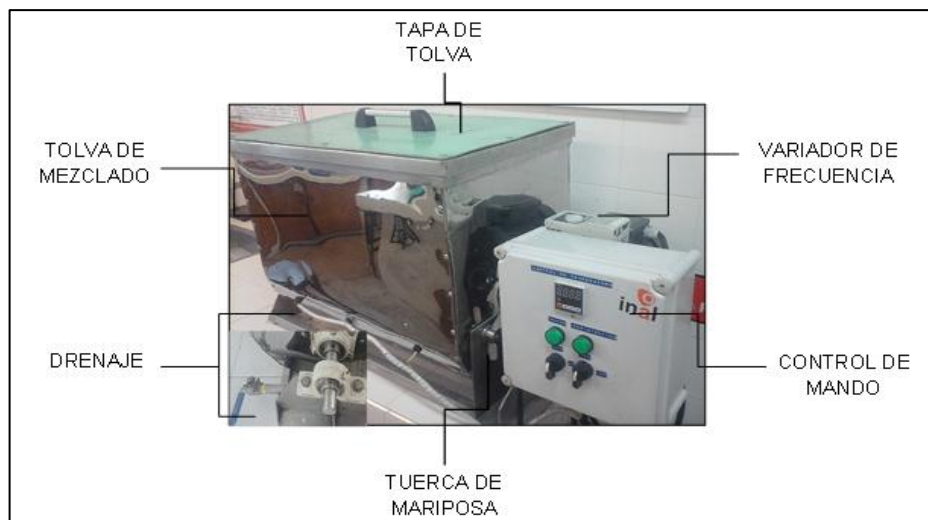
La impregnación es necesaria, cuando la biomasa se pretrata en un proceso continuo tal como el reactor de pretratamiento termomecánico, debido a que la difusión del ácido en la biomasa influye significativamente en la conversión de las

²⁰ CHEN, Xiaowen., TAO, Ling., SHEKIRO, Joseph., MOHAGHAGHI, Ali., DECKER, Steve., WANG, Wei., SMITH, Holly., PARK, Sunkyu., HIMMEL, Michael. y TUCKER, Melvin. Improved ethanol yield and reduced Minimum Ethanol Selling Price (MESP) by modifying low severity dilute acid pretreatment with deacetylation and mechanical refining: 1) Experimental. En: Biotechnology for Biofuels, Agosto, 2012.

reacciones involucradas en el proceso, más aun, cuando se requiere de un tiempo de residencia corto en esta etapa²¹.

El equipo que se utiliza para impregnar la biomasa, es una mezcladora tipo paletas en acero inoxidable, la cual tiene una tolva de mezclado abatible de seis paletas, impulsadas por un motor de un caballo de potencia para homogenizar e impregnar la biomasa en la solución. El calentamiento se produce a través de un sistema de resistencias eléctricas con su respectivo control de temperatura; y además cuenta con un variador de frecuencia del motor, drenaje y una tuerca mariposa que controla el giro como se observa en la Figura 3.

Figura 3. Mezcladora de paletas.



Las condiciones de operación de la mezcladora se definieron a través de pruebas experimentales, dejando en consigna en el procedimiento de impregnación (ANEXO E) una capacidad máxima de 2500 g de biomasa en base seca con una frecuencia en el variador de 40 a 50 Hz. Además se establece el modo de operación, mantenimiento y consideraciones de seguridad que se deben seguir

²¹ KIM, Sung Bae., y LEE, Y.Y. Diffusion of sulfuric acid within lignocellulosic biomass particles and its impact on dilute acid pretreatment. En: Bioresource Technology. Junio, 2002, Vol. 83, p. 165-171.

por protección del laboratorista y del equipo; y la opción de un segundo procedimiento, el cual se realiza en un baño maría con una capacidad de 432 g a las mismas condiciones. Después de la impregnación con ácido, la biomasa es prensada manualmente para retirar el exceso de ácido, obteniéndose un 30% a 40% en peso de sólidos.

3.2 ESTANDARIZACIÓN DEL PROCEDIMIENTO DE OPERACIÓN SEGURA DEL REACTOR DE PRETRATAMIENTO TERMO-MECÁNICO.

3.2.1 Descripción de la actividad. El reactor de pretratamiento termomecánico consta de tres secciones continuas principales, alimentación, tratamiento térmico y tratamiento mecánico, con el objetivo aumentar el área superficial efectiva, disminuir la cristalinidad de celulosa y aumentar el tamaño de poro de la biomasa pretratada, estos cambios mejoran la digestibilidad enzimática de la hemicelulosa y la celulosa que queda en los sólidos.

En la sección de alimentación, el bagazo de caña ya previamente impregnado con el ácido sulfúrico diluido, ingresa y es transportado por un tornillo sinfín de diámetro reducido al final de su extensión para comprimir la biomasa y reducir su humedad del 60-70 % p/p hasta 20-30% p/p

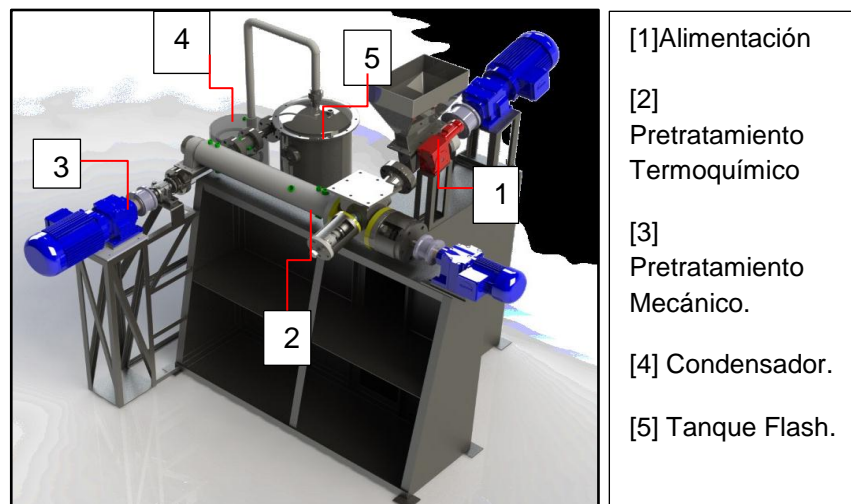
Posteriormente en la sección de tratamiento térmico, la biomasa es transportada por un tornillo sinfín a través de una chaqueta de calentamiento, la cual le transfiere calor por medio de una resistencia eléctrica o por inyección de vapor; así como se realizará inyección de vapor directamente dentro del cilindro que hará contacto con la biomasa con el objetivo de alcanzar una temperatura estable entre 121- 160 °C, favoreciendo la difusión y reacción del ácido presente en la estructura porosa, el rango de tiempo de residencia oscila entre 2 a 15 minutos y varía proporcionalmente con las revoluciones del motor.

Seguidamente en la sección de tratamiento mecánico, la biomasa, pasa a través de un sistema de molienda de la forma tornillo sinfín-molino-tornillo sinfín, para reducir el tamaño de partícula y a su vez transportar la biomasa hasta un tanque flash de fondo cónico, donde se despresuriza y se deposita. En esta sección los gases liberados en la despresurización son canalizados hacia un condensador de espiral, para ser recolectados y depositados según las normas del Laboratorio de Operaciones Unitarias y Procesos de la Escuela de Ingeniería Química.

3.2.2 Descripción del reactor de pretratamiento termo-mecánico. El diseño conceptual del reactor de pretratamiento mecánico es parte de la tesis de doctorado de la Ing. Neila Mantilla dirigida por el Dr. Viatcheslav Kafarov de la UIS, en convenio con el Instituto Colombiano del Petróleo ICP-ECOPETROL, bajo la dirección del Dr. Edgar Castillo Monroy, experto en Energía. El diseño de detalle y construcción del equipo fue desarrollado por Industrias Acuña Ltda.

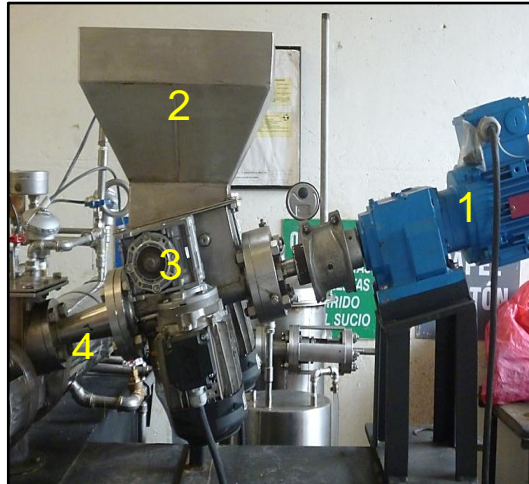
3.2.2.1 Descripción general

Figura 4. Estructura general del Reactor.



3.2.2.2 Sección de alimentación

Figura 5. Ensamble sección de alimentación.



[1] Motor reductor.

[2] Tolva de alimentación.

[3] Zona de alimentación.

[4] Prensado.

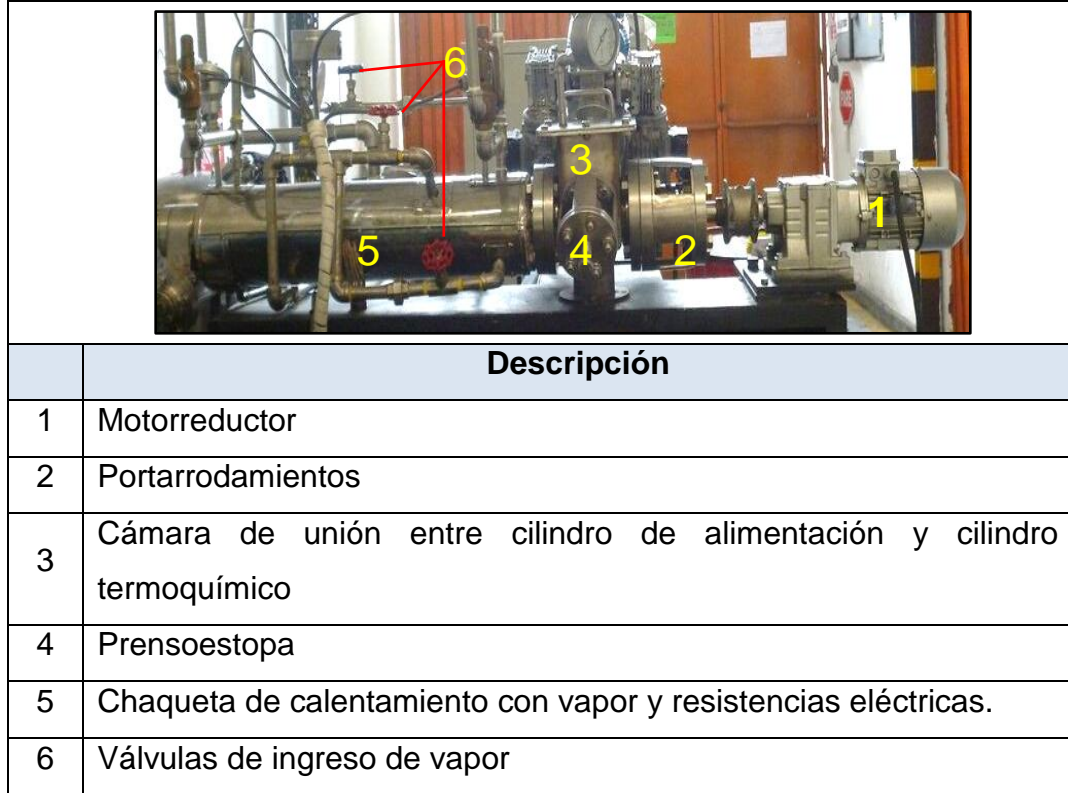
Características

Tabla 1. Características generales sección de alimentación

Medidas generales Sistema de alimentación		
Altura	522,8	mm
Longitud	585,4	mm
Ancho	203,3	mm
Nota: Estas medidas incluyen la tolva de alimentación.		
Parámetro	Rodillos	Sinfín helicoidal
Velocidad máxima	40 RPM	205 RPM
Potencia	1/4 Hp	4Hp
Nº de motores	2	1

3.2.2.3 Sección de tratamiento térmico

Figura 6. Sección de tratamiento térmico.



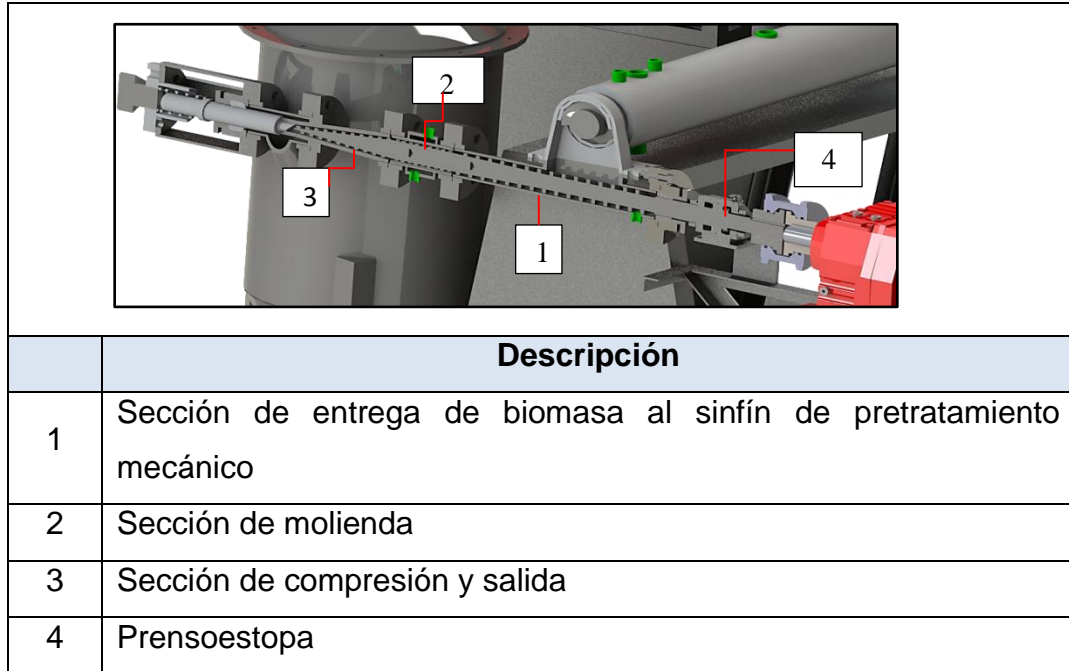
Características

Tabla 2. Características generales sección de tratamiento térmico.

Medidas generales Sistema termoquímico		
Altura	259,8	mm
Longitud	1251,9	mm
Ancho	210,9	mm
Parámetro	Sinfín helicoidal	
Velocidad máxima	90 RPM	
Potencia	0,5 Hp	
Nº de motores	1	

3.2.2.4 Sección de tratamiento mecánico

Figura 7. Sección de tratamiento mecánico.

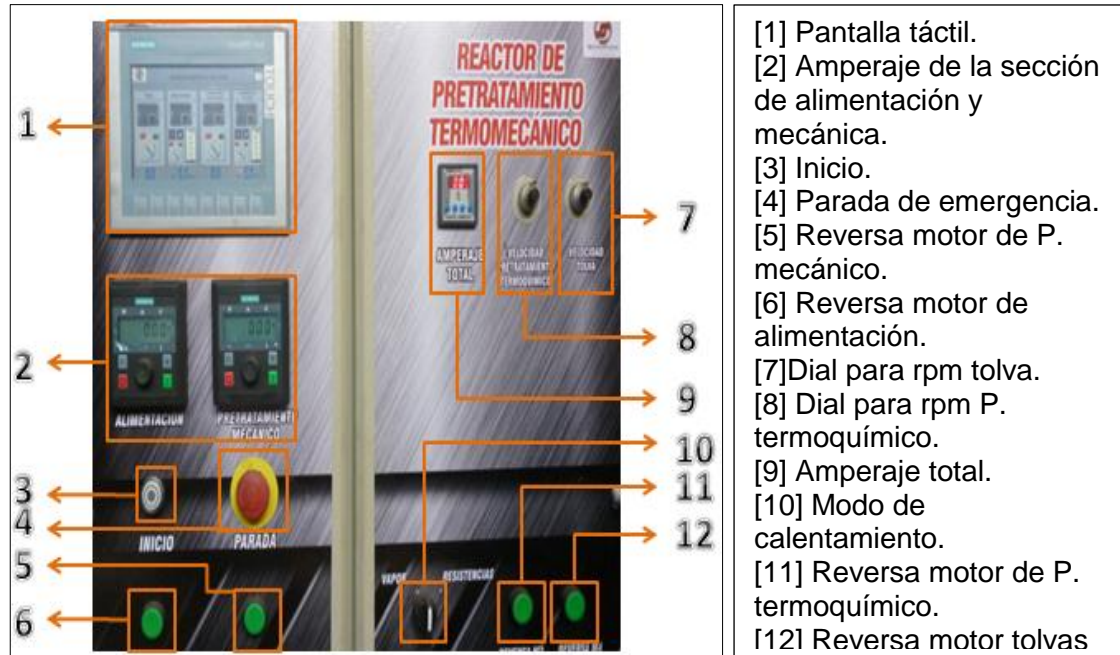


Características

Tabla 3. Características generales sección de tratamiento mecánico.

Medidas generales Sistema de pretratamiento mecánico		
Altura	127	mm
Longitud	817,2	mm
Ancho	127	mm
Parámetro	Sinfín helicoidal	
Velocidad máxima	324 RPM	
Potencia	4Hp	
Nº de motores	1	

3.2.2.5 Sistema de control. Este tablero está diseñado para cumplir funciones de medición, control, maniobra y protección; en el que se encuentra el encendido y apagado de emergencia, se manejan variables como las revoluciones del motor, forma de calentamiento y se obtienen lecturas para su control de la presión, temperatura y amperaje del sistema en general.



3.2.2.6 Capacidades y requerimientos teóricos del reactor de pretratamiento termo-mecánico.

Tabla 4. Capacidades y requerimientos teóricos.

Sinfín helicoidal		Parámetro	Capacidad máxima	Capacidad mínima
		Capacidad [Kg/h]	30	3,5
Sección de alimentación	Densidad 275 Kg/m ³	Velocidad [RPM]	170	20
		Tiempo de residencia [min]	0,057	0,46
	Llenado 25%	Potencial total [Hp]	3,38	0,37

Sinfin helicoidal		Parámetro	Capacidad máxima	Capacidad mínima
		Capacidad [Kg/h]	30	3,5
Sección de tratamiento térmico	Densidad 1000 Kg/m ³	Velocidad [RPM]	15	1,7
		Tiempo de residencia [min]	1,7	15
	Llenado 30%	Potencia total [Hp]	0,032	0,004
Sección de tratamiento mecánico	Densidad 1000 Kg/m ³	Velocidad [RPM]	110	12
		Tiempo de residencia [min]	0,22	2,08
	Llenado 30%	Potencia total [Hp]	1,18	0,14

3.2.2.7 Condiciones teóricas de operación en el tratamiento térmico.

Tabla 5. Consumo teórico de vapor.

Flujo másico de biomasa [Kg/h]	3,5 a 30
Humedad inicial [%]	50
Humedad final [%]	70
Energía biomasa [KJ/Kg]	161,6
Temperatura inicial [°C]	25
Temperatura final [°C]	120 a 160
Condiciones del vapor requerido	
Presión Vapor suministrar [Psi]	90
Vapor máximo requerido [Kg/h]	20,7

3.2.3 Ajustes mecánicos y operacionales del reactor de pretratamiento termo-mecánico. Durante el desarrollo de las pruebas preliminares se presentaron y se solucionaron distintos tipos de dificultades de diseño y fabricación, dichas dificultades se detallan a continuación describiendo el tipo de falla, motivos de las fallas, replanteamientos, correcciones y soluciones realizadas en cada una de las partes del reactor que se vieron comprometidas.

3.2.3.1 Sección de alimentación Esta sección se diseñó y construyó, bajo la idea de un sistema de auto alimentación de la biomasa integrado a un proceso de prensado mecánico, con el objeto de reducir el porcentaje de humedad del 70% a 50%, para lo cual tiene una tolva de capacidad nominal de 0,01 m³ y dos rodillos dentados accionados por motores de ¼ hp, que permitieran un ingreso paulatino de biomasa al sinfín de recibo, y un cono con perforaciones de 1,2 mm de diámetro promedio para alcanzar la humedad deseada.

Durante el desarrollo de las pruebas se produjo atascamiento del material en el cono, debido a la poca área transversal al flujo, velocidad del motor y calentamiento de la biomasa, lo cual condujo a la compactación excesiva del material. Así mismo se evidenció pérdidas de biomasa por las perforaciones, impidiendo el paso hacia el exterior de los lixiviados, ocasionando que estos se estancaran a lo largo de la carcasa del tornillo sinfín. Consecuente a lo anterior, se le realizó una reducción de la cedula al cono y se le ampliaron las seis ranuras longitudinales espaciadas cada 60 ° que ayudan al paso de material, así como también se le aumentó la velocidad del motor de 100 a 150 rpm y se trasladó el sistema de drenaje 20 cm más atrás respecto al inicial, con agujeros de 2 mm de diámetro junto con una carcasa externa que canaliza los lixiviados a un orificio de ¾" de pulgada con conexión a una manguera para la recolección.

Paralelamente se observó que la biomasa al ser un material fibroso y con alto contenido de humedad, se adhiere y se estanca en el sistema de alimentación causando el frenado de un rodillo; por consiguiente se replanteó la forma de alimentación y se redujo la tolerancia entre la carcasa y el rodillo; Una vez, garantizado el funcionamiento y paso del material, se procedió a realizar pruebas de contenido total de sólidos, dando como resultado 20-30%, valor que esta fuera de lo esperado (50%), esto se debe a la alta presión del tapón que se forma y alta temperatura en el cono.

El sistema de rodillos para la alimentación continua de la biomasa fibrosa, resultó muy útil, ya que la biomasa puede ser alimentada al sistema sin ayuda manual adicional y continuamente.

3.2.3.2 Sección de tratamiento térmico. El problema hincapié de esta sección es la potencia del motor, debido a que el fabricante calculó una potencia máxima requerida de 0,032 Hp, puesto que las revoluciones de este sinfín deberían ser mínimas para garantizar un tiempo de residencias de 11 minutos. Por tanto se decidió por un motor de 0,5 Hp; potencia, que con respecto al peso y longitud del sinfín (1,2 m) y el peso de la biomasa, no tiene el torque suficiente para trabajar a mínimas velocidades (1,5 a 10 rpm). Debido a la imposibilidad de cambiar el motor por uno de mayor potencia, se resolvió operarlo con un número mayor e igual de 15 rpm establecidas a partir de pruebas experimentales. Estas revoluciones, sumado a las características del sinfín, provoca una acumulación de la biomasa en la cámara de encuentro del sinfín térmico y el mecánico, debido a que el tiempo de residencia del primero es de 2 minutos y la cantidad de biomasa es relativamente mayor respecto a la residencia (4 a 6 minutos) y capacidad del tornillo sinfín mecánico, derivándose así en un problema de flujo de alimentación, que se resolvió alimentando la biomasa semicontinualmente.

Así mismo en la cámara de encuentro entre el tornillo sinfín de alimentación y el térmico, la tapa, la cual se abre para observar el comportamiento del transporte de la biomasa y se cierra para permitir la presurización del equipo, contenía una estructura vertical, diseñada para direccionar la biomasa hacia el tornillo sinfín térmico. En la operación, dicha estructura presentó acumulación de biomasa y no se evidenció el debido funcionamiento por el cual se había construido, por tal razón se decidió retirar esta estructura para evitar el acaparamiento del material, y se instaló un manómetro para verificar con este, los registros de presión del tablero de control, lo cual funcionó adecuadamente sin acumulación de material.

3.2.3.3 Sección de tratamiento mecánico. Su principal función es la reducción del tamaño de partícula del material, que a su vez debe garantizar la formación de un tapón que permita retener el vapor contenido en el cuerpo del sinfín térmico, el cual le brinda las condiciones de presión y temperatura para ese tratamiento; para lo cual se diseñó un sistema de la forma sinfín -molino –sinfín tapón de un diámetro externo promedio de 3,9 cm y 81,7 cm de longitud. En las pruebas preliminares el material se confinó en los espacios reducidos del molino, que junto a la alta temperatura que allí se presenta y potencia del motor causaron la compactación del material impidiendo el transporte de este, por ende, se le realizó una distribución de los dientes en forma de espiral, de tal manera que moliera y transportara el material, obteniéndose el transporte de la biomasa pero no el tamaño de partícula deseado. Dada las circunstancias anteriores y a la observación de una tolerancia significativa entre el molino y el cuerpo, se planteó la construcción de un nuevo molino con dientes más espaciados, proporcionándole unas características que mejoran la molienda y el transporte, para lograr el funcionamiento de esta nueva pieza se aumentaron las revoluciones de 200 a 250 rpm, con lo cual se obtuvo biomasa pretratada de muy buenas características.

3.2.3.4 Almacenamiento del material El reactor de pretratamiento cuenta con Tanque Flash, donde la biomasa se deposita y se despresuriza. Para que el material haga el ingreso, se debe direccionar el flujo hacia el ducto de entrada con una prensa estopa que a su vez ejerce presión sobre el taco; este ducto tiene una inclinación de 60° con respecto a la horizontal y 3,8 cm de diámetro. Con el diseño planteado originalmente se presentaron inconvenientes con respecto al redireccionamiento de la biomasa al tanque flash debido al cambio de dirección y la salida reducida hacia el tanque, por lo cual se planteó la ampliación del ducto con mayor diámetro en la salida.

3.2.3.5 Tablero de control. A partir de los trabajos de ajuste mecánico y operacional, se identificaron e implementaron funciones que facilitan la reproducibilidad de este proceso y variables que son necesarias medir en los respectivos estudios a realizar en este prototipo, tales como la reversa de los motores en caso de estancamiento de la biomasa, amperaje total del sistema, control de las revoluciones de los motores de las tolvas y del motor de tratamiento mecánico que inicialmente no tenían, todos ellos incorporados en este tablero, además se reorganizó y cambió los nombres de las variables en la pantalla táctil, debido a que los anteriores creaban confusión al operador.

3.2.3.6 Flujo de alimentación. Por las características funcionales y estructurales del reactor de pretratamiento termo-mecánico como la compresión y molienda, la alimentación debe ser semicontinua previniendo la acumulación de material y garantizando la formación de los tacos. A su vez se debe prever un flujo adecuado de vapor para que se dé el equilibrio entre las fuerzas de empuje del taco y del vapor, y así proporcionar las condiciones del tratamiento térmico, lo cual es parte fundamental del proceso.

Basados en pruebas de tiempos de residencia locales en cada sección, se determinó un tiempo total de residencia de 10 minutos, así como también se estimó una alimentación inicial de 144 gramos en base seca en un minuto para lograr su estabilización en un tiempo aproximado de 20 minutos; a partir de este momento se propuso una alimentación semicontinua de 1.25 kg/h, alimentando 18 g en base seca cada minuto.

En las siguientes tablas se muestra un resumen de las variables con las cuales fue posible la operación del reactor y las condiciones de presión y temperatura a la que se sometió la biomasa durante el desarrollo de las pruebas

Tabla 6. Variables de Operación. Alimentación, Tratamientos térmico y mecánico

	Parámetro	Capacidad
Sinfín helicoidal	Capacidad [Kg/h en base seca]	1.25
Sección de alimentación	Velocidad [RPM]	160
Sección de tratamiento Térmico	Velocidad [RPM]	17
Sección de tratamiento Mecánico	Velocidad [RPM]	250

Tabla 7. Variables de Operación, Pretratamiento Termoquímico.

Condiciones de operación en el sinfín helicoidal de pretratamiento termoquímico	
Flujo másico de biomasa [Kg/h en base seca]	1,25
Humedad inicial [%]	20 a 30
Humedad final [%]	70
Temperatura inicial [°C]	25
Temperatura final [°C]	130
Condiciones del vapor	
Presión Vapor suministrar [Psi]	30

3.2.4 Redacción del manual de operación segura del reactor de pretratamiento termo-mecánico²². La información descrita en el documento ANEXO F se refiere directamente a la operación y mantenimiento del Reactor de Pretratamiento Termo-mecánico, en el cual se consigna el protocolo que se debe seguir por seguridad de los operarios y protección del reactor. Estos criterios se establecieron con base a la información que se recopiló en las actividades de

²² NAGLE, Nick. Safe Operating Procedure for Horizontal Pretreatment Reactor. En: National Renewable Energy Laboratory, 2013.

acompañamiento de ensamble y pruebas preliminares, ejecutadas y supervisadas por Industrias Acuña Limitada.

3.2.4.1 Contenido del manual de operación

3.2.4.1.1. Unidad 1: Introducción Descripción general y funcional, localización y requisitos para la operación del reactor de pretratamiento. Además se establece el propósito y recomendaciones para la comprensión del manual.

3.2.4.1.2. Unidad 2: Descripción de seguridad, peligros para la salud y controles Debido a las características específicas de este equipo, que incluyen reacción química, vapor a presión considerable, reactivo (ácido sulfúrico) y temperaturas altas; esta sección establece los riesgos potenciales asociados a la operación y mantenimiento del reactor de pretratamiento termo-mecánico, así como recomendaciones para garantizar un lugar de trabajo seguro, donde no se comprometa la integridad física del operario ni el deterioro del equipo.

3.2.4.1.3 Unidad 3: Descripción de los Peligros Ambientales y Controles. Se identifican los riesgos ambientales que surgen en el proceso de operación del reactor de pretratamiento, que en términos generales se pueden resumir en: emanaciones de ácido y eliminación de lixiviados, mencionando sus respectivas medidas de control para evitar o minimizar el impacto al medio ambiente, tal como la neutralización y disposición adecuada de los desechos.

3.2.4.1.4 Unidad 4: Procedimientos Operacionales de Inspección y Mantenimiento. Esta unidad tiene como propósito proveer una guía para los procedimientos de mantenimiento e inspección, donde se incluye periodos de inspección, instructivo de desmontaje y montaje y posibles fallos con su respectiva solución que pueden presentarse; con el objeto de evitar el deterioro del equipo y garantizar el funcionamiento y rendimiento en posteriores operaciones.

3.2.4.1.5 Unidad 5: Procedimientos de Operación. El objetivo es proporcionar a los operadores una descripción de cómo debe ejecutarse el encendido, calentamiento, puesta en marcha y apagado.

3.2.4.1.6 Unidad 6: Capacitación del personal. Establece el nivel de conocimiento requerido para operar el reactor de pretratamiento de forma segura y eficaz, donde el operario debe revisar como mínimo el manual de procedimiento seguro y conocer las normas del laboratorio.

3.2.4.1.7 Unidad 7: Información en caso de emergencia. Provee información de las líneas telefónicas de emergencia de la Universidad Industrial de Santander y de instituciones competentes como el cuerpo oficial de bomberos para situaciones de emergencia e información de Industrias Acuña Limitada (INAL) para eventuales reparaciones del reactor.

3.2.4.1.8 Unidad 8: Bloqueo de servicios industriales. Esta unidad tiene como propósito instaurar un procedimiento para el bloqueo de servicios industriales como el suministro de vapor, energía eléctrica y agua del proceso, con el fin de facilitar el corte de los mismos cuando así se requiera.

4.CONCLUSIONES

- Se elaboró y documentó el procedimiento técnico de operación y mantenimiento del reactor a escala piloto para el pretratamiento termomecánico de biomasa, donde se establecen los lineamientos bajo los cuales se debe realizar las actividades de pre operación, operación y mantenimiento preventivo del reactor.
- Se estandarizó y documentó el proceso técnico para la impregnación con ácido diluido y el proceso técnico de tamizado para el laboratorio de Biomasa.
- Se determinó una combinación específica de variables de operación para el reactor las cuales indican que al alimentar una cantidad aproximada de 18 gramos en base seca de biomasa en el reactor cada minuto luego de un tiempo de estabilización aproximado de 20 minutos y que las rpm a las cuales se deben girar los motores de la tolva, de alimentación, de pretratamiento termoquímico y de pretratamiento mecánico deben ser de 12, 160, 17 y 250 rpm respectivamente, se obtendrá un funcionamiento correcto del equipo.

5. RECOMENDACIÓN

- Con base al conjunto de las variables de operación determinadas a través de pruebas empíricas en el reactor, se debe ejecutar nuevos ensayos para el hallazgo de su punto óptimo de operación y/o de otras combinaciones de variables que permitan operar el equipo.

BIBLIOGRAFÍA.

CARDONA, Carlos A., y ORREGO, Carlos E. (2009) Avances investigativos en la producción de biocombustibles. Universidad Nacional de Colombia - Sede Manizales, Manizales, Colombia. ISBN 978-958-44-5261-0 - [en línea] disponible en: <http://www.bdigital.unal.edu.co>

CASANOVA, J. Red temática: Utilización de Combustibles Alternativos en Motores Térmicos. Módulo 1. Universidad Nacional de Colombia: Medellín. 2002

CHEN, Xiaowen., TAO, Ling., SHEKIRO, Joseph., MOHAGHAGHI, Ali., DECKER, Steve., WANG, Wei., SMITH, Holly., PARK, Sunkyu., HIMMEL, Michael. y TUCKER, Melvin. Improved ethanol yield and reduced Minimum Ethanol Selling Price (MESP) by modifying low severity dilute acid pretreatment with deacetylation and mechanical refining: 1) Experimental. En: *Biotechnology for Biofuels*, Agosto, 2012.

KIM, Sung Bae., y LEE, Y.Y. Diffusion of sulfuric acid within lignocellulosic biomass particles and its impact on dilute acid pretreatment. En: *Bioresource Technology*. Junio, 2002, Vol. 83, p. 165-171.

LEDE, Silvia.. Consejo Superior para la Información y el Desarrollo de la Biotecnología ARGENBIO. 2008

MONTOYA, María. QUINTERO, Julián. Esquema tecnológico integral de la producción de bioetanol carburante. Manizales 2005. Trabajo de grado (Ing. Químico) Universidad Nacional de Colombia Sede Manizales. Facultad de Ingeniería y Arquitectura. Disponible en el catalogo en línea de la Universidad

Nacional de Colombia: [en línea] disponible en: <http://www.bdigital.unal.edu.co/1043/1/mariaisabelmontoyarodriguez.2005.pdf>.

NAGLE, Nick. Safe Operating Procedure for Horizontal Pretreatment Reactor. En: National Renewable Energy Laboratory, 2013.

NATIONAL GEOGRAPHIC. Biocombustibles. [en línea] disponible en: <<http://www.nationalgeographic.es/medio-ambiente/calentamiento-global/biofuel-profile>>. Citado 20 de marzo del 2016.

NATIONAL RENEWABLE ENERGY LABORATORY .Determination of Ash in Biomass. Enero, 2008.

NATIONAL RENEWABLE ENERGY LABORATORY. Determination of Total Solids in Biomass and Total Dissolved Process in Liquid Solids Samples. Marzo, 2008.

NATIONAL RENEWABLE ENERGY LABORATORY. Preparation of Samples for Compositional Analysis .Junio, 2008.

OLIVA, J. Efecto de los productos de degradación originados en la explosión por vapor de biomasa de chopo sobre *kluveromyces marxianus*. Tesis doctoral, Facultad de Ciencias Biológicas, Universidad Complutense de Madrid. 2003

PALACIOS German. Análisis de la producción de bioetanol de segunda generación, a partir del aprovechamiento de la fracción orgánica de residuos sólidos urbanos en Bogotá – Colombia. Bogotá 2014. Titulación como especialista Gestión de residuos sólidos. Universidad EAN. Facultad de Postgrados. Disponible en el catalogo en línea de la EAN. [en línea] disponible en:

<http://repository.ean.edu.co/bitstream/handle/10882/1562/PalaciosGerman2014.pdf?sequence=1>

RODRÍGUEZ, Ofelia., RAMOS, Andrea., CENTENO, Sara., LEAL, Laura., MARTÍNEZ, Alfredo y FERNÁNDEZ, Marco. Biotecnología: Etanol Carburante. Año 2009. Vol. 13. No 3.

SUN, Ye. y CHENG, Jiayang. Hydrolysis of lignocellulosic materials for ethanol production: a review. En: Bioresource Technology. Mayo, 2002, Vol 83, p. 1-11.

TYE, Ying. Y., LEE, Keat. T., WAN ABDULLAH, Wan. N. y LEH, Cheu Peng. The world availability of non-wood lignocellulosic biomass for the production of cellulosic ethanol and potential pretreatments for the enhancement of enzymatic saccharification. En: Renewable and Sustainable Energy Reviews, Julio, 2016, Vol. 60, p. 155-172.

ULLAH, Kifayat., SHARMA, Vinod. k., DHINGRA, Sunil., BRACCIO, Giacobbe., AHMAD, Mushtaq. y SOFIA, Sofia. Assessing the lignocellulosic biomass resources potential in developing countries: A critical review. En: Renewable and Sustainable Energy Reviews, 2015, Vol. 51, p. 682-698.

UNIDAD DE PLANEACIÓN MINERO ENERGÉTICA-UPME, Banco Interamericano de Desarrollo-BID. Integración de las energías renovables no convencionales en Colombia. 2015. ISBN: 978-958-8363-26-4.

WANG, Michael. WU, May. y HUO, Hong. Lifecycle energy and greenhouse gas emission impacts of different corn ethanol plant types. En: Environmental Research Letters. Mayo 2007, Vol. 2, p. 1–13.

ANEXOS

ANEXO A. ANALISIS GRANULOMÉTRICO

Tabla 1. Granulometría de la muestra CB2

MUESTRA CB2	PESO INICIAL (g)	3141	% RETENIDO		% ACUMULADO QUE PASA
MALLA N°	ABERTURA (mm)	PESO RETENIDO (g)	PARCIAL	ACUMULADO	
3/4	19,00	178	5,66698504	5,666985037	94,33301496
20	0,850	1204	38,3317415	43,99872652	56,00127348
80	0,180	1478	47,055078	91,05380452	8,946195479
FONDOS MALLA 80		281	8,94619548	100	0

Tabla 2. Granulometría de la muestra BR1

MUESTRA BR1	PESO INICIAL (g)	2689	% RETENIDO		% ACUMULADO QUE PASA
MALLA N°	ABERTURA (mm)	PESO RETENIDO (g)	PARCIAL	ACUMULADO	
3/4	19,00	75	2,78914094	2,789140945	97,21085906
20	0,850	912	33,9159539	36,70509483	63,29490517
80	0,180	1486	55,2621792	91,96727408	8,03272592
FONDOS MALLA 80		216	8,03272592	100	0

Tabla 3. Granulometría de la muestra BR2

MUESTRA BR2	PESO INICIAL (g)	2799	% RETENIDO		% ACUMULADO QUE PASA
MALLA N°	ABERTURA (mm)	PESO RETENIDO (g)	PARCIAL	ACUMULADO	
34	19,00	131	4,68024294	4,680242944	95,31975706
20	0,850	1071	38,2636656	42,94390854	57,05609146
80	0,180	1300	46,445159	89,38906752	10,61093248
FONDOS MALLA 80		297	10,6109325	100	0

ANEXO B. PORCENTAJE DE CENIZAS

CONTENIDO DE CENIZAS:

El contenido de cenizas se determinó en un horno mufla con rampa a 575° C durante 244 minutos con el fin de quemar los compuestos orgánicos de la biomasa. Se realizó por triplicado a la biomasa. El contenido de cenizas es reportado como porcentaje en base seca, calculado de la siguiente forma (NREL/TP 510-42622):

$$\% \text{ Contenido de Cenizas} = \left(\frac{m_2 - m}{m_1} \right) * 100$$

Donde:

m=Peso del Crisol (g)

m₁= Peso inicial de la Muestra en base seca (g)

m₂= Peso de la muestra seca más el Crisol después de remover de la mufla (g)

Tabla 1. Datos y resultados.

ID MUESTRA	ID DEL CRISOL	PESO CRISOL (g)	PESO BIOMASA (g)	PESO BIOMASA + CRISOL	HUMEDAD %	% TOTAL SOLIDO S	ODW	% CENIZAS
BR2	9	18,0879	0,7020	18,2987	7,3005	92,6995	0,6508	32,39
	8	16,3378	0,7060	16,5405	7,3005	92,6995	0,6545	30,97
	1	18,4929	0,7077	18,7537	7,3005	92,6995	0,6560	39,75
BR1	10	16,9103	0,7036	17,1019	8,2399	91,7601	0,6456	29,68
	15	21,329	0,7064	21,5318	8,2399	91,7601	0,6482	31,29
	12	16,8412	0,7092	17,0981	8,2399	91,7601	0,6508	39,48
CB2	5	16,5294	0,7064	16,6776	7,3570	92,6430	0,6544	22,65

	11	20,3768	0,7025	20,5421	7,3570	92,6430	0,6508	25,40
	16	17,5498	0,7027	17,6959	7,3570	92,6430	0,6510	22,44

ANEXO C. HUMEDADES

Debido a la alta variabilidad en el contenido de humedad en la biomasa, todos los cálculos para el análisis composicional y balances de masa se deben realizar sobre una base de peso en seco. Este procedimiento se realiza según la norma No. NREL/TP-510-42629 del laboratorio nacional de energía renovable (NREL) "Preparación de muestras para el análisis composicional". Se toman muestras de los retenidos de la malla 20 y 80 de 0,7 g \pm 0,3 mg (cada una con su duplicado como mínimo) en cajas petri (pesadas con antelación), las cuales son colocadas en un horno de secado por convección a 105 °C durante tres días; al retirar las muestras, estas deben ser introducidas en un desecador durante una hora y posteriormente pesadas. Esta metodología queda consignada en el protocolo de tamizado (ANEXO D), junto con las consideraciones que se deben tener en cuenta para el control de calidad del procedimiento del contenido de humedad

Tabla 1. Humedad de Biomasa tamizada.

ID MUESTRA			ID CAJA PETRI	PESO DE LA CAJA PETRI (g)	PESO BIOMASA HUMEDA (g)	PESO BIOMASA SECA + PETRI (g)	HUMEDAD
BR1	R. MALLA 20	ORIGINAL	1	18,9486	0,5535	19,4563	8,27462
		REPLICA	2	18,7864	0,5069	19,2502	8,50266
	R. MALLA 80	ORIGINAL	3	19,9723	0,5044	20,4359	8,08882
		REPLICA	4	23,6089	0,5041	24,0722	8,09363
BR2	R. MALLA 20	ORIGINAL	5	15,8028	0,5017	16,2667	7,53438
		REPLICA	6	18,4169	0,5042	18,8825	7,65569
	R. MALLA 80	ORIGINAL	7	20,2811	0,5058	20,752	6,89996
		REPLICA	8	18,5825	0,5076	19,054	7,11190
	R. MALLA 20	ORIGINAL	9	13,9157	0,5021	14,3785	7,82713
		REPLICA	10	19,3597	0,5038	19,8265	7,34418

CB2	R. MALLA 80	ORIGINAL	11	20,0943	0,5041	20,562	7,22079
		REPLICA	12	18,1827	0,5074	18,6544	7,03587
Fecha: 10/11/2015						PROMEDIO	7,63247

Tabla 2. Humedad de Biomasa impregnada para prueba en el Reactor

ID CAJA PETRI	PESO DE LA CAJA PETRI (g)	PESO BIOMASA HUMEDA (g)	PESO BIOMASA SECA + PETRI (g)	HUMEDAD
3	19,9736	0,503	20,1598	62,9821074
4	23,6108	0,5023	23,7858	65,1602628
5	15,8028	0,5103	15,9962	62,1007251
6	18,4413	0,5067	18,5863	71,3834616
Fecha: 11/12/2015			PROMEDIO	65,4066392

Tabla 3. Humedad de Biomasa impregnada para prueba en el Reactor

ID CAJA PETRI	PESO DE LA CAJA PETRI (g)	PESO BIOMASA HUMEDA (g)	PESO BIOMASA SECA + PETRI (g)	HUMEDAD
1	18,9473	0,704	19,1864	66,0369318
2	18,7874	0,7057	19,0055	69,0945161
3	19,9728	0,7024	20,1826	70,1309795
4	23,6079	0,7067	23,8259	69,1523985
5	15,8021	0,7037	16,0395	66,264033
6	18,4168	0,7077	18,6463	67,5710047
Fecha: 28/11/2015			PROMEDIO	68,0416439

Tabla 4. Humedad a la salida del Sinfín de Alimentación.

ID CAJA PETRI	PESO DE LA CAJA PETRI (g)	PESO BIOMASA HUMEDA (g)	PESO BIOMASA SECA + PETRI (g)	HUMEDAD
13	22,7354	1,0059	23,4872	25,2609603

14	19,0327	1,0228	19,7903	25,9288228
Fecha: 01/12/2015			PROMEDIO	25,5948916

Tabla 5. Humedad de biomasa impregnada para prueba en el reactor.

ID CAJA PETRI	<i>PESO DE LA CAJA PETRI (g)</i>	PESO BIOMASA HUMEDA (g)	PESO BIOMASA SECA + PETRI (g)	HUMEDAD
2	18,786	0,7002	19,0056	68,6375321
3	19,8717	0,7009	20,1795	56,0850335
Fecha: 17/03/2016			PROMEDIO	62,3612828

Tabla 6. Humedad a la salida del Sinfín de Alimentación.

ID CAJA PETRI	<i>PESO DE LA CAJA PETRI (g)</i>	PESO BIOMASA HUMEDA (g)	PESO BIOMASA SECA + PETRI (g)	HUMEDAD
6	18,4179	0,7005	19,0146	14,8179872
4	23,6094	0,7007	24,2103	14,2429
Fecha: 19/03/2016			PROMEDIO	14,5304436

Tabla 7. Humedad al final del proceso.

ID CAJA PETRI	<i>PESO DE LA CAJA PETRI (g)</i>	PESO BIOMASA HUMEDA (g)	PESO BIOMASA SECA + PETRI (g)	HUMEDAD
10	19,3601	0,7007	19,8862	24,9179392
11	20,0944	0,7008	20,6243	24,3864155
Fecha: 19/03/2016			PROMEDIO	24,6521774

Tabla 8. Humedad de biomasa impregnada para prueba en el reactor.

ID CAJA PETRI	<i>PESO DE LA CAJA PETRI (g)</i>	PESO BIOMASA HUMEDA (g)	PESO BIOMASA SECA + PETRI (g)	HUMEDAD
12	18,1829	0,7009	18,4721	58,7387644
13	22,7363	0,7006	23,0193	59,606052
Fecha: 11/04/2016			PROMEDIO	59,1724082

Tabla 9. Humedad a la salida del Sinfín de Alimentación.

ID CAJA PETRI	<i>PESO DE LA CAJA PETRI (g)</i>	PESO BIOMASA HUMEDA (g)	PESO BIOMASA SECA + PETRI (g)	HUMEDAD
15	18,3763	0,7009	18,8099	38,1366814
9	13,9151	0,7006	14,2619	50,4995718
Fecha: 13/04/2016			PROMEDIO	44,3181266

Tabla 10. Humedad al final del proceso.

ID CAJA PETRI	<i>PESO DE LA CAJA PETRI (g)</i>	PESO BIOMASA HUMEDA (g)	PESO BIOMASA SECA + PETRI (g)	HUMEDAD
14	19,0331	0,7002	19,5118	31,6338189
5	15,8028	0,7002	16,1867	45,1728078
Fecha: 13/04/2016			PROMEDIO	38,4033133

Tabla 11. Humedad de biomasa impregnada para prueba en el reactor.

ID CAJA PETRI	PESO DE LA CAJA PETRI (g)	PESO BIOMASA HUMEDA (g)	PESO BIOMASA SECA + PETRI (g)	HUMEDAD
14	19,0303	0,7001	19,1916	76,9604342
15	18,3749	0,7005	18,5323	77,5303355
Fecha: 18/04/2016			PROMEDIO	77,2453848

Tabla 12. Humedad a la salida del Sinfín de Alimentación.

ID CAJA PETRI	PESO DE LA CAJA PETRI (g)	PESO BIOMASA HUMEDA (g)	PESO BIOMASA SECA + PETRI (g)	HUMEDAD
9	13,9152	0,7008	14,4747	20,1626712
11	20,0942	0,7009	20,6552	19,9600514
Fecha: 18/04/2016			PROMEDIO	20,0613613

Tabla 13. Humedad al final del proceso.

ID CAJA PETRI	PESO DE LA CAJA PETRI (g)	PESO BIOMASA HUMEDA (g)	PESO BIOMASA SECA + PETRI (g)	HUMEDAD
10	19,3603	0,7	19,7131	49,60000
6	18,4192	0,7006	18,7752	49,1864116
Fecha: 18/04/2016			PROMEDIO	49,3932058