

Sinergia de residuos de café y estiércol que garantice la eficiencia de la Co-Digestión anaeróbica
a operación semicontinuo en biorreactor tubular

Juan Diego Rodríguez Reyes y Carlos Alberto García Roperó

Trabajo de Grado para optar al Título de Ingeniero Químico

Director:

Humberto Escalante Hernández

Ingeniero Químico, Ph. D.

Codirectores:

Liliana Del Pilar Castro Molano

Ingeniera Química, Ph. D.

Universidad Industrial de Santander

Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas

Escuela de Ingeniería Química

Bucaramanga

2026

Dedicatoria

A Dios por darme la vida, la salud y la fortaleza para culminar este proceso.

A mi madre, Luz, por siempre estar allí para brindarme su apoyo, su guía y su amor incondicional. Gracias por aconsejarme e impulsarme a ser mejor.

A mi hermana, Fernanda, porque desde niños siempre creyó en mí, me acompañó en cada paso que daba y me apoyó en cada decisión que tomé. Gracias por siempre estar a mi lado.

A mi compañera de vida, Meily, por escucharme y motivarme para nunca desistir. Gracias por confiar en mí y por siempre tener la disposición de ayudarme.

A mis primeros compañeros de universidad, Mario y Fabián, por su compañía en los momentos buenos y malos que vivimos como foráneos.

A mi gran amiga, Karen, por su apoyo incondicional. Gracias por acompañarme en esta etapa universitaria, por darme consejos cuando los necesité.

A mi gran amigo Sebastián, por estar cuando más le necesité, por ayudarme y motivarme a dar lo mejor de mí, por demostrarme que el esfuerzo siempre vale la pena y que rendirse no es opción.

A mi mejor amigo Briayan, que a pesar de la distancia siempre tuvo palabras de aliento y chistes para seguir adelante.

A mi compañero, Juan Diego, por acompañarme en la recta final de mi carrera. Gracias por siempre ser un apoyo en que cada trabajo que compartimos.

Carlos Alberto García Ropero

Agradecimientos

A la Universidad Industrial de Santander, por brindarnos un espacio de formación integral y por abrirnos las puertas a un cuerpo docente excepcional, cuya dedicación y conocimiento marcaron nuestro camino profesional.

A los profesores Humberto Escalante y Liliana Castro, quienes compartieron su experiencia y saberes con generosidad, paciencia y compromiso. Su acompañamiento constante fue determinante para orientar el desarrollo y consolidación de este trabajo.

Al magíster María Paula Garay, por su respaldo permanente, por sus enseñanzas y por sus consejos oportunos en cada etapa del proceso. Su compromiso y disposición fueron piezas clave para la culminación de esta tesis.

A María José Uribe Muñoz y Vianka Alejandra Murcia, por su valiosa contribución y por acompañarnos durante el desarrollo de este trabajo, aportando desde su experiencia y conocimiento.

Al grupo de investigación INTERFASE y al laboratorio de Digestión Anaeróbica, por poner a nuestra disposición un entorno de aprendizaje y los recursos necesarios para llevar a cabo las pruebas experimentales.

A Don Guillermo, por su colaboración constante en los ensayos de laboratorio y por su disposición permanente para apoyar cada tarea que emprendimos.

Tabla de contenido

Introducción	13
1. Objetivos.....	16
1.1 Objetivo general.....	16
1.2 Objetivos específicos.....	16
2. Marco conceptual.....	17
2.1 Digestión anaerobia	17
2.2 Co-digestión anaerobia.....	17
2.3 Residuos del beneficio húmedo del café y estiércol bovino como sustratos de DA... 	18
2.4 Potencial bioquímico de metano (PBM) y parámetros de estabilidad	19
2.5 Efecto sinérgico en la co-digestión anaerobia.....	20
2.6 Métodos de optimización estadística	21
2.7 Digestores a escala banco y variables operacionales en régimen semicontinuo.....	21
2.8 Eficiencia del proceso de digestión anaerobia	22
3. Estado del arte.....	23
4. Metodología	25
4.1 Análisis sinérgico de residuos de café y estiércol bovino: relación entre AGV y producción de metano.....	26
4.1.1 Recolección y caracterización del inóculo y sustratos.....	26

4.1.2	Diseño experimental para determinar el potencial de biometanización	28
4.1.3	<i>Determinación de potencial de biometanización y concentración de ácidos grasos volátiles.</i>	<i>31</i>
4.1.4	<i>Estimación de los parámetros cinéticos de producción de metano</i>	<i>33</i>
4.1.5	<i>Evaluación del efecto sinérgico</i>	<i>34</i>
4.1.6	<i>Optimización multirrespuesta para la selección de la mezcla óptima.....</i>	<i>35</i>
4.2	Implementación y monitoreo del proceso semicontinuo a escala banco.....	36
4.2.1	<i>Condiciones de operación y puesta en marcha del biodigestor a escala banco.....</i>	<i>36</i>
4.2.2	<i>Monitoreo de producción de metano y de la estabilidad del proceso.</i>	<i>39</i>
5.	Resultados.....	40
5.1	Análisis sinérgico de residuos de café y estiércol bovino: relación entre AGV y producción de metano.....	40
5.1.1	<i>Caracterización de la pulpa y aguas mieles de café (sustratos), estiércol bovino (cosustrato) y el lodo de estiércol bovino empleado como inóculo</i>	<i>40</i>
5.1.2	<i>Determinación de potencial de biometanización y evaluación de la estabilización del proceso DA en sistema discontinuo.....</i>	<i>44</i>
5.1.2.1	Potencial de biometanización (PBM).	44
5.1.2.2	Estabilidad del proceso en co-digestión.	47
5.1.3	<i>Estimación de la cinética del proceso.....</i>	<i>50</i>
5.1.4	<i>Evaluación de efectos sinérgicos de las co-digestiones</i>	<i>57</i>
5.1.5	<i>Modelamiento Estadístico y Superficies de Respuesta del Diseño de Mezclas.....</i>	<i>60</i>

5.1.5.1	Modelamiento del Potencial Bioquímico de Metano (PBM).....	61
5.1.5.2	Modelamiento de la Acumulación de Ácidos Grasos Volátiles (AGV).....	63
5.1.5.3	Optimización Multirrespuesta mediante Función de Deseabilidad Global.	67
5.2	Monitoreo de la estabilidad del proceso de CoDA de residuos de café con estiércol bovino	68
5.2.1	<i>Dinámica de degradación de materia orgánica evaluada a partir de SV y DQO en semicontinuo</i>	68
5.2.2	<i>Producción de biogás</i>	71
5.2.3	<i>Evolución de la concentración de AGV y del pH en régimen semicontinuo</i>	74
6.	Resiliencia del sistema	75
6.1	Estrategia de recuperación del sistema.....	75
6.2	Producción de biogás post inhibición.....	78
6.3	Monitoreo de la concentración de AGV y del pH en sistema semicontinuo post-inhibición	79
6.4	Monitoreo de la degradación de la materia orgánica en términos de SV y DQO post-inhibición	81
7.	Conclusiones	83
8.	Recomendaciones	85
	Referencias bibliográficas	87

Lista de Tablas

Tabla 1. Parámetros medidos para la caracterización de los sustratos y el inóculo.....	27
Tabla 2. Proporciones de mezclas en términos de SV a partir de Minitab	30
Tabla 3. Criterios evaluativos de sinergia.....	34
Tabla 4. Caracterización de sustratos e inóculo	40
Tabla 5. Parámetros: AGV, Capacidad buffer, pH, y PBM de las diferentes mezclas evaluadas.	47
Tabla 6. Parámetros cinéticos obtenidos mediante los modelos de Gompertz modificado y de primer orden en las diferentes mezclas evaluadas	50
Tabla 7. Efectos sinérgicos de las distintas mezclas evaluadas	58
Tabla 8. Estrategia de estabilización y recuperación de actividad microbiana del biodigestor...	77

Lista de Figuras

Figura 1. Diagrama metodológico de la investigación	26
Figura 2. Superficie de respuesta PBM.....	28
Figura 3. Diseño Experimental	30
Figura 4. Esquema de biodigestor tubular escala banco	37
Figura 5. Transición de la alimentación hacia la mezcla ternaria de co-sustratos.....	38
Figura 6. Potencial de biometanización acumulado para las mezclas evaluadas	44
Figura 7. Producción acumulada de metano en función del tiempo para las mono-digestiones evaluadas.....	51
Figura 8. Producción acumulada de metano en función del tiempo para las mezclas binarias evaluadas.....	54
Figura 9. Producción acumulada de metano en función del tiempo para las mezclas ternarias evaluadas.....	56
Figura 10. Gráfica de contorno de mezcla del Potencial Bioquímico de Metano (PBM) en el simplex restringido.....	62
Figura 11. Gráfica de contorno de mezcla de Ácidos Grasos Volátiles (AGV):.....	65
Figura 12. Comportamiento de SV (ordenada izquierda) y DQO (ordenada derecha) a la entrada (afluente) y salida (efluente) del biodigestor	69
Figura 13. Producción de metano acumulada (ordenada izquierda) y su composición molar (ordenada derecha).....	71
Figura 14. Concentración de AGV (ordenada izquierda) y pH del efluente en el biodigestor (ordenada derecha).....	74

Figura 15. Producción de metano acumulada (ordenada izquierda) y su composición molar (ordenada derecha) post-inhibición.....	78
Figura 16. Concentración de AGV y el pH del efluente en el biodigestor post-inhibición.....	80
Figura 17. Comportamiento de los sólidos volátiles(ordenada izquierda) y DQO (ordenada derecha) a la entrada (afluente) y salida (efluente) del biodigestor post-inhibición.....	81

Glosario

AGV: ácidos grasos volátiles

AM: aguas mieles de café

BD: biodigestor

CoDA: co-digestión anaerobia

DA: digestión anaerobia

DQO: demanda química de oxígeno

EB: estiércol bovino

P: pulpa de café

PBM: potencial bioquímico de metano

ST: sólidos totales

SV: sólidos volátiles

TRH: tiempo de retención hidráulica

VCO: velocidad de carga orgánica

Resumen

Título: Sinergia de residuos de café y estiércol que garantice la eficiencia de la Co-Digestión anaeróbica a operación semicontinuo en biorreactor tubular. *

Autores: Juan Diego Rodríguez Reyes, Carlos Alberto García Ropero**

Palabras Clave: Co-digestión anaerobia, Optimización multirrespuesta, Residuos del café, Ácidos grasos volátiles, Estabilidad metabólica, Potencial bioquímico de metano.

Descripción:

El procesamiento del café genera pulpa y aguas mieles, dos residuos con gran potencial energético pero que, al fermentar rápidamente, acumulan ácidos grasos volátiles (AGV) y desestabilizan la digestión anaerobia. Para evitarlo, este estudio evaluó la co-digestión de estos residuos utilizando estiércol bovino como agente estabilizador. Mediante un diseño de mezclas simplex-lattice, analizamos el potencial bioquímico de metano (PBM). Evaluados por separado, las aguas mieles alcanzaron el mayor rendimiento ($741,73 \text{ NL CH}_4 \text{ kg SV}^{-1}$), seguidas por la pulpa ($457,41$) y el estiércol ($342,16$). Aunque los modelos estadísticos evidenciaron un efecto antagónico en la producción total de biogás al mezclar los tres sustratos, demostraron que la verdadera ventaja del sistema es que el estiércol logra frenar eficazmente los AGV. La optimización determinó que la mezcla ideal es 50 % aguas mieles, 25 % pulpa y 25 % estiércol bovino (en sólidos volátiles). Esta proporción proyectó un PBM de $501,25 \text{ NL CH}_4 \text{ kg SV}^{-1}$ y mantuvo los AGV controlados en $484,72 \text{ mg L}^{-1}$. Al probar esta combinación en un biodigestor tubular semicontinuo, el sistema funcionó de forma estable produciendo $1,4 \text{ NL CH}_4$ al día, con remociones de materia orgánica del 55 % (SV) y 48 % (DQO). Sin embargo, tras 96 días de operación continua, el rendimiento decayó debido a una nueva acumulación de AGV.

*Trabajo de Grado

**Facultad de Ingenierías Fisicoquímica. Escuela de Ingeniería Química.

Director: Humberto Escalante Hernández. Ingeniero Químico, PhD. Co-directores: Liliana del Pilar Castro Molano. Ingeniera Química, PhD. Maria Paula Garay Jácome. Ingeniera Química, M.Sc.

Abstract

Title: Synergy between coffee waste and manure ensuring the efficiency of anaerobic co-digestion in a semi-continuously operated tubular bioreactor. *

Authors: Juan Diego Rodríguez Reyes, Carlos Alberto García Roperó**

Keywords: Anaerobic co-digestion, Multi-response optimization, Coffee residues, Volatile fatty acids, Metabolic stability, Biochemical methane potential.

Description:

Coffee processing generates pulp and coffee wastewater, two residues with great energy potential but which, upon fermenting rapidly, accumulate volatile fatty acids (VFAs) and destabilize anaerobic digestion. To prevent this, this study evaluated the co-digestion of these residues using bovine manure as a stabilizing agent. Using a simplex-lattice mixture design, we analyzed the biochemical methane potential (BMP). Evaluated separately, the coffee wastewater achieved the highest yield ($741.73 \text{ NL CH}_4 \text{ kg VS}^{-1}$), followed by the pulp (457.41) and the manure (342.16). Although statistical models showed an antagonistic effect on total biogas production when mixing the three substrates, they demonstrated that the true advantage of the system is that the manure effectively curbs VFAs. Optimization determined that the ideal mixture is 50% coffee wastewater, 25% pulp, and 25% bovine manure (based on volatile solids). This proportion projected a BMP of $501.25 \text{ NL CH}_4 \text{ kg VS}^{-1}$ and kept VFAs controlled at 484.72 mg L^{-1} . When testing this combination in a semi-continuous tubular biodigester, the system operated stably, producing 1.4 NL CH_4 per day, with organic matter removals of 55% (VS) and 48% (COD). However, after 96 days of continuous operation, the yield declined due to a new accumulation of VFAs.

*Degree Work

**Faculty of Physical-Chemical Engineering. School of Chemical Engineering.

Director: Humberto EscalanteHernández. Chemical Engineer, PhD. Co-directors: Liliana del Pilar Castro Molano. Chemical Engineer, PhD. Maria Paula Garay Jácome. Chemical Engineer, M.Sc.

Introducción

Colombia es reconocida internacionalmente por su destacada producción cafetera, exportando a más de 36 países. Según la Federación Nacional de Cafeteros, en el país existen aproximadamente 842.000 hectáreas cultivadas, las cuales están distribuidas en 603 municipios cafeteros (Peralta, 2023), lo que generó ingresos al país de aproximadamente COP 19 billones entre marzo de 2024 y abril del 2025 (Pinto Duitama, 2025). Sin embargo, este pilar de la economía nacional, también representa una grave problemática ambiental debido a la contaminación asociada a los residuos generados durante el beneficio del café.

Tradicionalmente en Colombia, el café se procesa mediante el beneficio húmedo, donde el agua es el principal componente para la extracción del grano. En este proceso aproximadamente el 90,5% del fruto es descartado como biomasa residual, principalmente en forma de aguas mieles y pulpa (Acarley y Quipuzco, 2020). Estos residuos, por lo general, no tienen una adecuada gestión y generan un lixiviado caracterizado por su acidez (pH entre 4 y 4,5) (Rattan et al., 2015). Asimismo, presentan una alta carga orgánica con una Demanda Química de Oxígeno (DQO) cercana a los 27.400mg/L (Acarley y Quipuzco, 2020), sólidos totales entre los 15.000 y 25.000 mg/L (Rattan et al., 2015), y una concentración significativa de ácidos grasos volátiles (AGV) que puede superar los 1.300 mg $\text{CH}_3\text{COOH L}^{-1}$ debido a la rápida fermentación de sus azúcares (Gómez-Salcedo et al., 2021). Consecuentemente, la incorrecta disposición de los residuos de café representa un riesgo ambiental para los cuerpos de agua y suelos, ya que contribuyen a la eutrofización y la degradación de ecosistemas acuáticos (Anaya Cabrera, 2023).

Pese a este impacto negativo, los residuos del beneficio del café contienen proporciones significativas de macromoléculas, destacándose un contenido de carbohidratos que puede alcanzar el 73% en base seca (BS) en las aguas mieles y niveles de proteína cercanos al 57% en BS en la

pulpa (Guerrero y Ocampo, 2023). Por lo anterior, los residuos de café tienen un gran potencial como fuente de energía in situ mediante la digestión anaeróbica (DA). La DA es llevada a cabo en condiciones controladas en ausencia de oxígeno, donde la materia orgánica es transformada en una mezcla de gases denominada biogás, compuesto mayoritariamente por metano (Appels et al., 2008). No obstante, cuando los residuos se digieren de forma aislada (mono-digestión), su alto contenido de azúcares de fácil asimilación propicia una acumulación excesiva de ácidos grasos volátiles (AGV). Esta acumulación es el resultado de un desfase cinético entre las poblaciones microbianas; es decir, las bacterias fermentativas y acidogénicas actúan rápidamente produciendo ácidos a un ritmo muy superior al que las arqueas metanogénicas —de crecimiento mucho más lento— pueden consumirlos. Este desbalance en las velocidades de reacción provoca una caída drástica del pH en el medio, ocasionando la inhibición parcial o total del proceso de producción de biogás (Chen et al., 2019; Song et al., 2014).

Para superar esta inhibición, una alternativa viable es la co-digestión anaerobia (CoDA), esta consiste en la digestión conjunta de dos o más sustratos, en este caso los sustratos a utilizar son residuos del café en conjunto con estiércol bovino. Este último, es un co-sustrato de interés debido a que presenta una alta capacidad buffer y un aporte nutricional complementario; estas características facilitan la neutralización de los ácidos y el equilibrio de los nutrientes, garantizando la estabilidad del proceso (Escalante-Hernández et al., 2017; Gómez y Rodríguez, 2025). Sin embargo, el principal desafío técnico para la implementación de esta tecnología radica en la alta susceptibilidad a la acidificación del bioproceso. Aunque el estiércol bovino aporta capacidad amortiguadora, una proporción inadecuada en la mezcla multicomponente genera una rápida acumulación de ácidos grasos volátiles (AGV) que supera la tasa de consumo de las arqueas metanogénicas, provocando caídas de pH y el colapso del sistema.

Por consiguiente, para mitigar este riesgo operacional y garantizar la viabilidad técnica del bioproceso, es indispensable comprender primero cómo interactúan metabólicamente estos co-sustratos. A partir de esta necesidad técnica, el presente trabajo de grado se orienta a dar respuesta a la siguiente pregunta de investigación: ¿Cómo influye la sinergia de la co-digestión anaerobia de residuos de café con estiércol bovino en la cinética de degradación, la generación de ácidos grasos volátiles y la producción de metano?

1. Objetivos

1.1 Objetivo general

Analizar el efecto sinérgico de la co-digestión anaerobia de residuos de café con estiércol bovino, mediante la evaluación conjunta de la producción de biogás y ácidos grasos volátiles en un biodigestor a escala banco.

1.2 Objetivos específicos

- Determinar los efectos sinérgicos de la co-digestión anaerobia de los residuos de café con estiércol bovino, a partir del análisis entre el potencial de biometanización los parámetros cinéticos y la generación de ácidos grasos volátiles, en operación Batch a escala laboratorio.
- Evaluar la eficiencia del proceso de co-digestión anaerobia , a partir de la mejor mezcla sinérgica, en operación semicontinua en un reactor tubular a escala de laboratorio.

2. Marco conceptual

2.1 Digestión anaerobia

La digestión anaerobia (DA) es un proceso biológico donde la materia orgánica se degrada en ausencia de oxígeno mediante la acción secuencial de diversos consorcios microbianos. Esta tecnología permite estabilizar los residuos orgánicos y recuperar energía en forma de biogás y se desarrolla en cuatro etapas metabólicas: hidrólisis, acidogénesis, acetogénesis y metanogénesis. Por medio de este proceso, las moléculas se transforman en compuestos solubles y ácidos grasos volátiles (AGV), los cuales finalmente se consumen para la generación de metano (Appels et al., 2008).

Los principales productos de la DA son el biogás y el digestato (Chen et al., 2008). Dicho biogás está compuesto en gran parte por metano (CH_4) y dióxido de carbono (CO_2), siendo la fracción de metano, el principal indicador del rendimiento energético, puesto que este es el componente combustible responsable del poder calorífico del biogás (aproximadamente 35,8 MJ/m³ de CH_4) y refleja la eficiencia de conversión orgánica (Appels et al., 2008). Por su parte, el digestato corresponde al material de residuo estabilizado el cual puede ser empleado como biofertilizante debido a su retención de nutrientes (Appels et al., 2008).

2.2 Co-digestión anaerobia

La co-digestión anaerobia (CoDA) consiste en el tratamiento simultáneo de dos o más sustratos orgánicos en un mismo sistema de digestión anaerobia con el propósito de mejorar la estabilidad del proceso y aumentar la producción de biogás en comparación con la digestión individual de cada sustrato (Xie et al., 2016). Esta práctica se fundamenta en la

complementariedad fisicoquímica de los residuos, permitiendo balancear la relación carbono-nitrógeno, equilibrar nutrientes y mejorar la capacidad tampón del sistema (Li et al., 2021).

Al lograr esta complementariedad, el sistema puede experimentar un efecto sinérgico. Este concepto se utiliza para evaluar de manera cuantitativa si el desempeño observado en la co-digestión supera el rendimiento esperado por el promedio ponderado de los sustratos individuales. Un efecto sinérgico positivo evidencia interacciones favorables entre las comunidades microbianas, potenciando la degradación de la materia orgánica y la conversión final a biogás (Xie et al., 2016).

No obstante, diversos estudios han demostrado que la sinergia depende de las proporciones específicas de los sustratos y de las condiciones de operación, por lo que su evaluación requiere análisis experimentales que permitan identificar configuraciones óptimas de mezcla (Karki et al., 2022).

2.3 Residuos del beneficio húmedo del café y estiércol bovino como sustratos de DA

Tradicionalmente, el café ha sido procesado por medio del beneficio húmedo, proceso que requiere un importante volumen de agua para la extracción del grano y que produce residuos con un alto contenido de materia orgánica biodegradable, donde sobresalen la pulpa de café (20.000 mg O₂ L⁻¹) (Beux et al., 2003) y los efluentes líquidos denominados como aguas mieles (50.000 mg DQO L⁻¹) (Rattan et al., 2015). Estos residuos contienen compuestos fácilmente fermentables como azúcares y pectinas, lo que los convierte en sustratos potencialmente aprovechables (Chala et al., 2018).

No obstante, la mono-digestión de estos residuos del café presenta fuertes limitaciones operacionales asociadas con una rápida producción de intermediarios fermentativos y un

importante riesgo de acidificación que afecta la estabilidad del proceso y disminuye drásticamente la producción de metano (Karki et al., 2025). Por el contrario, el estiércol bovino es uno de los sustratos más utilizados en digestión anaerobia debido a su contenido de microorganismos activos, nutrientes esenciales y compuestos alcalinos, los cuales aportan una alta capacidad tampón al sistema (Li et al., 2021). Por lo que el estiércol bovino actúa como un estabilizador químico y microbiológico ideal frente a la acidez inherente de los residuos cafeteros.

Dado este riesgo de acidificación en los residuos del café, y contrastando con la natural capacidad buffer del estiércol bovino, resulta imperativa su mezcla. No obstante, existe un vacío en la literatura respecto a la co-digestión simultánea y continua o semicontinua de estos tres sustratos bajo esquemas que optimicen el metano controlando la estabilidad del proceso.

2.4 Potencial bioquímico de metano (PBM) y parámetros de estabilidad

El Potencial Bioquímico de Metano (PBM) constituye una herramienta experimental estandarizada en régimen discontinuo (batch) que permite determinar la máxima cantidad de metano que puede producir una biomasa por unidad de sólidos volátiles bajo condiciones óptimas (Holliger et al., 2016). Para garantizar la estabilidad metabólica y la fiabilidad de los ensayos PBM, es indispensable evaluar simultáneamente factores intrínsecos del proceso. El primero es la Relación Inóculo-Sustrato (RIS), la cual debe ajustarse para proveer suficiente biomasa activa que asimile las cargas rápidas. El segundo es el monitoreo de los Ácidos Grasos Volátiles (AGV), como el ácido acético, propiónico y butírico. Un desbalance donde la producción de AGV supere su consumo indica inestabilidad, caídas de pH y deterioro energético (Wang et al., 2009; Harirchi et al., 2022).

Asimismo, la evaluación integral del PBM requiere un análisis de la cinética del proceso. La aplicación de modelos matemáticos (como los de Primer Orden o Gompertz Modificado) permite estimar parámetros fundamentales como la tasa máxima de producción de metano, la constante cinética y el tiempo de latencia de las poblaciones bacterianas, brindando información crucial sobre las dinámicas de hidrólisis y metanogénesis del sustrato.

2.5 Efecto sinérgico en la co-digestión anaerobia

En la co-digestión anaerobia, el efecto sinérgico se produce cuando el resultado experimental del sistema se diferencia del comportamiento teórico aditivo de sus componentes individuales (Astals et al., 2014). Dicho efecto sinérgico se cuantifica comparando el valor experimental frente a un promedio ponderado teórico, y puede evaluarse en tres dimensiones complementarias

- Potencial Bioquímico de Metano (PBM): el índice de sinergia respecto al PBM (ϕ PBM) evalúa si la producción de metano de la mezcla es superior a la esperada por aditividad lineal de las mono-digestiones. Un valor superior a 1 indica que la complementariedad fisicoquímica de los sustratos favorece la producción, mientras que un valor inferior a 1 refleja una reducción respecto a lo esperado. (Castro et al., 2019)
- Parámetros cinéticos: el índice de sinergia cinético (ϕ k) busca evaluar los cambios de la velocidad de degradación del sistema. Una sinergia positiva se manifiesta en función a un aumento en la constante cinética (k) y en la tasa máxima de producción de metano, así como en una reducción del tiempo de latencia (Karki et al., 2022). Un valor superior a 1 implica que la interacción de los sustratos acelera la dinámica global del proceso respecto a la degradación individual de cada componente.

- Ácidos Grasos Volátiles (AGV): el índice de sinergia referente a los AGV (ϕ_{AGV}) actúa como un indicador de la estabilidad del proceso, dado que los AGV son intermediarios intermedios que al acumularse pueden llegar a provocar acidificación e inhibición de la digestión anaerobia. Valores por debajo de 1 indican que la mezcla está acumulando menos AGV de lo esperado por aditividad, lo cual se relaciona con una mayor estabilidad operacional, mientras que valores superiores a 1 describen una acumulación mayor de AGV de lo esperado (Li et al., 2021).

2.6 Métodos de optimización estadística

Dado que la sinergia metabólica en la co-digestión depende de las proporciones exactas de cada sustrato, se requieren herramientas matemáticas predictivas. Para mapear de modo sistemático las interacciones entre los co-sustratos se opta por diseños de mezclas como el Simplex-Lattice de grado 3 ($m=3$, $q=3$) (Cornell, 2002). Esta estructura estadística delimita un espacio geométrico con 10 puntos experimentales, de tal forma que el diseño se encuentra adecuadamente balanceado y permite analizar las mono-digestiones y las mezclas multicomponentes.

Posterior a la recolección de datos experimentales, la combinación óptima se selecciona a través de una optimización multirrespuesta en el software Minitab utilizando la función de deseabilidad (Derringer & Suich, 1980). Este procedimiento modela matemáticamente el sistema para así encontrar las proporciones exactas de residuos de café y estiércol bovino que permitan obtener la máxima producción de metano y minimizar la acumulación de AGV.

2.7 Digestores a escala banco y variables operacionales en régimen semicontinuo

Al escalar el proceso anaerobio de condiciones discontinuas (batch) a regímenes dinámicos (semicontinuos o continuos en reactores tubulares), el control del bioproceso se fundamenta en

variables operacionales de flujo. Entre las más importantes destaca la Velocidad de Carga Orgánica (VCO), la cual define la cantidad de materia orgánica (expresada en kg de SV) introducida al biodigestor por unidad de volumen útil y por día. Operar a altas VCO incrementa el rendimiento volumétrico, pero eleva el riesgo de inhibición por sobrecarga ácida. En estrecha relación se encuentra el Tiempo de Retención Hidráulica (TRH), que representa el tiempo promedio que el sustrato permanece en el reactor. Un TRH adecuado es esencial para garantizar que las comunidades microbianas, especialmente las arqueas de crecimiento lento, tengan el tiempo suficiente para degradar los compuestos intermedios y evitar el colapso del sistema.

2.8 Eficiencia del proceso de digestión anaerobia

La eficiencia de la digestión anaerobia se evalúa desde dos enfoques complementarios: la gestión de residuos y la valorización energética (Appels et al., 2008).

Desde la gestión ambiental, la eficiencia radica en la estabilización de la materia orgánica para minimizar su impacto contaminante y se comprueba directamente mediante la disminución de parámetros como la demanda química de oxígeno (DQO) y los sólidos volátiles (SV), así como mediante la eliminación de compuestos inhibitorios (Wu et al., 2019).

Desde un enfoque de valorización, la eficiencia es la capacidad del sistema de convertir dichos residuos en biogás aprovechable. Para ello, el parámetro clave no es únicamente el volumen total producido en el proceso, sino la calidad del biogás obtenido; en particular su proporción de metano, la cual determina su poder calorífico real y su viabilidad energética (Angelidaki et al., 2011).

3. Estado del arte

La valorización energética de los residuos sólidos y líquidos generados en el beneficio húmedo del café, principalmente pulpa, y aguas mieles, mediante digestión anaerobia ha sido explorada principalmente a través ensayos discontinuos de potencial bioquímico de metano (PBM). La literatura evidencia que la eficiencia del proceso depende de la composición estructural de cada residuo. Por un lado, la pulpa y el mucílago poseen una alta fracción de compuestos solubles fácilmente biodegradables que favorecen la rápida producción de metano; por otro lado, el pergamino presenta una matriz lignocelulósica altamente fibrosa y recalcitrante que limita severamente su degradación. Específicamente, Chala et al. (2018) realizaron ensayos de biodegradabilidad anaerobia utilizando como sustratos pulpa, mucílago y pergamino de café a 37 °C durante 38 días. Los resultados obtenidos demostraron que el mayor rendimiento se obtuvo con el mucílago de café ($294,5 \pm 9,6 \text{ NL CH}_4 \text{ kg}^{-1} \text{ SV}$), seguido de la pulpa ($244,7 \pm 6,4 \text{ NL CH}_4 \text{ kg}^{-1} \text{ SV}$), mientras que el pergamino solo alcanzó $31,1 \pm 2,0 \text{ NL CH}_4 \text{ kg}^{-1} \text{ SV}$.

Adicionalmente, para los residuos sólidos del beneficio húmedo del café se ha reportado que la respuesta del sistema anaerobio depende significativamente de variables operacionales como la velocidad de carga orgánica, la relación inóculo-sustrato y las condiciones del pH. Gómez-Salcedo et al. (2021) evaluaron la digestión de pulpa fresca, pulpa congelada y cáscara de café en régimen discontinuo y semicontinuo a temperatura mesofílica, y reportaron para la pulpa fresca un rendimiento de $259,80 \pm 15 \text{ NL CH}_4 \text{ kg}^{-1} \text{ SV}$. No obstante, cabe señalar que estos advirtieron que el incremento de la carga orgánica (más de $0,5 \text{ g SV L}^{-1} \text{ d}^{-1}$) tiene efectos negativos sobre el funcionamiento del sistema, ya que provoca la acumulación de intermedios ácidos al tiempo que disminuye drásticamente la producción de metano.

En cuanto a los residuos líquidos como las aguas mieles, si bien han demostrado potencial como sustratos para la producción de biogás mediante digestión anaerobia (en particular con estiércol bovino como inóculo en ensayos discontinuos a escala laboratorio), el potencial de los residuos de café para su valorización energética está asociado a su fracción orgánica soluble, propiciando así una pronta disponibilidad del sustrato para las comunidades microbianas anaerobias. Por otro lado, la propia fracción orgánica es una limitación al incremento de la fermentación del medio ya que puede generar la acumulación de AGV que, al superar la capacidad tampón del sistema, puede inducir a una caída de pH e inhibición de la actividad metanogénica (Acarley y Quipuzco, 2020).

Esta tendencia a la rápida acidificación, junto con la presencia de compuestos potencialmente inhibitorios como fenoles y cafeína, restringe el aprovechamiento aislado (mono-digestión) de la pulpa y las aguas mieles. La co-digestión anaerobia, por el contrario, puede ser la respuesta necesaria para evitar dichas limitaciones operacionales. El aporte de capacidad tampón, nutrientes y microbiota por parte de co-sustratos como el estiércol bovino resulta fundamental. Li et al. (2021) demostraron que la co-digestión del estiércol bovino con residuos orgánicos agroindustriales y biomasa lignocelulósica, es capaz de mejorar el desempeño anaerobio cuando se obtiene un cierto equilibrio entre biodegradabilidad y estabilidad.

De igual manera, estudios recientes sobre co-digestión de pulpa de café con residuos pecuarios sólidos (estiércol bovino), muestran que el incremento de la carga orgánica puede modificar el trayecto microbiano del sistema, afectando negativamente la producción de metano. En concreto, Karki et al. (2025) informaron que, al estudiar estrategias de co-digestión de pulpa, se observó que el comportamiento del proceso varió al aumentar la carga orgánica a valores entre

1,0 y 1,5 g SV·L⁻¹·d⁻¹, resaltando la necesidad de delimitar ventanas de operación seguras y criterios de estabilidad que parten del seguimiento de los intermediarios como los AGV.

Con el objetivo de mapear matemáticamente estas interacciones entre co-sustratos, la literatura ha introducido el diseño experimental de mezclas. Por ejemplo, Kampioti y Komilis (2022) aplicaron un diseño experimental de mezclas para co-digerir residuos de café (borra) con estiércol de cerdo y suero de queso, obteniendo así modelos estadísticos predictivos que identificaron una producción óptima de metano (superior a 300 NL CH₄ kg⁻¹ SV) al combinar un 60 % de residuos de café con las fracciones pecuarias. Sin embargo, a pesar de la utilidad comprobada de estas herramientas para mejorar el rendimiento energético, todavía persiste un vacío en la literatura respecto a cómo la sinergia específica entre pulpa, aguas mieles y estiércol bovino afecta de manera conjunta la cinética de reacción, la producción de metano y la concentración de ácidos grasos volátiles como indicadores de eficiencia y estabilidad.

Por lo tanto, considerando que la literatura no reporta investigaciones donde se evalúen simultáneamente estos tres factores operacionales para dichos residuos, el presente trabajo tiene como objetivo estudiar la biodegradabilidad anaerobia de la pulpa y las aguas mieles de café con estiércol bovino en operación batch.

Lo anterior, con el propósito de encontrar la mezcla óptima y, posteriormente, evaluar la viabilidad y estabilidad del proceso anaerobio a escala semicontinua.

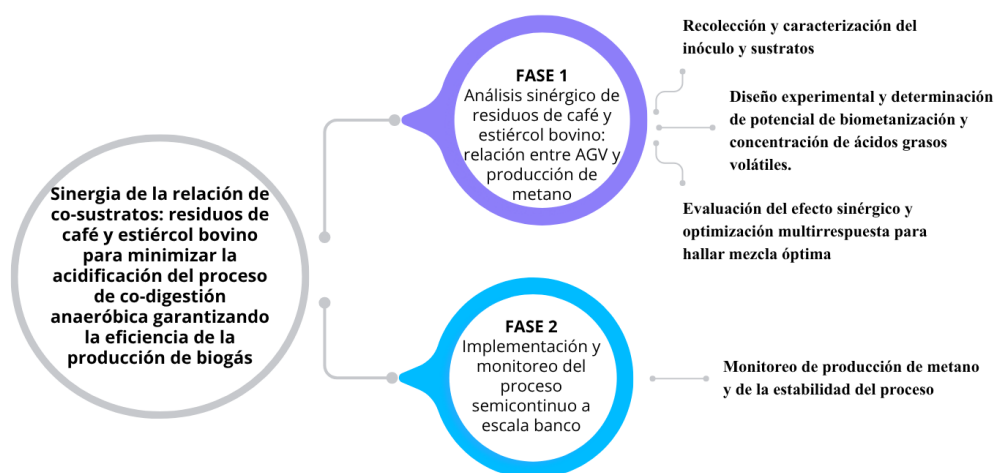
4. Metodología

El desarrollo experimental de este trabajo de investigación se llevó a cabo siguiendo la metodología presentada en la **Figura 1** donde se estudió tanto la biodegradabilidad anaerobia de los residuos de café con estiércol bovino como la estabilidad operación de la co-digestión

anaerobia a escala banco. En la primera fase se realizó la evaluación de la sinergia entre co-sustratos en operación discontinua (pulpas y aguas mieles de café con estiércol bovino) con el propósito de obtener una mezcla sinérgica entre co-sustratos que permitiera obtener la mayor producción de biometano y la menor concentración de AGV. En la segunda fase, se realizó la evaluación del desempeño de la mezcla anteriormente seleccionada en un biodigestor tubular a escala banco en operación semicontinua.

Figura 1

Diagrama metodológico de la investigación



4.1 Análisis sinérgico de residuos de café y estiércol bovino: relación entre AGV y producción de metano

4.1.1 Recolección y caracterización del inóculo y sustratos

Tanto el inóculo como los sustratos fueron recolectados de una unidad productora de café “Villa Tarazona”, ubicada en Piedecuesta, Santander (latitud 6°57'20"N; longitud 72°59'14"O). La finca cuenta con un área de cultivo de 5.270 m², lo que se equivale a una producción anual de aproximadamente 650 kg de grano seco. Como subproductos, la finca genera alrededor de 54,7 kg

de pulpa y 1,6 m³ de aguas mieles mensualmente. Con relación al estiércol bovino (EB) se recolectó directamente de la misma finca.

El inóculo utilizado corresponde a un lodo anaerobio proveniente de un biodigestor tubular de bajo costo con un volumen total de 6 m³, operado durante 2 años y que se encuentra ubicado en la misma finca. El biodigestor es alimentado diariamente con estiércol bovino y agua en la proporción de 1:3 (v/v).

Con el propósito de determinar la viabilidad de los residuos para ser utilizados como sustratos en el proceso anaerobio, se realizó una caracterización fisicoquímica utilizando métodos estándar para determinar contenido de materia orgánica disponible. Además, el inóculo fue caracterizado en términos bioquímicos para conocer su calidad como medio de inoculación para los biodigestores. En la **Tabla 1** se presentan los parámetros determinados, así como los métodos aplicados al inóculo y/o los sustratos.

Tabla 1

Parámetros medidos para la caracterización de los sustratos y el inóculo

Indicador evaluado	Unidad	Método analítico	Referencia
Sólidos totales (ST) y sólidos volátiles (SV)	g kg ⁻¹	Gravimétrico (SM 2540-E)	APHA, 2005
Demanda química de oxígeno (DQO)	mg DQO L ⁻¹	Colorimétrico (SM 5220-D)	APHA, 2005
Ácidos grasos volátiles (AGV)	mg CH ₃ COOH L ⁻¹	Titulación	Søndergaard et al., 2015
Alcalinidad total (AT)	mg CaCO ₃ ·L ⁻¹	Titulación	Yenigün & Demirel, 2013
pH	-	Potenciométrico	APHA, 2005

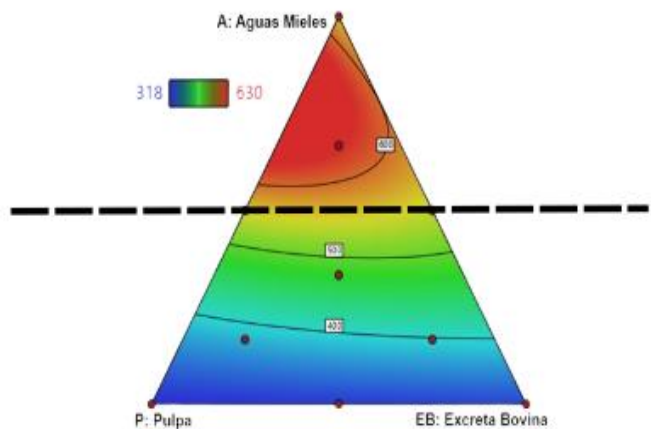
(NTC 4888)			
Actividad metanogénica específica*	g DQO g ⁻¹ SV d ⁻¹	Volumétrico (Desplazamiento alcalino)	Díaz et al., 2002
Actividad hidrolítica específica*	gDQO·g ⁻¹ SV d ⁻¹	Volumétrico (Desplazamiento alcalino)	Díaz et al., 2002
*Parámetros medidos sólo para el inóculo			

4.1.2 Diseño experimental para determinar el potencial de biometanización

Teniendo en cuenta los resultados obtenidos por Castro et al. (2024), quienes evaluaron la co-digestión de los residuos en la cadena agroindustrial del café con estiércol bovino mediante ensayos de potencial de biometanización (PBM), se identificó una región experimental asociada a los mayores valores de producción de metano. A partir de esos hallazgos, en el presente estudio se delimitó la región experimental mostrada en la **Figura 2**, correspondiente a la zona con el mayor PBM, con el propósito de profundizar en su evaluación y determinar la relación de mezcla que favorezca una alta producción de metano, manteniendo simultáneamente bajas concentraciones de AGV.

Figura 2

Superficie de respuesta PBM



Nota. Adaptado de *Efectos sinérgicos de la co-digestión anaerobia de aguas mieles y pulpa de café con estiércol bovino* (p. 32), por E. D. Guerrero y Ocampo, 2023, Universidad Industrial de Santander.

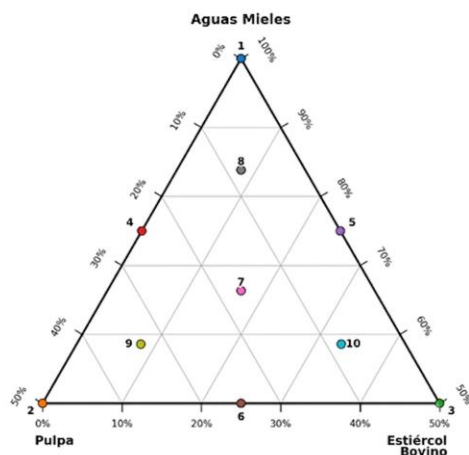
Para evaluar el rendimiento de metano de los sustratos (aguas mieles, pulpa de café y estiércol bovino) y distribuir de manera uniforme los tratamientos, se implementó un diseño de mezclas tipo Simplex-Lattice propuesto por Scheffé (1958). Este diseño proporciona una estructura matemática sistemática que permite ubicar los puntos experimentales de forma simétrica dentro del espacio geométrico definido por las restricciones de la mezcla.

El número total de corridas experimentales (N) requeridas para modelar las interacciones entre un número de componentes (q) con un grado de complejidad polinomial (m), está dado por la siguiente expresión matemática fundamentada en la teoría de diseños de mezclas (Cornell, 2002):

$$N = \frac{(q+m-1)!}{m!(q-1)!} \quad (\text{Ec. 1})$$

Para el sistema ternario de este estudio ($q = 3$), se estructuró un diseño de grado tres ($m = 3$) que garantiza una distribución balanceada de las proporciones, generando un total de 10 puntos experimentales. Como se ilustra en el esquema del diseño, estos puntos corresponden a las mezclas puras o mono-digestiones (vértices del triángulo), las co-digestiones binarias (ubicadas en las aristas) y las co-digestiones ternarias (distribuidas en la región interna del simplex).

El diseño experimental propuesto se muestra en la **Figura 3**, representado por un triángulo equilátero que consta de 10 puntos experimentales que corresponde a las relaciones de mezcla en porcentaje de sólidos volátiles. La zona delimitada para el estudio está conformada por los vértices AM (1,0,0) P (0.5,0.5,0) y EBF (0.5,0,0.5).

Figura 3*Diseño Experimental*

Teniendo en cuenta la zona definida anteriormente, se empleó el software estadístico Minitab para establecer las mezclas de co-digestión binaria y ternaria entre los co-sustratos y a estas se añadieron las dos mezclas de mono digestiones de pulpa de café y estiércol bovino, para un total de 12 mezclas las cuales se presentan en la **Tabla 2**.

Tabla 2*Proporciones de mezclas en términos de SV a partir de Minitab*

	Tipo de digestión	Monodigestión			Co-digestión binaria				Co-digestión ternaria				
	Mezcla	M1	M2	M3	M4	M5	M6	M7	M8	M9	M10	M11	M12
Composición [%p/p SV]	AM	100	0	0	50	50	75	75	50	66	83	58	58
	P	0	100	0	50	0	25	0	25	17	8	33	8
	EB	0	0	100	0	50	0	25	25	17	8	8	33

Para el tratamiento y análisis de los datos, se utilizó el software Minitab mediante el cual se obtuvieron las superficies de respuesta correspondientes al potencial bioquímico de metano para

determinar la sinergia de las mezclas evaluadas. Además, se realizaron ensayos de biodegradabilidad para las monodigestiones de pulpa de café y estiércol bovino, así como un control positivo usando celulosa microcristalina como sustrato y un ensayo blanco (conformado exclusivamente por inóculo).

La adecuación estadística del modelo obtenido se evaluó considerando un nivel de significancia de $p < 0,05$. Asimismo, su capacidad predictiva se analizó mediante el coeficiente de determinación R^2 , que cuantifica la proporción de variabilidad explicada por el modelo, y la raíz del error cuadrático medio (RMSE por sus siglas en inglés), utilizada para evaluar la precisión del ajuste y comparar el desempeño predictivo del modelo.

4.1.3 Determinación de potencial de biometanización y concentración de ácidos grasos volátiles.

Se llevaron a cabo ensayos de biodegradabilidad anaerobia por triplicado utilizando reactores de 110 mL con volumen de trabajo de 60 mL en operación discontinua, siguiendo el protocolo propuesto por Holliger et al. (2021). Los ensayos se realizaron a 37 ± 2 °C, es decir en condiciones de mesofilia. Esta temperatura de incubación obedece a la estandarización internacional requerida para determinar el potencial máximo de los sustratos bajo condiciones óptimas (Holliger et al., 2016).

Es fundamental precisar que, aunque el posterior escalado a régimen semicontinuo o escala banco opere bajo fluctuaciones de temperatura ambiental, los resultados de la mezcla óptima obtenidos en la fase discontinua (batch) son totalmente transferibles. Esto radica en que los descensos de temperatura afectan la velocidad (cinética) de degradación de las bacterias, pero no alteran el equilibrio químico ni la capacidad buffer de la mezcla (Hamzah et al., 2020). La

estabilidad del sistema depende de que el estiércol bovino aporte la alcalinidad exacta para neutralizar la rápida acumulación de ácidos grasos volátiles (AGV) generados por los residuos de café (Li et al., 2021). Este balance entre acidez y alcalinidad es una propiedad fisicoquímica propia de la proporción de los co-sustratos, garantizando que la mezcla prevenga la inhibición del reactor independientemente de si el bioproceso ocurre a un ritmo térmico más lento.

También se empleó una relación inóculo/sustrato (RIS) de $4 \text{ g SV}_{\text{inóculo}} \text{ g SV}_{\text{sustrato}}^{-1}$, valor recomendado en la literatura para ensayos PBM con sustratos con un alto potencial acidogénico, con el propósito de garantizar estabilidad microbiológica y evitar la inhibición del proceso anaerobio asociados a la acidez de las aguas mieles (Acarley y Quipuzco, 2020). Para garantizar las condiciones de anaerobiosis, los reactores fueron purgados con N_2 y sellados con tapón de butilo y agrafe de aluminio. Además, se realizó un experimento denominado *blanco*, para cuantificar la producción endógena del inóculo y garantizar que la producción de metano estuviera asociada a la degradación del sustrato.

La producción de metano se cuantificó diariamente mediante el método de desplazamiento alcalino, utilizando una solución de NaOH 2N para la absorción de CO_2 (Díaz et al., 2002). Los volúmenes de CH_4 medidos fueron corregidos a condiciones normales de temperatura y presión (273,15 K y 1 atm), y el potencial de biometanización (PBM) se expresó como $\text{NL CH}_4 \text{ kg SV}^{-1}$. El monitoreo experimental se realizó por 26 días, hasta la estabilización de la producción diaria (<5% de variación en tres mediciones consecutivas).

La concentración total de ácidos grasos volátiles (AGV) se determinó al inicio y al final de cada ensayo mediante titulación ácido-base (Søndergaard et al., 2015), y los resultados se expresaron como $\text{mg CH}_3\text{COOH L}^{-1}$. Esta variable fue utilizada como indicador del grado de acumulación de intermediarios metabólicos durante el proceso de digestión anaerobia.

4.1.4 Estimación de los parámetros cinéticos de producción de metano

Con el propósito de determinar los parámetros cinéticos asociados a la producción de metano y estimar la tasa máxima de metanogénesis, los datos de producción acumulada obtenidos durante los ensayos en operación discontinua se ajustaron a los modelos de Primer Orden y Gompertz Modificado, ampliamente utilizados para describir la cinética de digestión anaerobia en sistemas discontinuos (Kafle & Chen, 2016).

El modelo de Primer Orden es una simplificación que asume que la etapa de hidrólisis es el paso limitante de la velocidad de DA, basada en el supuesto de que la tasa de producción de metano es proporcional a la cantidad de materia orgánica presente en el sistema. Este modelo se expresa mediante una ecuación diferencial que describe el cambio de la cantidad de materia orgánica en el tiempo y se definió como:

$$G_t = G_0(1 - e^{-kt}) \quad (\text{Ec. 2})$$

Por otro lado, el modelo de Gompertz Modificado es una extensión del modelo de Gompertz, en el que se describe el crecimiento de las poblaciones microbianas del sistema. Por lo tanto, este modelo se ajusta a la producción de metano en función del tiempo y tiene en cuenta la fase de latencia de los microorganismos seguida de la fase de crecimiento exponencial de las comunidades microbianas. Para ello, el modelo se definió como:

$$G_t = G_0 \cdot \exp \left[- \exp \left(\frac{R_{max} \cdot e}{G_0} (\lambda - t) + 1 \right) \right] \quad (\text{Ec.3})$$

Donde, G_t representa la producción acumulada de metano en el tiempo t , G_0 representa el potencial máximo de metano, k la constante cinética, R_{max} la tasa máxima de producción y λ el tiempo de latencia, en las ecuaciones 3 y 4.

El ajuste de los parámetros cinéticos se realizó mediante minimización del error cuadrático medio (RMSE) empleando el método *GRG Nonlinear*, en el software Microsoft Excel®.

4.1.5 Evaluación del efecto sinérgico

Para determinar el efecto de las interacciones entre los co-sustratos, primero se calcula el valor teórico esperado de cada parámetro mediante una relación de aditividad lineal (promedio ponderado), descrita en la Ecuación 2:

$$PBM_{calculado} = \sum_{i=1}^n Y_i \cdot PBM_i \quad (\text{Ec. 4})$$

Donde Y_i es la fracción de sólidos volátiles del sustrato i en la mezcla, y PBM_i es el potencial bioquímico de metano obtenido experimentalmente para ese sustrato puro (aplicable a parámetros cinéticos o concentración de ácidos). Posteriormente, el efecto sinérgico se evalúa cuantitativamente determinando la diferencia entre el valor experimental y el valor teórico calculado. Las ecuaciones empleadas para el rendimiento de metano (PBM), la tasa de degradación (k), la tasa máxima de producción de metano (R_{max}) y los ácidos grasos volátiles (AGV) son presentadas en la **Tabla 3**

Tabla 3

Criterios evaluativos de sinergia

Descripción	Símbolo	Ecuación	Evaluación
Rendimiento de metano	φ_Y	$\varphi_Y = \frac{B_{experimental}}{B_{calculado}}$	$\varphi_Y > 1$: Sinergia $\varphi_Y < 1$: Antagonismo $\varphi_Y = 1$: Sin efecto
Tasa de degradación	φ_k	$\varphi_k = \frac{k_{experimental}}{k_{calculado}}$	$\varphi_k > 1$: Sinergia $\varphi_k < 1$: Antagonismo $\varphi_k = 1$: Sin efecto

Tasa máxima de producción metano	ϕ_{rmax}	$\phi_{rmax} = \frac{R_{max\ experimental}}{R_{max\ calculado}}$	$\phi_{rmax} > 1$: Sinergia $\phi_{rmax} < 1$: Antagonismo $\phi_{rmax} = 1$: Sin efecto
Ácidos grasos volátiles (AGV)	ϕ_{AGV}	$\phi_{AGV} = \frac{AGV_{experimental}}{AGV_{calculado}}$	$\phi_{AGV} < 1$: Sinergia $\phi_{AGV} > 1$: Antagonismo $\phi_{AGV} = 1$: Sin efecto

Para las ecuaciones de ϕ_γ , ϕ_k y ϕ_{rmax} , un valor superior a 1 indica un efecto sinérgico (mejora en la producción de gas o en la velocidad del proceso), mientras que un valor negativo refleja un comportamiento antagónico. En contraste, para la ecuación de ϕ_{AGV} , la relación matemática se invierte debido a que el objetivo operacional es minimizar la acumulación de ácidos; por lo tanto, un valor menor a 1 representa una sinergia (reducción de ácidos respecto al teórico), y un valor superior indica antagonismo.

4.1.6 Optimización multirrespuesta para la selección de la mezcla óptima

Para identificar una proporción de mezcla de co-sustratos con una mayor producción de metano y simultáneamente una menor acumulación de AGV, se implementó un enfoque de optimización multirrespuesta utilizando la herramienta Response Optimizer del software Minitab®. Las variables independientes correspondieron a las fracciones, en términos de sólidos volátiles, de aguas mieles, pulpa de café y estiércol bovino, mientras que las variables de respuesta fueron el potencial bioquímico de metano (PBM) y la concentración final de AGV. Para la optimización se establecieron los siguientes criterios:

- PBM (NL CH₄ kg SV⁻¹): maximizar
- AGV final (mg CH₃COOH L⁻¹): minimizar

A partir de los modelos de mezcla de tercer orden ajustados para cada variable de respuesta, se empleó la herramienta Response Optimizer para identificar la combinación óptima de proporciones. Este proceso de optimización simultánea se fundamenta en la función de deseabilidad propuesta por Derringer y Suich (1980), la cual transforma cada respuesta estimada en un valor de deseabilidad individual (d_i) que varía entre 0 y 1. La deseabilidad global (D) del sistema se calculó mediante la siguiente expresión:

$$D = (d_1^{w_1} * d_2^{w_2})^{1/(w_1+w_2)} \quad (\text{Ec. 5})$$

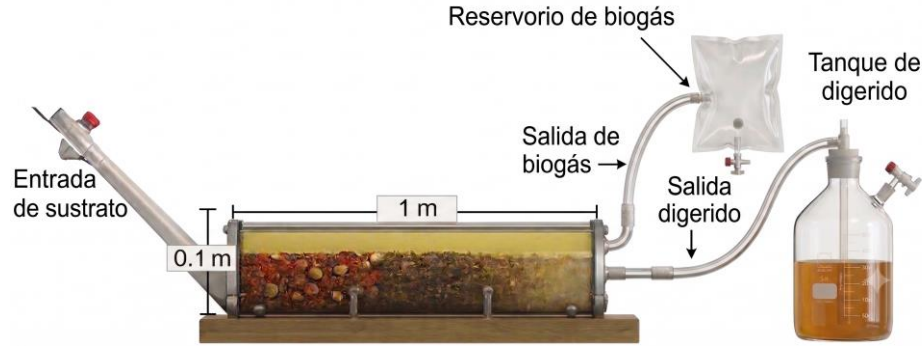
donde d_1 y d_2 corresponden a las funciones de deseabilidad individuales asociadas al PBM y a la concentración final de AGV, respectivamente.

La mezcla óptima se definió como aquella que presentó el mayor valor de deseabilidad global (D), representando la mejor combinación de respuesta al maximizar el PBM y minimizar la acumulación de AGV.

4.2 Implementación y monitoreo del proceso semicontinuo a escala banco

4.2.1 Condiciones de operación y puesta en marcha del biodigestor a escala banco

Se empleó un biodigestor tubular con un volumen total de 8 L y un volumen operacional equivalente al 70% de su capacidad (5,6 L), como se muestra en la **Figura 4**. La operación se realizó en modo semicontinuo mediante alimentación diaria, manteniendo una velocidad de carga orgánica (VCO) de $0.5 \text{ g SV L}^{-1} \text{ d}^{-1}$, definida en términos de SV, de acuerdo con los criterios de carga reportados para sistemas anaerobios semicontinuos (Appels et al., 2008).

Figura 4*Esquema de biodigestor tubular escala banco*

Teniendo en cuenta que se fijó la VCO, el tiempo de retención hidráulica (TRH) se calculó mediante la siguiente expresión:

$$TRH = \frac{\rho_{\text{alimento}}}{VCO * \sum \frac{f_k}{[SV]_k}} \quad (\text{Ec.6})$$

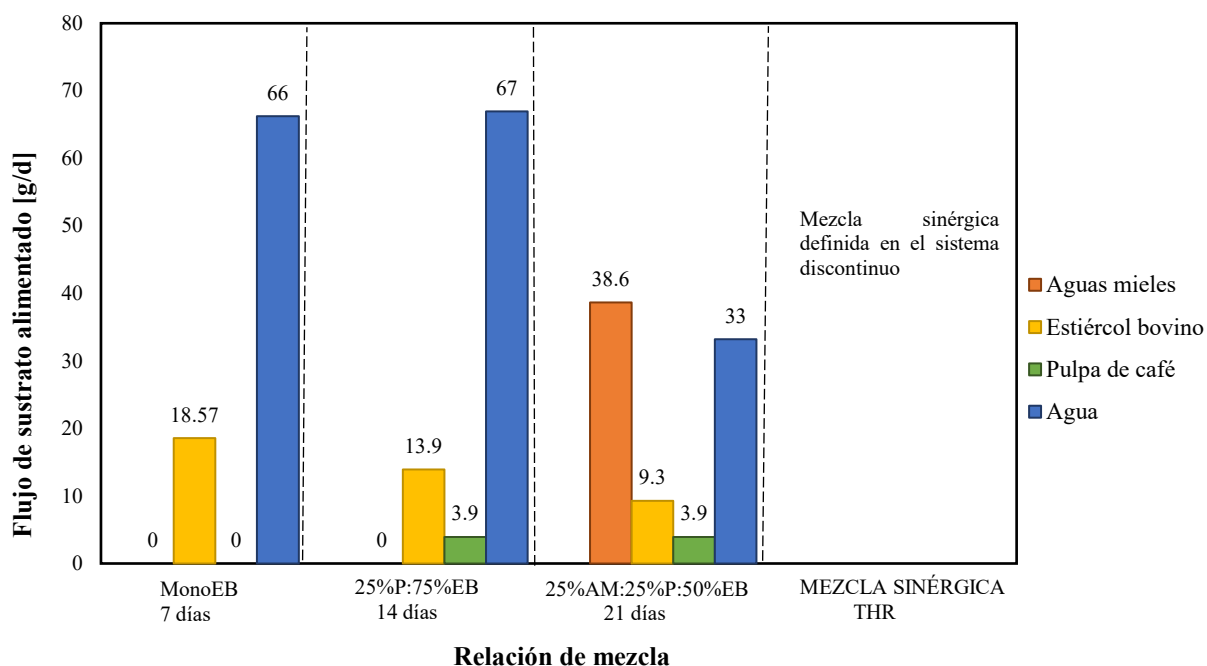
Donde, TRH es el tiempo de retención hidráulico (d), ρ_{alimento} es la densidad del alimento (kg m^{-3}), VCO es la velocidad de Carga Orgánica ($\text{kg SV m}^{-3} \text{ op d}^{-1}$), f_k es la fracción del sustrato en el alimento, SV son los sólidos volátiles de sustrato (g SV kg^{-1}) y k son los sustratos (pulpa de café, aguas mieles de café y estiércol bovino).

El arranque del biodigestor se realizó mediante una etapa de adaptación del consorcio microbiano alimentando gradualmente los sustratos. Por lo tanto, el reactor fue alimentado inicialmente con una mezcla estiércol-agua (1:3 %v/v), seguida de la incorporación progresiva de los residuos de café hasta alcanzar la composición óptima determinada en la operación discontinua del presente trabajo. La estrategia implementada para la alimentación del reactor durante el periodo de transición a la mezcla sinérgica evitó la sobrecarga orgánica asociada a los sustratos (Appels et

al., 2008). En la **Figura 5** se presenta la transición de la alimentación hacia la mezcla sinérgica expresada en proporciones de SV, mezcla sinérgica definida en el sistema discontinuo.

Figura 5

Transición de la alimentación hacia la mezcla ternaria de co-sustratos



Nota. En el eje de las abscisas se presentan las relaciones de mezcla evaluadas durante la operación semicontinua expresadas en sólidos volátiles, acompañadas del tiempo de alimentación correspondiente a cada una, y en el eje de las ordenadas se representa el flujo de sustrato alimentado, expresado en g d^{-1} . Cada barra corresponde a los sustratos que conforman la alimentación, indicando su contribución en términos de masa. Las aguas mieles (AM), el estiércol bovino (EB), la pulpa de café (P) y el agua (A) se identifican mediante barras de color naranja, amarillo, verde y azul, respectivamente. El último bloque corresponde a la aplicación de la mezcla sinérgica, cuya composición aún no está definida en esta figura y será evaluada durante un TRH.

4.2.2 Monitoreo de producción de metano y de la estabilidad del proceso.

La producción de biogás se determinó diariamente mediante el método manométrico. A partir del seguimiento de la presión interna del biodigestor, se cuantificaron las moles de gas generado; posteriormente, se utilizó la ecuación de los gases ideales para determinar el volumen de biogás a condiciones normales de temperatura y presión (273,15 K y 1 atm). De este modo se aseguró una correcta normalización de los datos para su análisis y comparación (Martí-Herrero, 2019).

En cuanto a la composición del biogás, se midió semanalmente la calidad del biogás obteniendo las fracciones molares de metano (CH_4) y dióxido de carbono (CO_2). Con base en estos resultados se calculó la cantidad de metano generado por el sistema.

Paralelamente, se realizó la caracterización fisicoquímica semanal del afluente y del efluente, determinando sólidos totales (ST), sólidos volátiles (SV), demanda química de oxígeno (DQO) y concentración total de ácidos grasos volátiles (AGV) por titulación.

La estabilidad operacional del proceso anaerobio fue evaluada mediante el seguimiento de la eficiencia de remoción de materia orgánica, la cual se halló mediante un balance global de DQO del sistema (Angelidaki et al., 2011).

5. Resultados

5.1 Análisis sinérgico de residuos de café y estiércol bovino: relación entre AGV y producción de metano

5.1.1 Caracterización de la pulpa y aguas mieles de café (sustratos), estiércol bovino (cosustrato) y el lodo de estiércol bovino empleado como inóculo

La caracterización fisicoquímica y microbiología de los sustratos (aguas mieles y pupa de café y estiércol bovino) y el inóculo (lodo de estiércol bovino) se presentan en la Tabla 4

Tabla 4

Caracterización de sustratos e inóculo

PARÁMETRO	UNIDAD	AM	P	EB	Inóculo
Sólidos Totales (ST)	g ST kg ⁻¹	20,49±0,17	197,7±3,42	196,1±3,42	40,75±1,97
Sólidos Volátiles (SV)	g SV kg ⁻¹	18,11±1,05	177,4±1,97	150,5±1,77	24,08±1,11
Contenido de humedad	% peso	97,8	80,4	80,2	95,9
Demanda Química de oxígeno (DQO)	g DQO L ⁻¹	29,08±1,27	70.64±0.52*	218,22±47,66	47,91±2,10
pH	-	4,28	4,3	7,37	8,76
Proteína cruda*	% BS	9	18.44	ND	ND
Relación C/N*	%	32.75	16.81	ND	ND
Lignina*	% BS	29.54	32.32	ND	ND
Celulosa*	% BS	16.28	11.15	ND	ND
Actividad metanogénica (inóculo)	gDQO·g ⁻¹ SV·d ⁻¹	ND	ND	ND	0,0501 ±0,0013
Actividad hidrolítica (inóculo)	gDQO·g ⁻¹ SV·d ⁻¹	ND	ND	ND	0,1278± 0,011

Nota. * Adaptado de Garay Jácome (2025); BS: Base seca; BH: base húmeda; ND: no determinado

Un factor clave para asegurar el adecuado desempeño del proceso de DA es la calidad del inóculo empleado, debido a que este constituye la fuente inicial de microorganismos responsables del arranque, adaptación y estabilización el proceso de degradación de la materia orgánica (Sicchieri et al., 2022). Por lo tanto, la calidad del inóculo fue evaluada mediante la determinación de la relación entre los sólidos volátiles y los sólidos totales (SV/ST), la actividad metanogénica específica (AME) y la actividad hidrolítica específica (AHE), parámetros que según la literatura han sido utilizados para estimar la capacidad metabólica de las comunidades microbianas presentes en el sistema (Lozada y Pérez, 2010)

De acuerdo con la Tabla 4, el lodo de estiércol bovino empleado como inóculo presentó concentraciones de ST y SV de $40,75 \pm 1,97$ g ST kg^{-1} y $24,08 \pm 1,11$ g SV kg^{-1} (base húmeda), respectivamente, lo que corresponde a una relación SV/ST de 0,59. Este parámetro refleja la fracción de materia orgánica presente en el inóculo respecto a sus sólidos totales (Torres-Valenzuela et al., 2019). Si bien se encuentra ligeramente por debajo del valor mínimo recomendado de 0,6 según Nakasima-López et al. (2017), el trabajo de Orobio et al. (2016), encontró que inóculos con relaciones SV/ST menores, incluso de hasta del 0,36, son adecuados para ensayos batch.

Lo anterior es consistente con los valores de AME y AHE reportados de $0,0501 \pm 0,0013$ g DQO $\cdot \text{g}^{-1}$ SV $\cdot \text{d}^{-1}$ y $0,1278 \pm 0,011$ gDQO $\cdot \text{g}^{-1}$ SV $\cdot \text{d}^{-1}$, respectivamente. La AME refleja la capacidad del consorcio microbiano para convertir ácidos simples en metano (Lozada y Pérez, 2010), mientras que la AHE evidencia su aptitud para degradar moléculas complejas en intermediarios aprovechables (Rajendran et al., 2020). Ambos valores superan a los reportados por Guerrero y Ocampo (2023) quienes obtuvieron una AHE de $0,0653$ g DQO g^{-1} SV d^{-1} y una AME de $0,0455$ g DQO g^{-1} SV d^{-1} en sistemas batch operados a 37 ± 5 °C. En conjunto, estos resultados sugieren

que el inóculo presenta una actividad microbiana adecuada para el desarrollo de la metodología propuesta.

En cuanto a los sustratos empleados, las AM presentaron un pH de 4,28, valor consistente con lo reportado por Torres-Valenzuela et al. (2019) y una DQO de $29,08 \pm 1,27 \text{ g L}^{-1}$, superior a los 25.000 mg L^{-1} reportados por Trujillo Rodríguez y Murillo Arango (2023) para este residuo del beneficio húmedo del café. Asimismo, las AM registraron concentraciones de ST y SV de $20,49 \pm 0,17 \text{ g ST kg}^{-1}$ y $18,11 \pm 1,05 \text{ g SV kg}^{-1}$, con una relación SV/ST de 0,88. Este perfil fisicoquímico representa una vulnerabilidad inherente del proceso, dado que la rápida degradación de compuestos orgánicos en un medio de pH ácido puede inhibir la actividad metanogénica (Parra Huertas, 2015). Por lo tanto, la naturaleza ácida de las aguas mieles hace necesaria la incorporación de un co-sustrato que estabilice el proceso.

Por otro lado, la pulpa de café presentó concentraciones de ST y SV de $197,7 \pm 3,42 \text{ g ST kg}^{-1}$ y $177,4 \pm 1,97 \text{ g SV kg}^{-1}$, respectivamente, con una relación de SV/ST del 0,90 superior al rango de 0,6-0,7 recomendado para los sustratos usados en el proceso digestión anaerobia (Barreto Torrella et al., 2004.), lo que indica una alta fracción de materia orgánica biodegradable. No obstante, Garay Jácome (2025) reportó que la pulpa de café presenta una composición lignocelulósica con contenidos de celulosa (16,28 %) y lignina (29,54 %), cuya estructura compleja limita la velocidad de biodegradación y restringe el acceso enzimático a la fracción orgánica disponible. En este sentido, la pulpa concentra una alta cantidad de materia orgánica pero su degradación ocurre de forma gradual, lo que contrasta con el perfil de rápida disponibilidad de las AM y posiciona a ambos sustratos como complementarios en un esquema de co-digestión, donde la pulpa actúa como reserva de carga lenta mientras las AM aportan disponibilidad inmediata de sustrato.

Adicionalmente, las AM y la P presentan una relación C/N de 32,75 y 16,81, respectivamente, valores fuera del rango óptimo para la DA (20–30) reportado por Khanal (2008). La mayor relación C/N de las AM indica una mayor disponibilidad relativa de carbono, principalmente en forma de compuestos orgánicos como carbohidratos, lo que puede generar una limitación de nitrógeno para el crecimiento microbiano y, en consecuencia, un posible riesgo de inestabilidad en el proceso. Por su parte, la menor relación C/N de la P se asocia a una mayor disponibilidad de nitrógeno, lo que según la literatura puede favorecer la acumulación de amoníaco y afectar el desarrollo del proceso.

En contraste con los sustratos anteriores, el estiércol bovino cumple un rol estabilizador en el sistema, presentando concentraciones de ST y SV de $196,1 \pm 3,42$ g ST kg⁻¹ y $150,5 \pm 1,77$ g SV kg⁻¹, respectivamente, con una relación SV/ST de 0,77 y un contenido de humedad de 80,2 %, lo que indica una elevada proporción de materia orgánica potencialmente biodegradable. Su pH de 7,37 sugiere condiciones favorables para la digestión anaerobia (6,8–7,4) (Lozada y Pérez, 2010), contrarrestando la acidez aportada por las AM. Este valor es comparable al reportado por Carballo Angarita (2017) quien obtuvo un pH de 7,81 para estiércol bovino.

En conjunto, la caracterización de los tres sustratos evidencia perfiles de composición fisicoquímica complementarios en términos de pH, DQO y composición orgánica. Las AM aportan la mayor carga orgánica del sistema, principalmente en forma de carbohidratos solubles, pero con riesgo de acidificación (pH 4,28; DQO 29,08 g L⁻¹) (Parra Huertas, 2015). La pulpa de café actúa como reserva de carga sostenida en el tiempo debido a su naturaleza lignocelulósica, además de constituir un aporte relevante de fracción proteica al sistema (Guerrero y Ocampo, 2023), mientras que el EB contribuye a mantener condiciones de pH favorables para la actividad metanogénica.

De esta manera, cada sustrato aporta un componente funcional distinto al proceso de codigestión, lo cual sustenta la complementariedad observada entre los tres residuos.

Dado que la gestión conjunta de estos residuos constituye uno de los objetivos centrales de la valorización propuesta, la presente investigación se enfoca principalmente en el comportamiento de las mezclas ternarias, más que en el desempeño individual de cada sustrato. Esta complementariedad constituye la base técnica para la formulación de la mezcla ternaria evaluada en la sección 5.2.

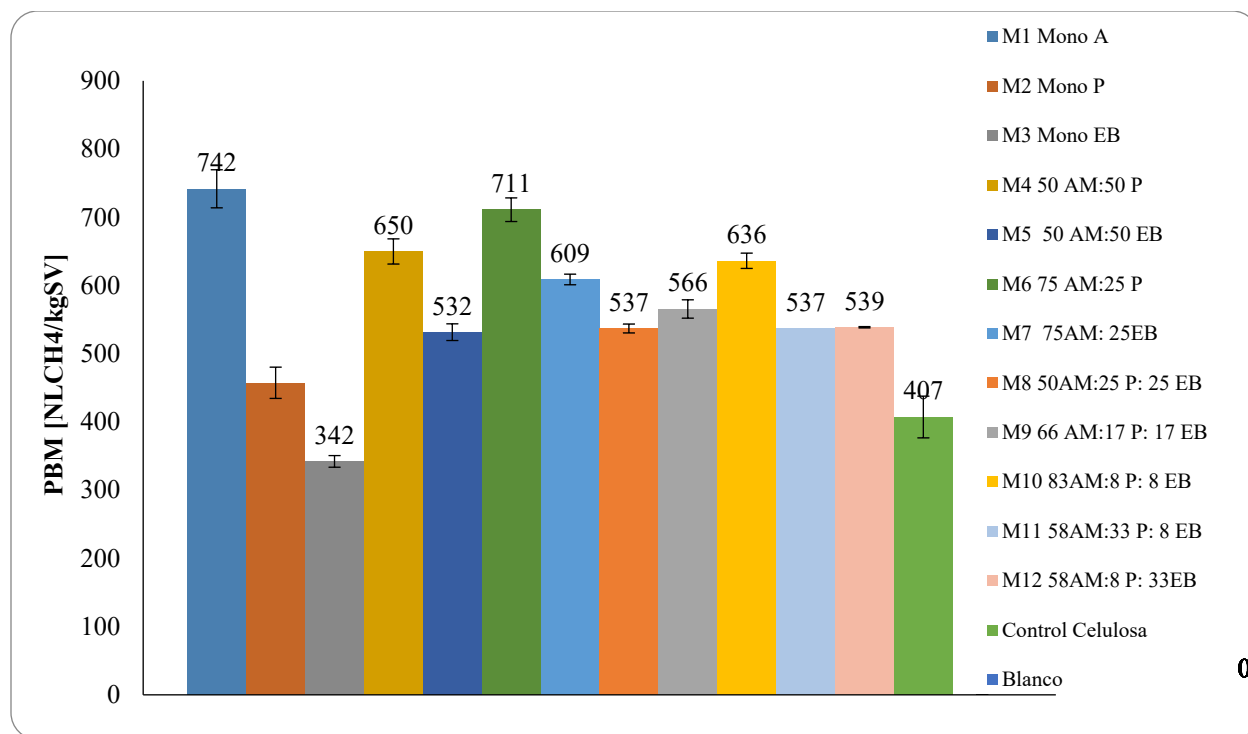
5.1.2 Determinación de potencial de biometanización y evaluación de la estabilización del proceso DA en sistema discontinuo

5.1.2.1 Potencial de biometanización (PBM).

En la Figura 6 se presentan los valores de PBM obtenidos para las distintas mezclas evaluadas de acuerdo con el diseño experimental. Los ensayos fueron realizados en operación discontinua durante un periodo de 30 días, permitiendo evaluar la capacidad de degradabilidad anaerobia de los sustratos, la acumulación de metabolitos intermediarios y la interacción entre los sustratos durante la co-digestión.

Figura 6

Potencial de biometanización acumulado para las mezclas evaluadas



Los resultados presentados en la **Figura 6** muestran que el mayor PBM corresponde a la mono-digestión M1 (100% AM) con una producción de metano de $741,71 \pm 27,91 \text{ NL CH}_4 \text{ kg}^{-1} \text{ SV}$. De acuerdo con la literatura, el desempeño de las aguas mieles puede atribuirse a la elevada biodegradabilidad del sustrato debido a la fracción de carbohidratos y materia orgánica fácilmente fermentable (Torres-Valenzuela et al., 2019). La mezcla M2 (100% P) registro un valor de $457,41 \pm 23,71 \text{ NLCH}_4 \text{ kg}^{-1} \text{ SV}$, resultado acorde con la alta fracción orgánica (SV/ST 0,90), pero que evidencia que una parte considerable de dicha fracción se encuentra asociada a estructuras lignocelulósicas de difícil degradación que limitan la hidrólisis del sustrato (Gómez y Rodríguez, 2025).

En contraste, la mono-digestión M3 (100% EB) presentó el menor PBM ($342,21 \pm 8,61 \text{ NL CH}_4 \text{ kg}^{-1} \text{ SV}$) de las mezclas evaluadas. Este comportamiento es consistente con la menor relación SV/ST del EB (0,77) respecto a los otros sustratos, lo que indica una menor proporción de materia orgánica disponible para la producción de metano. Este resultado concuerda con lo reportado por

Castro-Molano et al. (2019), quienes indican que el EB requiere la adición de un co-sustrato para potenciar su producción de metano.

En cuanto a las mezclas binarias, se observaron rendimientos intermedios entre los extremos de las mono-digestiones. Las mezclas compuestas por AM y P (M6: $711,11 \pm 17,71$ NL $\text{CH}_4 \text{ kg}^{-1}$ SV y M4: $649,91 \pm 18,51$ NL $\text{CH}_4 \text{ kg}^{-1}$ SV) 579, superando las mezclas binarias con estiércol, donde M7 y M5 registraron menores rendimientos de metano ($608,81 \pm 7,71$ NL $\text{CH}_4 \text{ kgSV}^{-1}$ y $531,61 \pm 12,21$ NL $\text{CH}_4 \text{ kgSV}^{-1}$, respectivamente). Este comportamiento sugiere que la combinación de un sustrato de rápida disponibilidad como las AM con uno de degradación gradual como la pulpa genera una mayor producción de metano que la combinación AM-EB, donde el EB, si bien contribuye a la estabilidad del pH del sistema, no incrementa la carga orgánica biodegradable en la misma medida. Este resultado concuerda con lo reportado por Guerrero y Ocampo (2023), quienes obtuvieron un PBM de 562 ± 2 NL $\text{CH}_4 \text{ kg}^{-1}$ SV para la mezcla binaria AM-P, atribuyendo este desempeño al efecto acelerante de las AM sobre la degradación del residuo lignocelulósico.

Respecto a las mezclas ternarias, se observó una tendencia decreciente del PBM conforme disminuyo la proporción de AM. M10 (83AM: 8P: 8EB) registró el mayor valor con $636,31 \pm 11,51$ NL $\text{CH}_4 \text{ kg}^{-1}$ SV, seguida de M9 (66AM: 17P: 17 EB) con $565,61 \pm 13,41$ NL $\text{CH}_4 \text{ kg}^{-1}$ SV. Al reducirse la proporción de AM (50–58 %), las mezclas M8, M11 y M12 registraron valores de PBM entre $537,01 \pm 7,01$ y $538,81 \pm 8,21$ NL $\text{CH}_4 \text{ kg}^{-1}$ SV, sin diferencias significativas entre sí dado el solapamiento de sus intervalos de desviación estándar. Esta ausencia de diferencias sugiere que la fracción de AM es el factor predominante en la determinación del PBM de las mezclas ternarias, independientemente de la distribución de P y EB.

5.1.2.2 Estabilidad del proceso en co-digestión.

La Tabla 5 presenta el PBM, la concentración de AGV, el pH y, la capacidad buffer en el día final (día 27) del proceso. Estos parámetros se analizan para evaluar la estabilidad de los experimentos

Tabla 5

Parámetros: AGV, Capacidad buffer, pH, y PBM de las diferentes mezclas evaluadas.

MEZCLA	PBM ([NLCH ₄ kgSV ⁻¹)	AGV [mgCH ₃ COOH L ⁻¹]	pH	Capacidad buffer [mg CH ₃ COOH mg ⁻¹ CaCO ₃]
M1 Mono AM	741,71±27,91	504,01±24,01	8,39	0,15
M2 Mono P	457,41±23,71	561,21±50,41	8,61	0,17
M3 Mono EB	342,21±8,61	516,01±24,01	8,47	0,16
M4 50AM: 50P	649,91±18,51	540,01±66,81	8,52	0,15
M5 50AM: 50EB	531,61±12,21	506,01±61,31	8,40	0,14
M6 75AM: 25 P	711,11±17,71	532,01±54,11	8,53	0,15
M7 75AM: 25EB	608,81±7,71	510,01±21,61	8,49	0,14
M8 50AM:25P: 25EB	537,01±7,01	488,01±13,91	8,44	0,14
M9 66AM:17P: 17EB	565,61±13,41	504,01±12,01	8,55	0,15
M10 83AM:8 P: 8 EB	636,31±11,51	504,01±24,01	8,34	0,13
M11 58 AM:33 P: 8EB	537,51±8,21	536,01±36,71	8,39	0,15
M12 58AM:8 P: 33EB	538,81±8,21	510,01±45,41	8,44	0,13

Los valores de pH al final del ensayo se ubicaron en un rango estrecho (8,34–8,61) para todas las mezclas evaluadas, sin evidencia de acidificación al cierre del proceso. Estos valores se encuentran ligeramente por encima del rango típicamente reportado como óptimo para la actividad metanogénica (6–8) (Bharathi et al., 2024) comportamiento que puede atribuirse a la elevada carga de inóculo empleada (RIS = 4), la cual aportó una alcalinidad significativa al sistema. De forma

complementaria, la capacidad buffer se mantuvo en índices adecuados para todas las mezclas, con valores entre 0,13 y 0,17, por debajo del umbral de 0,3 mg CH₃COOH mg⁻¹ CaCO₃ reportado por Elbeshbishy & Nakhla (2011) como límite indicativo de riesgo de acidificación. Este resultado indica que la alcalinidad del sistema fue suficiente para neutralizar los AGV generados durante el ensayo, manteniendo un margen operativo estable frente a condiciones de acidificación.

La concentración final de AGV en las mono-digestiones. M1 (100 % AM) registró un valor de 504±24,01 mg CH₃COOH L⁻¹, menor al obtenido por M3 (100 % EB; 516 mg CH₃COOH L⁻¹), a pesar de que las AM presentan un pH más ácido (4,28) que el EB. Este comportamiento puede atribuirse a la RIS de 4 empleada en el ensayo, que al incrementar la proporción de inóculo respecto al sustrato reduce el riesgo de acumulación de AGV en sustratos de rápida fermentación. Este efecto es consistente con lo reportado por Guerrero y Ocampo (2023), quienes observaron que las AM con RIS de 2 presentaron inhibición al final del ensayo (pH = 5,3), atribuida a la acumulación de intermediarios de fermentación, mientras que con RIS de 4 se obtuvo un rendimiento de 563 NL CH₄ kg⁻¹ SV sin signos de inhibición, resultado que respalda la recomendación de Holliger et al. (2016) de emplear mayor carga de inóculo en sustratos con alto contenido de azúcares.

En las mezclas binarias y ternarias se observó una tendencia consistente en la concentración final de AGV. Para proporciones similares de aguas mieles (AM), las mezclas con mayor fracción de pulpa de café (P) presentaron concentraciones de AGV relativamente más elevadas (M4: 540,01 ± 66,81 mg CH₃COOH L⁻¹; M6: 532,01 ± 54,11 mg CH₃COOH L⁻¹; M11: 536,01 ± 36,71 mg CH₃COOH L⁻¹), mientras que aquellas con mayor proporción de estiércol bovino (EB) mostraron valores menores (M5: 506,01 ± 61,31 mg CH₃COOH L⁻¹; M7: 510,01 ± 21,61 mg CH₃COOH L⁻¹; M12: 510,01 ± 45,41 mg CH₃COOH L⁻¹). Este comportamiento puede asociarse a la naturaleza de cada co-sustrato y es consistente a lo reportado por Navarro Rodríguez y Nieto Muñoz (2024),

quienes señalan que el EB puede contribuir al equilibrio del sistema mediante su capacidad buffer, lo cual permite la estabilización el proceso. La comparación entre M9 (66AM:17P:17EB, %SV) y M10 (83AM:8P:8EB , %SV), las cuales presentan una relación entre la pulpa (P) y el estiércol bovino (EB) equivalente (1:1), mostró valores similares de AGV ($504,01 \pm 12,01$ y $504,01 \pm 24,01$ mg $\text{CH}_3\text{COOH L}^{-1}$, respectivamente). El comportamiento de estas mezclas sugiere que, bajo las condiciones evaluadas, la proporción relativa entre P y EB puede ejercer mayor influencia sobre la acumulación de AGV que la variación en la fracción de AM, especialmente cuando no existe una contribución equilibrada entre un sustrato de degradación más lenta y un componente con potencial efecto estabilizador.

En conjunto, los valores finales de AGV obtenidos en las 12 mezclas evaluadas se ubicaron en un rango estrecho ($488\text{--}561$ mg $\text{CH}_3\text{COOH L}^{-1}$). Este comportamiento, junto con la estabilidad observada en el pH y la capacidad buffer, puede atribuirse al efecto amortiguador de la RIS de 4 empleada en el ensayo, condición que permitió mantener el sistema en condiciones controladas para la determinación del PBM pero que redujo la sensibilidad del ensayo para observar diferencias marcadas en la acumulación de AGV entre tratamientos. Esta condición debe considerarse al interpretar el criterio de minimización de AGV empleado en la optimización multirrespuesta presentada en la sección 5.2.

Si bien la monodigestión de las AM exhibió un mayor PBM individual ($741,71 \pm 27,91$ L $\text{CH}_4 \text{ kg}^{-1}$ SV) respecto a las mezclas evaluadas, este resultado debe interpretarse con cautela al momento de seleccionar la configuración óptima del proceso. La monodigestión de un sustrato con alta carga orgánica y bajo pH, como es el caso de las AM (pH 4,28), conlleva un riesgo inherente de acidificación del sistema al no contar con un componente que ejerza capacidad buffer, lo cual compromete la estabilidad operacional a mediano y largo plazo. En contraste, la codigestión

con EB y pulpa de café aporta una mayor robustez frente a perturbaciones del sistema, además de permitir la valorización conjunta de los tres residuos generados en el proceso de beneficio del café. Por ello, y en línea con el enfoque adoptado por Armenta y Matiz (2024) en su estudio de codigestión anaeróbica de residuos de la cadena agroindustrial del café en operación semicontinua, el presente trabajo centró su análisis en el comportamiento de las mezclas ternarias, priorizando la estabilidad del proceso y la gestión integral de los residuos por encima de la maximización individual del PBM.

5.1.3 Estimación de la cinética del proceso

Para describir la cinética de producción de metano, se emplearon el modelo de primer orden y el modelo de Gompertz modificado, recomendados para la modelación de digestión anaerobia (Karki et al., 2022). Las constantes cinéticas obtenidas se presentan en la Tabla 6 así como los estadísticos R^2 y RMSE. El ajuste de los datos experimentales a ambos modelos generó curvas teóricas que se ilustran en las Figura 7, 8 y 9

Tabla 6

Parámetros cinéticos obtenidos mediante los modelos de Gompertz modificado y de primer orden en las diferentes mezclas evaluadas

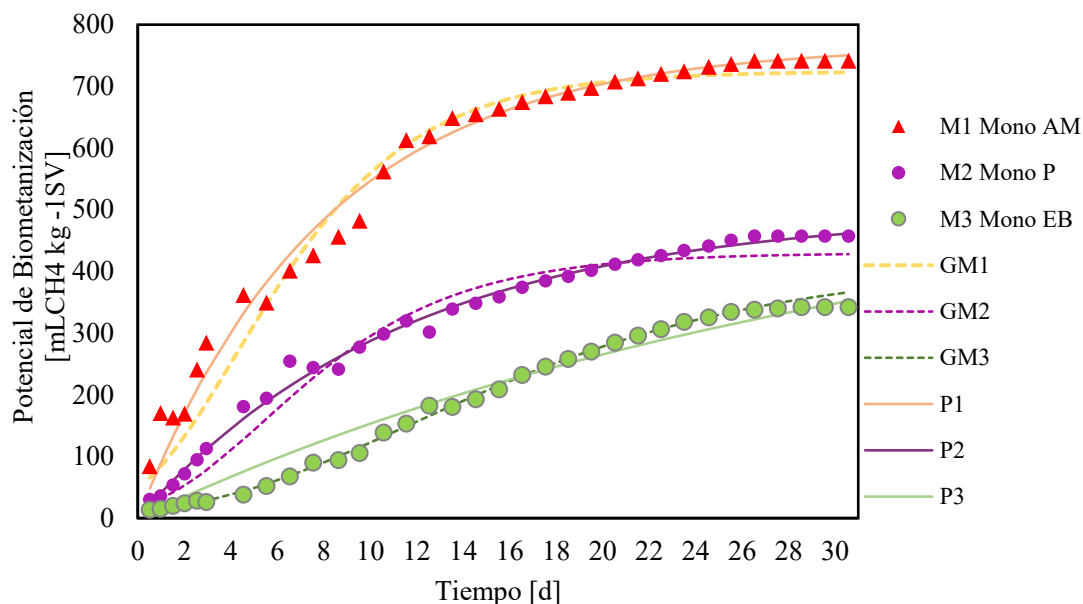
Mezcla	M1 Mono AM	M2 Mono P	M3 Mono EB	M4 50 AM:50 P	M5 50 AM:50 EB	M6 75 AM:25 P	M7 75AM: 25EB	M8 50AM:25 P: 25 EB	M9 66 AM:17 P: 17 EB	M10 83AM:8 P: 8 EB	M11 58AM:33 P: 8 EB	M12 58AM:8 P: 33EB	Control
Gompertz modificado													
G 0	724,14	429,90	413,26	604,11	494,24	675,87	571,43	494,80	517,76	587,43	496,61	538,75	326,93
μ Max	62,67	33,94	17,05	71,44	46,66	72,02	58,74	53,58	65,22	74,50	50,51	45,39	36,97
λ	0,00	0,79	2,83	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	1,36
RMSE	38,50	19,89	4,81	40,56	39,11	45,98	40,03	43,26	39,65	48,58	36,22	41,93	12,07
R2	0,97	0,98	1,00	0,95	0,93	0,95	0,94	0,91	0,93	0,92	0,94	0,92	0,990
Primer Orden													
G 0	767,36	497,19	319,18	627,80	517,50	700,77	594,80	513,07	538,19	607,85	519,15	523,18	359,30
k	0,12	0,09	0,08	0,17	0,14	0,16	0,15	0,16	0,18	0,19	0,15	0,15	0,11
RMSE	28,52	11,48	21,70	22,76	27,07	30,35	25,58	29,89	24,20	30,71	23,14	23,23	23,69
R2	0,98	0,97	0,96	0,98	0,96	0,97	0,97	0,95	0,97	0,96	0,97	0,97	0,96

Los resultados evidencian un ajuste adecuado de los datos experimentales a los modelos cinéticos propuestos ($R^2=0,91-0,98$). De las 13 mezclas evaluadas, 10 presentan un mejor ajuste al modelo de primer orden, mientras que las mono-digestiones M2 (100 % P), M3 (100 % EB) y el control de celulosa se ajustan mejor al modelo de Gompertz modificado ($R^2 = 0,98-0,99$). Este comportamiento sugiere que el modelo de primer orden describe adecuadamente las cinéticas de las mezclas con AM, en las que no se observa tiempo de latencia ($\lambda = 0$ d), comportamiento consistente con lo reportado por Guerrero y Ocampo (2023), quienes obtuvieron un mejor ajuste al modelo de primer orden para la mono-digestión de AM ($R^2 = 0,997$; $k = 0,415 \text{ d}^{-1}$). En contraste, el modelo de Gompertz modificado resulta apropiado para sustratos con fase de latencia definida ($\lambda = 0,79-2,87$ d), tal como se describe en la literatura para matrices con limitaciones de hidrólisis inicial (Kusi et al., 2025).

En la **Figura 7** se presenta la producción acumulada de metano en función del tiempo para las mono-digestiones evaluadas, junto con el ajuste obtenido por el modelo de primer orden y el modelo de Gompertz modificado.

Figura 7

Producción acumulada de metano en función del tiempo para las mono-digestiones evaluadas



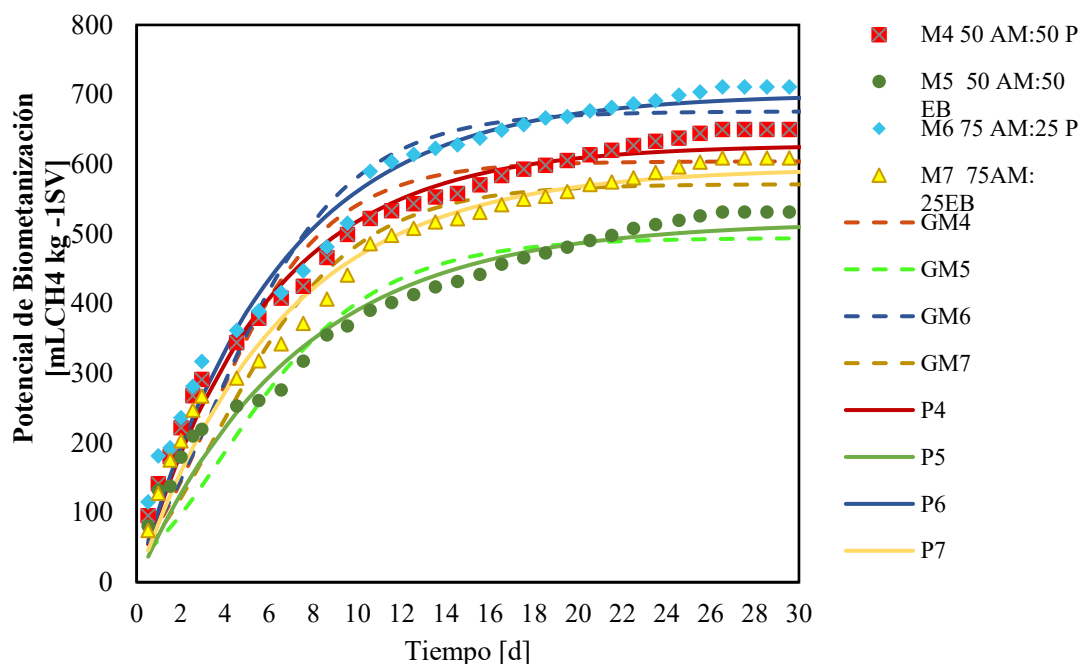
Los perfiles de producción de metano acumulado presentados en la Figura 7, junto con los parámetros cinéticos reportados en la Tabla 6, muestran cinéticas diferenciadas para cada mono-digestión. M1 (100 % AM) exhibe la mayor velocidad de degradación y el mayor potencial de producción de metano entre las mono-digestiones, alcanzando $741,71 \pm 27,91 \text{ NL CH}_4 \text{ kg}^{-1} \text{ SV}$ con una tasa de producción elevada durante los primeros tres días que se reduce alrededor del día 13. Esta dinámica se ajusta de mejor manera al modelo de primer orden ($R^2 = 0,98$), al no presentar tiempo de latencia ($\lambda = 0 \text{ d}$) y con una constante cinética de $k = 0,12 \text{ d}^{-1}$, lo que confirma la rápida degradación de los azúcares fermentables presentes en las aguas mieles (Torres-Valenzuela et al., 2019) e indica que el proceso depende principalmente de la disponibilidad de sustrato y no requiere un periodo de adaptación del consorcio microbiano. Este perfil es congruente con lo reportado por Guerrero y Ocampo (2023) para la digestión de AM, quienes obtuvieron un mejor ajuste al modelo de primer orden con $k = 0,415 \text{ d}^{-1}$, diferencia atribuible a variaciones en la composición del sustrato y las condiciones experimentales.

A diferencia de M1, M2 (100 % P) presenta una curva de ascenso gradual que se estabiliza en un valor de $457,41 \pm 23,71 \text{ NL CH}_4 \text{ kg}^{-1} \text{ SV}$, con un tiempo de latencia corto ($\lambda = 0,79 \text{ d}$). Esta dinámica se ajusta de mejor manera al modelo de Gompertz modificado ($R^2 = 0,998$), con una velocidad máxima específica de producción ($\mu_{\text{max}} = 33,94 \text{ NL CH}_4 \text{ kg}^{-1} \text{ SV d}^{-1}$) superior a la reportada por Chala et al (2019) para pulpa de café bajo el mismo modelo ($20,67 \text{ NL CH}_4 \text{ kg}^{-1} \text{ SV d}^{-1}$). El perfil de degradación gradual observado es consistente con la naturaleza lignocelulósica de la pulpa descrita en la sección 5.1, cuya estructura limita la velocidad de solubilización del sustrato (Aravani et al., 2023). La comparación entre las dinámicas de M1 y M2 ilustra el contraste entre un sustrato de rápida fermentación y uno de degradación gradual, perfiles complementarios que pueden ser aprovechados en un esquema de co-digestión.

En M3 (100 % EB) se observa el tiempo de latencia más prolongado entre las monodigestiones ($\lambda = 2,83 \text{ d}$), seguido de una tasa de producción sostenida y de baja magnitud, estabilizándose en $342,21 \pm 8,61 \text{ NL CH}_4 \text{ kg}^{-1} \text{ SV}$. Esta dinámica se ajusta de mejor manera al modelo de Gompertz modificado ($R^2 = 0,998$), con una constante de primer orden de $k = 0,08 \text{ d}^{-1}$, valor cercano al rango óptimo reportado por (López et al., 2021) para la digestión anaerobia de estiércol bovino ($0,091\text{--}0,137 \text{ d}^{-1}$). En el contexto de la co-digestión evaluada en este trabajo, el rol del EB no se centra en su potencial individual de producción de metano, sino en su aporte de capacidad buffer y nutrientes para equilibrar la relación C/N del sistema (Castro-Molano et al., 2019), condición que adquiere relevancia al combinarse con sustratos ácidos como las AM y completa el conjunto de propiedades requeridas para una operación estable.

Figura 8

Producción acumulada de metano en función del tiempo para las mezclas binarias evaluadas



En la **Figura 8** se presentan los perfiles de producción acumulada de metano para las mezclas binarias evaluadas, junto con los ajustes obtenidos por el modelo de primer orden y el modelo de Gompertz modificado.

En los primeros tres días, todas las mezclas binarias exhiben pendientes iniciales pronunciadas y ausencia de tiempo de latencia ($\lambda = 0$ d), comportamiento consistente con la presencia de AM como componente común en todas las mezclas, cuya fracción soluble está disponible de forma inmediata para el consorcio microbiano (Acarley & Quipuzco, 2020). A partir del tercer día se observa una divergencia en las trayectorias según la naturaleza y proporción del co-sustrato.

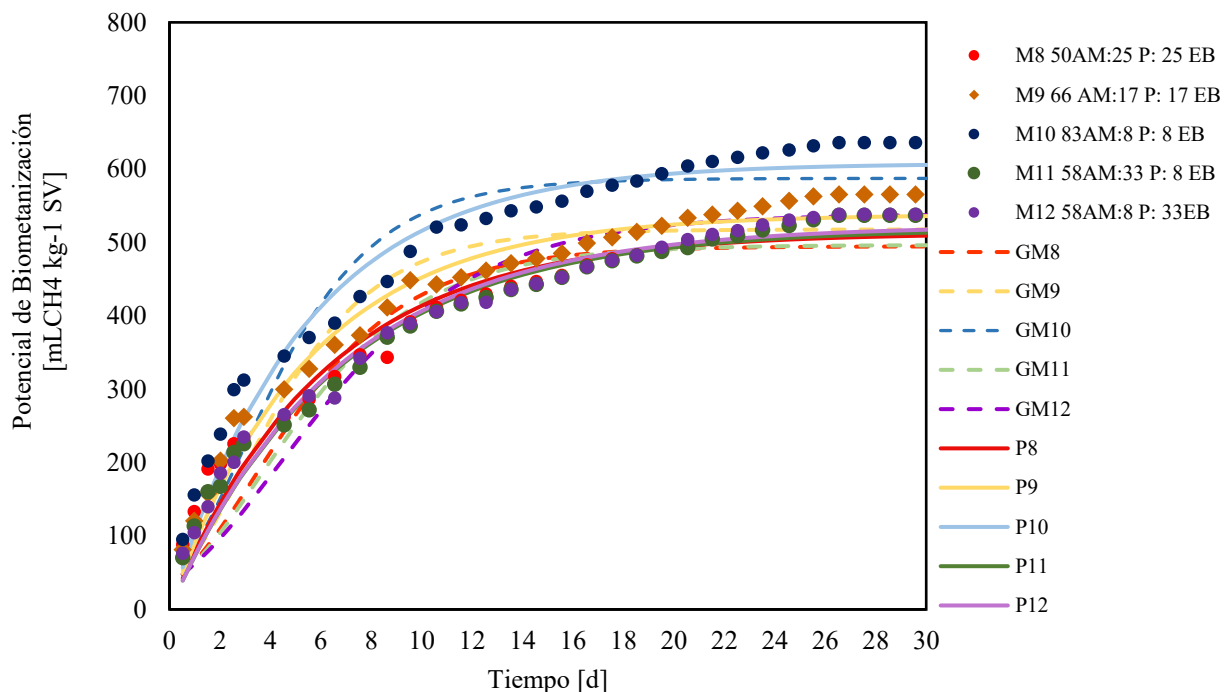
Las mezclas de AM con P (M6 y M4) alcanzan los valores más elevados del grupo, con $711,11 \pm 17,71$ y $649,91 \pm 18,51$ NL CH₄ kg⁻¹ SV respectivamente. La comparación entre ambas muestra que el incremento en la proporción de AM (de 50 % en M6 a 75 % en M4) se asocia a un

mayor PBM final, lo que refleja el aporte de las AM como sustrato de mayor potencial de producción de metano. Por el contrario, las constantes cinéticas obtenidas (M6: $k = 0,16 \text{ d}^{-1}$; M4: $k = 0,17 \text{ d}^{-1}$) superan el valor de la mono-digestión de AM (M1: $k = 0,12 \text{ d}^{-1}$), comportamiento que sugiere que la presencia de la pulpa acelera la dinámica global del proceso. Este efecto es congruente con lo reportado por Guerrero y Ocampo (2023), quienes atribuyen el mayor rendimiento de la combinación AM-P al efecto acelerante de las AM sobre la pulpa.

Las mezclas de AM con EB (M7 y M5) presentan un ascenso más atenuado, estabilizándose en $608,81 \pm 7,71$ y $531,61 \pm 12,21 \text{ NL CH}_4 \text{ kg}^{-1} \text{ SV}$ respectivamente. Las constantes cinéticas obtenidas (M7: $k = 0,15 \text{ d}^{-1}$; M5: $k = 0,14 \text{ d}^{-1}$) son comparables a las observadas en las mezclas AM-P para proporciones equivalentes de co-sustrato, lo que sugiere que tanto la P como el EB aportan un efecto acelerante similar sobre la cinética del proceso cuando se incorporan en proporciones bajas. La diferencia en el PBM final entre las mezclas con P y las mezclas con EB se relaciona con el menor potencial individual de producción de metano del estiércol bovino (M3: $342,21 \pm 8,61 \text{ CH}_4 \text{ kg}^{-1} \text{ SV}$) respecto a la pulpa (M2: $457,41 \pm 23,71 \text{ NL CH}_4 \text{ kg}^{-1} \text{ SV}$).

Figura 9

Producción acumulada de metano en función del tiempo para las mezclas ternarias evaluadas



En la **Figura 9** se presentan los perfiles de producción acumulada de metano para las cinco mezclas ternarias evaluadas, junto con los ajustes obtenidos por el modelo de primer orden y el modelo de Gompertz modificado.

En los primeros tres días, todas las mezclas ternarias exhiben pendientes iniciales pronunciadas y ausencia de tiempo de latencia ($\lambda = 0$ d), comportamiento consistente con lo reportado por Guerrero y Ocampo (2023), quienes señalan el efecto acelerante de las AM sobre la fase inicial de degradación en mezclas con residuos de café. La desaceleración progresiva observada a partir del cuarto día y la posterior estabilización entre los días 12 y 14 reflejan el agotamiento de la fracción soluble aportada por las AM, fase tras la cual la producción depende

de la degradación gradual de las fracciones particuladas de la P y el EB, sustratos cuya cinética individual es notablemente más lenta según lo discutido para M2 y M3.

Las constantes cinéticas obtenidas para las cinco mezclas ternarias se encuentran en un rango estrecho ($k = 0,15\text{--}0,19\text{ d}^{-1}$), todas superiores al valor de M1 ($k = 0,12\text{ d}^{-1}$), lo que indica que la incorporación simultánea de los tres sustratos acelera la dinámica global respecto a la monodigestión de AM. Los mayores valores los registran M9 ($k = 0,18\text{ d}^{-1}$) y M8 ($k = 0,16\text{ d}^{-1}$), mezclas que presentan proporciones equilibradas de P y EB en relación 1:1. Este resultado sugiere que la combinación equilibrada de P y EB favorece la velocidad de degradación, comportamiento que puede atribuirse al aporte amortiguador del EB que modera los efectos de la rápida acidogénesis de las AM, condición que a su vez favorece la degradación sostenida de la pulpa.

5.1.4 Evaluación de efectos sinérgicos de las co-digestiones

Para la evaluación de los efectos sinérgicos de las co-digestiones se calcularon tres índices complementarios: el índice de sinergia sobre el PBM (ϕPBM), el índice de sinergia sobre la tasa de degradación (ϕk) y el índice de sinergia sobre la acumulación de AGV (ϕAGV). El modelo de Primer Orden se empleó para el cálculo de ϕk , dado que presentó un mejor ajuste que el modelo de Gompertz modificado para las mezclas evaluadas, en las que no se observó fase de latencia. Los parámetros obtenidos se presentan en la **Tabla 7**. En términos generales, se observó un comportamiento antagónico sobre el PBM en 7 de las mezclas evaluadas, sinergia sobre la tasa de degradación en la totalidad de las co-digestiones, y una reducción sinérgica de la acumulación de AGV en 3 mezclas.

Tabla 7*Efectos sinérgicos de las distintas mezclas evaluadas*

Mezcla	(ϕPBM)	(ϕk)	(ϕAGV).
M1 Mono AM	1,00	1,00	1,00
M2 Mono P	1,00	1,00	1,00
M3 Mono EB	1,00	1,00	1,00
M4 50 AM:50 P	1,08	1,66	1,01
M5 50 A:50 EB	0,98	1,81	0,99
M6 75 A:25 P	1,06	1,41	1,03
M7 75A: 25EB	0,95	1,53	1,01
M8 50A:25 P: 25 EB	0,94	1,80	0,94
M9 66 A:17 P: 17 EB	0,90	1,80	0,98
M10 83A:8 P: 8 EB	0,94	1,68	1,00
M11 58A:33 P: 8 EB	0,88	1,46	1,03
M12 58A:8 P: 33EB	0,93	1,68	1,00

La Tabla 7 muestra que 7 de las 9 co-digestiones evaluadas presentaron un efecto antagónico sobre el PBM (ϕ PBM < 1), mientras que solo M4 (50 AM:50 P) y M6 (75 AM:25 P) registraron sinergia positiva (ϕ PBM = 1,08 y 1,06, respectivamente). Este comportamiento puede atribuirse a las condiciones controladas del ensayo batch, en las que la RIS = 4 favoreció la degradación individual de las AM sin permitir que las interacciones sinérgicas con los sustratos particulados se manifestaran plenamente. Asimismo, la matriz lignocelulósica de la pulpa y la fracción particulada del EB pueden haber limitado la conversión completa de la carga orgánica en el tiempo del ensayo, generando un rendimiento inferior al esperado por aditividad lineal. Este resultado contrasta con lo reportado por Guerrero y Ocampo (2023), quienes observaron efectos sinérgicos en la interacción de los tres sustratos, diferencia que puede atribuirse a las características fisicoquímicas particulares de los sustratos empleados en cada estudio, principalmente a las mayores concentraciones de ST y SV reportadas por dichos autores. A pesar del antagonismo en el PBM observado, los datos muestran que las mezclas ternarias con proporciones de AM entre 50

y 60 % (M8, M11 y M12) presentaron los valores de ϕ_{PBM} más cercanos a 1, tendencia que será analizada con mayor profundidad mediante las superficies de respuesta presentadas en la sección 5.1.5.

Con respecto al índice de sinergia cinética (ϕ_k), todas las co-digestiones evaluadas presentaron sinergia positiva, con valores entre 1,41 y 1,81. Los mayores efectos sinérgicos se registraron en M5 (0,50 AM:0,50 EB; $\phi_k = 1,81$), M8 (0,50 AM:0,25 P:0,25 EB; $\phi_k = 1,80$) y M9 (0,66 AM:0,17 P:0,17 EB; $\phi_k = 1,80$), lo que evidencia que la incorporación simultánea de los tres sustratos acelera la dinámica global de degradación respecto a la mono-digestión de cada componente. Este comportamiento es consistente con lo reportado por Guerrero y Ocampo (2023), quienes señalan que la interacción de las AM con la pulpa potencia y acelera los procesos de degradación. Adicionalmente, se observa que las mezclas ternarias con proporciones equilibradas de P y EB (M8 y M9, ambas con relación P:EB = 1:1) presentan los mayores índices de sinergia cinética, lo que sugiere que la combinación balanceada entre el sustrato lignocelulósico (P) y el co-sustrato amortiguador (EB) favorece la velocidad global del proceso.

En cuanto al índice de sinergia sobre la acumulación de AGV (ϕ_{AGV}), se observó un efecto sinérgico ($\phi_{\text{AGV}} < 1$) en tres mezclas: M5 ($\phi_{\text{AGV}} = 0,99$), M9 ($\phi_{\text{AGV}} = 0,98$) y M8 ($\phi_{\text{AGV}} = 0,94$). Estas tres mezclas coinciden con aquellas que presentaron la mayor sinergia cinética, lo que sugiere que la combinación de EB con proporciones equilibradas de los co-sustratos favorece simultáneamente la velocidad de degradación y la reducción de la acumulación de intermediarios ácidos. Este resultado es consistente con lo reportado por Navarro Rodríguez y Nieto Muñoz (2024), quienes señalan que el EB puede contribuir al equilibrio del sistema mediante su capacidad buffer, permitiendo que la degradación de la fracción biodegradable ocurra sin comprometer la estabilidad del proceso.

En conjunto, el análisis de los tres índices de sinergia evidencia comportamientos diferenciados: mientras que el PBM final tiende a mostrar antagonismo bajo las condiciones controladas del ensayo, la dinámica de degradación (ϕ_k) presenta sinergia positiva en todas las mezclas evaluadas, y la acumulación de AGV muestra un efecto sinérgico específicamente en las mezclas con proporciones equilibradas de P y EB. Si bien algunas mezclas binarias, como M4 (50 AM:50 P) y M5 (50 AM:50 EB), presentaron indicadores individuales favorables, la selección de una mezcla ternaria se justifica por criterios adicionales de complementariedad fisicoquímica y de gestión conjunta de residuos.

En términos operacionales, el presente trabajo se enmarca en la gestión conjunta de los residuos generados por el beneficio húmedo del café (AM y P), sector productivo estratégico en Colombia, cuya disposición inadecuada representa una carga ambiental significativa. En este contexto, una mezcla ternaria que incorpore los tres sustratos responde tanto a los criterios técnicos derivados del análisis sinérgico como a la necesidad operacional de aprovechar simultáneamente los residuos disponibles del beneficio del café. Esta información complementa el análisis presentado en la sección 5.1.2 y sustenta la selección de la mezcla óptima abordada en la sección 5.2.

5.1.5 Modelamiento Estadístico y Superficies de Respuesta del Diseño de Mezclas

Con el propósito de describir y estimar la respuesta experimental, predecir el comportamiento del sistema y evaluar las interacciones biológicas entre las fracciones co-digeridas, los datos experimentales obtenidos en la operación discontinua se modelaron estadísticamente empleando el software Minitab®. Esta evaluación permitió mapear los efectos combinados de las aguas mieles (AM), la pulpa de café (P) y el estiércol bovino (EB) sobre el

rendimiento energético, evaluado a través del Potencial Bioquímico de Metano (PBM), y la estabilidad metabólica del proceso, determinada a partir de la concentración final de ácidos grasos volátiles (AGV).

5.1.5.1 Modelamiento del Potencial Bioquímico de Metano (PBM).

El comportamiento experimental del rendimiento específico de metano a lo largo del simplex restringido evidenció desviaciones respecto al comportamiento aditivo esperado. La evaluación de los datos experimentales arrojó un ajuste estadístico de alta validez para un modelo reducido cúbico especial ($R_{ajustado}^2 = 81,06\%$, $p = 0,004$), donde se priorizó la potencia predictiva mediante la eliminación de interacciones que generaban sobreajuste en el sistema. Al recuperar grados de libertad para el error residual, el modelo demostró una sólida capacidad para predecir el PBM en nuevas proporciones ($R_{pred}^2 = 63,92\%$). En consecuencia, el modelo queda definido por la Ecuación 7:

$$PBM = 720,8 x_{AM} + 560,6x_P + 335,5x_{EB} - 2.735x_{AM}x_Px_{EB} \quad (\text{Ec. 7})$$

Cabe destacar que los rendimientos de PBM analizados y predichos por este modelo se fundamentan en el método volumétrico (Díaz et al., 2002); por lo tanto, siempre se debe especificar que son mediciones bajo condiciones normales.

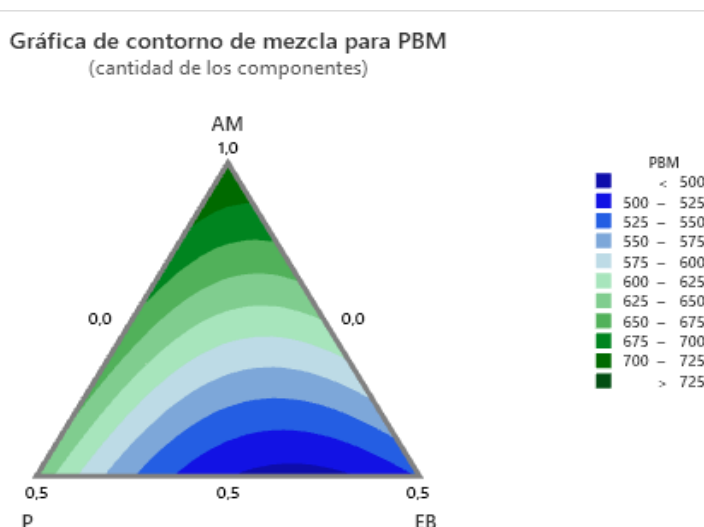
El análisis de los coeficientes refleja la dinámica del bioproceso. De forma individual, los términos lineales presentan un aporte positivo al potencial metanogénico, destacándose las aguas mieles ($\beta = 720,8$) debido a su mayor disponibilidad de compuestos solubles y rápidamente biodegradables. Sin embargo, el término de interacción ternaria resulta estadísticamente significativo ($p = 0,049$) con un coeficiente negativo (-2735). Este comportamiento antagónico

indica que, al mezclar los tres componentes, el rendimiento neto de metano disminuye. Biológicamente, esto ocurre porque la rápida hidrólisis de los azúcares aportados por los residuos de café supera la tasa de consumo de las arqueas metanogénicas, provocando una acumulación de ácidos grasos volátiles (AGV) que deprime la producción de metano cuando los tres componentes interactúan de forma simultánea.

Para comprender la influencia conjunta de estos factores, la Figura 10 presenta la gráfica de contorno que permite ver el comportamiento del sistema:

Figura 10

Gráfica de contorno de mezcla del Potencial Bioquímico de Metano (PBM) en el simplex restringido



La representación gráfica del modelo ajustado mediante la gráfica de contorno bidimensional (Figura 10), muestra el comportamiento del sistema y la tendencia prevista para el rendimiento de metano. En la Figura 10, el PBM se exhibe de manera ascendente directamente hacia el vértice de las aguas mieles (AM), confirmando su papel crucial en el proceso de

generación de biogás. Este comportamiento predicho concuerda con la literatura, la cual señala que sustratos con alta carga de compuestos orgánicos solubles y azúcares de fácil fermentación maximizan la producción de metano en bioprocesos anaerobios (Torres-Valenzuela et al., 2019; Chala et al., 2018). Las líneas de contorno paralelas y espaciadas hacia esta dirección reflejan visualmente el fuerte peso del coeficiente lineal positivo de las AM. En cambio, al moverse hacia los vértices de la pulpa (P) y el estiércol bovino (EB), el potencial metanogénico disminuye, lo que indica la dificultad para su digestión debido a la matriz estructurada lignocelulósica y a componentes recalcitrantes (Guerrero y Ocampo, 2023).

5.1.5.2 Modelamiento de la Acumulación de Ácidos Grasos Volátiles (AGV).

Para evaluar la estabilidad del proceso un indicador clave es la concentración de AGV, por lo tanto, se modeló la concentración de AGV al final de los ensayos de biodegradabilidad. El sistema se ajustó con alta precisión ($R^2_{ajustado} = 93.56\%$, $p = 0.013$) a un modelo cúbico de Scheffé (Ecuación 8):

$$AGV = 505.45x_{AM} + 3918.0x_P - 3806.0x_{EB} - 6692.0x_{AM}x_P + 8620.0x_{AM}x_{EB} + 4306.0x_{AM}x_P(x_{AM} - x_P) - 5486.0x_{AM}x_{EB}(x_{AM} - x_{EB}); \text{ (Para } x_{AM} \geq 0,5 \text{)} \quad (\text{Ec. 8})$$

Como contraste con el modelo de PBM, la Ecuación 7 reproduce de manera notablemente precisa el comportamiento experimental dentro del rango limitado del diseño ($x_{AM} \in [0,5; 1,0]$): en el vértice de $x_{AM} = 1,0$ predice 505,45 mg CH₃COOH L⁻¹ (M1 experimental = 504,01±24,01); en el vértice $x_{AM}=0,5;x_{EB}=0,5$ predice 504,72 (M5 experimental = 506,01±61,31); y en el vértice $x_{AM}=0,5;x_P=0,5$ predice 538,72 (M4 experimental = 540,01±66,81), con una desviación inferior a 1,5 mg CH₃COOH L⁻¹ en los tres casos. Esta respalda el R² ajustado obtenido y permite emplear la ecuación dentro del dominio experimental evaluado.

Es necesario, no obstante, precisar el dominio de validez del modelo antes de interpretar sus coeficientes individuales. Dado que el diseño simplex-lattice se restringió a la región delimitada por los vértices AM (1,0,0), P (0,5;0,5;0) y EB (0,5;0;0,5) (sección 4.1.2), la Ecuación 7 no incorpora información experimental en torno a las composiciones de pulpa o estiércol bovino puros ($x_P=1$ o $x_{EB}=1$). Evaluar la ecuación para las mezclas pura de pulpa de café y aguas mieles constituye por tanto una extrapolación con un margen de error considerablemente importante, puesto que se obtienen valores de 3.918,0 mg CH₃COOH L⁻¹ para $x_P=1$ y de -3.806,0 mg CH₃COOH L⁻¹ para $x_{EB}=1$, os cuales se ubican fuera del dominio experimental válido. Esto evidencia un claro riesgo de sobreajuste (overfitting): un modelo de orden cúbico que incluye múltiples términos de interacción frente a escasos grados de libertad residuales logra describir matemáticamente la región central con alta precisión (R^2 ajustado = 93,56 %), pero pierde por completo su sentido físico y capacidad predictiva al ser extrapolado hacia los extremos físicos del dominio.

Esto indica que los coeficientes lineales asociados a pulpa y estiércol bovino no representan, por sí solos, la concentración de AGV esperado de sus respectivas mono-digestiones, sino parámetros del polinomio cuya interpretación no es válida en combinación con los demás términos y dentro del dominio $x_{AM} \geq 0,5$.

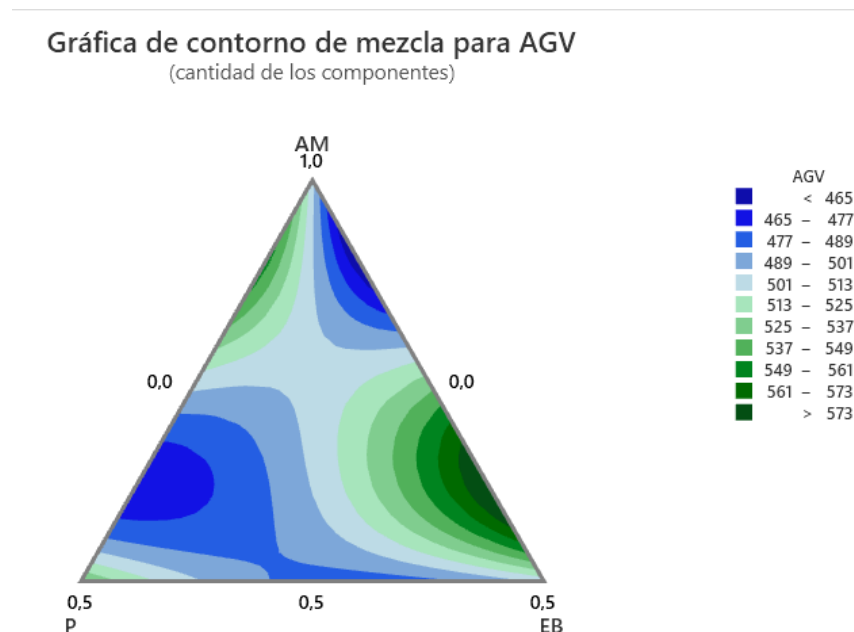
Bajo esta lectura, el coeficiente negativo de EB (-3806,0) no debe interpretarse como una demostración aislada de su rol amortiguador, sino como parte de un ajuste que, evaluado en conjunto dentro del dominio válido, reproduce correctamente los valores bajos de AGV observados en M1 y M5 (504-506 mg CH₃COOH L⁻¹), es por ello que el efecto del estiércol bovino debe complementarse con indicadores experimentales de capacidad buffer. De manera similar, el

término de interacción entre AM×P (-6692,0) tampoco implica un efecto de dilución benéfico: al evaluar la Ecuación 7 en el vértice $x_{AM}=0,5;x_P=0,5$, el resultado (538,72) es el más alto de los tres vértices accesibles del simplex, en concordancia con el valor experimental más alto registrado entre las mezclas binarias (M4 = 540,01±66,81). Es decir, dentro de la región estudiada, la combinación de AM con P —sin aporte de EB— constituye la condición de mayor acumulación de AGV, no la de menor.

El comportamiento descrito lo podemos observar en la Figura 11, donde la gráfica de contorno de la concentración de AGV, nos permite visualizar las zonas de estabilidad operativa del sistema:

Figura 11

Gráfica de contorno de mezcla de Ácidos Grasos Volátiles (AGV):



A partir de la ecuación ajustada, se generó la gráfica de contorno bidimensional (Figura 11) para analizar de forma espacial la acumulación de intermediarios metabólicos. A diferencia de la tendencia observada en el PBM, el perfil de acumulación de AGV exhibe un comportamiento altamente no lineal. Al observar la arista que conecta las AM puras con la mezcla binaria 50%AM:50%EB (mezclas sin aporte de pulpa), el modelo predice que la concentración de AGV no decrece de forma continua con la adición de EB. Inicialmente desciende hasta un mínimo cercano a $455 \text{ mg CH}_3\text{COOH L}^{-1}$ alrededor de la proporción 90%AM:10%EB, para luego ascender de manera abrupta hacia un máximo cercano a $588 \text{ mg CH}_3\text{COOH L}^{-1}$ en torno a la mezcla 62%AM:38%EB (zona de mayor acumulación visualizada en tonos verdes oscuros en la Figura 11 y finalmente descender hasta $504,72 \text{ mg CH}_3\text{COOH L}^{-1}$ en el vértice 50%AM:50%EB).

Esta elevación intermedia indica que ciertas proporciones binarias AM:EB constituyen una zona de mayor riesgo de acidificación que los extremos de dicha arista. La interpretación de la gráfica de contorno revela que la incorporación de pulpa al sistema —lo que desplaza la composición hacia el interior del simplex en dirección al punto óptimo ternario (50%AM:25%P:25%EB en %SV)— permite evadir esta franja de inestabilidad. Esta dinámica comprueba visual y matemáticamente que la inclusión equilibrada de los tres componentes favorece la capacidad de amortiguación del sistema, estabilizando el proceso de mejor forma que las combinaciones puramente binarias; un hallazgo coherente con investigaciones recientes sobre co-digestión multicomponente de residuos del beneficio del café, donde el balance estructural de co-sustratos mitiga las caídas perjudiciales de pH (Karki et al., 2025; Kampioti & Komilis, 2022).

5.1.5.3 Optimización Multirrespuesta mediante Función de Deseabilidad Global.

Para conciliar la productividad energética y la estabilidad del reactor, se desarrolló una optimización simultánea empleando la función de deseabilidad global (Derringer & Suich, 1980). Las metas de la herramienta *Response Optimizer* se configuraron aplicando criterios estrictos de ingeniería de bioprocesos:

1. **Maximización del PBM:** Se estableció un valor objetivo de $400 \text{ NL } CH_4 \text{ kg } SV^{-1}$. Esta meta responde al umbral de viabilidad para sistemas energéticos agroindustriales. Mientras que los residuos mono-digeridos como la pulpa alcanzan rendimientos promedios de $244.7 \text{ NL } CH_4 \text{ kg } SV^{-1}$. (Chala et al., 2018), un óptimo de co-digestión debe superar la barrera de los $400 \text{ NL } CH_4 \text{ kg } SV^{-1}$ para garantizar el autoabastecimiento energético de la finca.

2. **Minimización de AGV:** Se fijó un objetivo de $490 \text{ mg } CH_3COOH \cdot L^{-1}$ con un techo máximo inflexible de $500 \text{ mg } CH_3COOH \cdot L^{-1}$. Los ácidos grasos volátiles son intermediarios esenciales, pero su tasa de generación no debe exceder el consumo de las arqueas (Wang et al., 2009). Restringir severamente la acumulación a un límite máximo de $500 \text{ mg } CH_3COOH \cdot L^{-1}$ asegura que el consorcio microbiano no entre en un estado estacionario inhibido por fallas de pH o toxicidad, garantizando una transición segura hacia un régimen de operación semicontinua de alta carga (Karki et al., 2025).

La solución obtenida mediante el software estadístico determinó que la mezcla óptima corresponde a la proporción de 50AM:25P:25EB, % (en base a sólidos volátiles), alcanzando una deseabilidad global de 1,00. Para estas condiciones, el modelo pronostica un PBM de $501,25 \text{ NL } CH_4 \text{ kg } SV^{-1}$ y una concentración final de AGV de $484,72 \text{ mg } CH_3COOH \text{ L}^{-1}$. Al provenir del método volumétrico, se especifica que estos valores de PBM representan mediciones bajo

condiciones normales. El valor predictivo del modelo ($R^2_{pred} = 63,92\%$) confirma que esta combinación es confiable para la operación del sistema. Al comparar el valor óptimo teórico ($501,25 \text{ NL CH}_4 \text{ kg SV}^{-1}$) con el resultado experimental obtenido en la mezcla M8 de la misma proporción ($536,98 \text{ NL CH}_4 \text{ kg SV}^{-1}$), se observa que el modelo se ajusta de manera adecuada al comportamiento real observado en los ensayos de laboratorio. Por último, al comparar este valor óptimo con el rendimiento máximo de la mono-digestión de aguas mieles ($M1 = 741,73 \text{ NL CH}_4 \text{ kg SV}^{-1}$), se evidencia el balance técnico del proceso. La co-digestión con estiércol bovino disminuye una fracción del potencial total de generación de metano de las aguas mieles, pero aporta la alcalinidad necesaria para controlar la acumulación de ácidos. De este modo, se prioriza la estabilidad operativa del reactor frente al riesgo de acidificación, garantizando una transición segura hacia el régimen de operación semicontinuo.

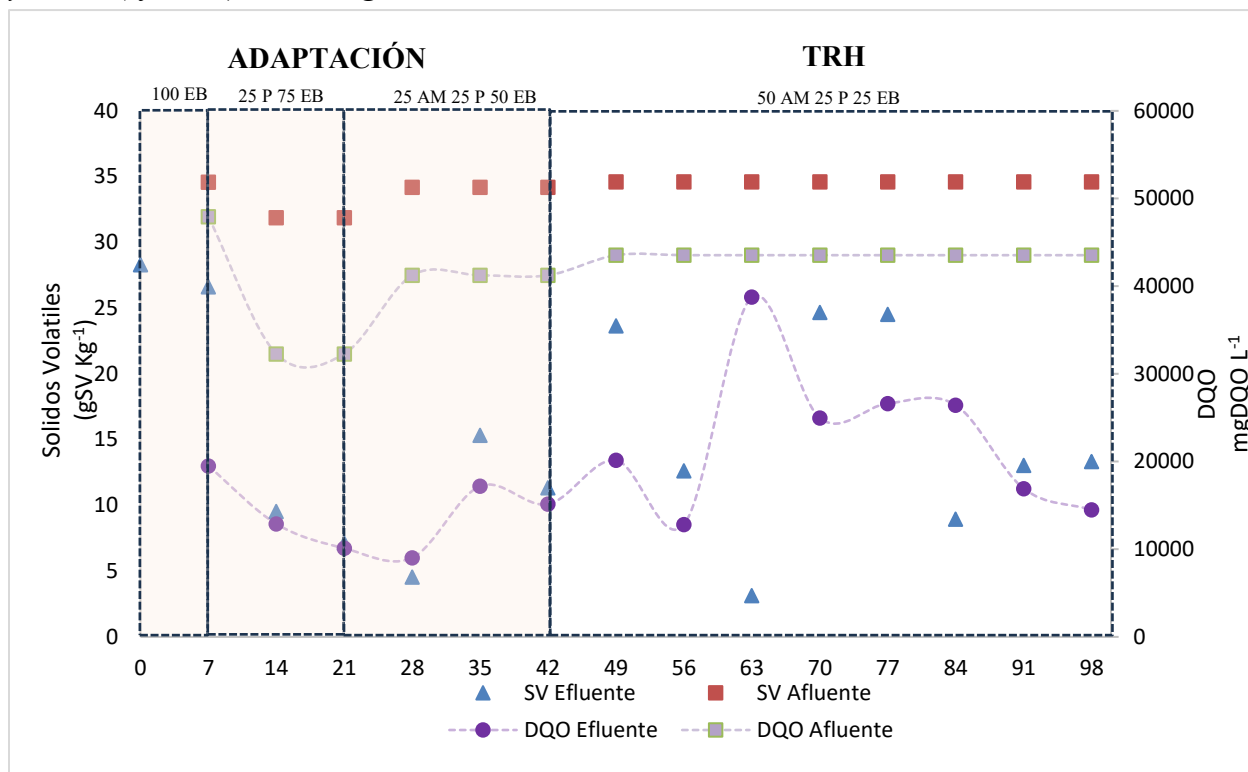
5.2 Monitoreo de la estabilidad del proceso de CoDA de residuos de café con estiércol bovino

5.2.1 Dinámica de degradación de materia orgánica evaluada a partir de SV y DQO en semicontinuo

La estabilidad del proceso CoDA en un biodigestor a escala banco se evaluó mediante el monitoreo de indicadores de conversión de sustrato (remoción SV y de DQO), metabolitos intermedios (concentración de AGV y alcalinidad total) e indicadores de metabolito finales (rendimiento de metano, la composición del biogás y la tasa de producción de biogás) estos indicadores han sido recomendados por su alta eficiencia en el monitoreo del funcionamiento de biodigestores (Wu et al., 2019).

Figura 12

Comportamiento de SV (ordenada izquierda) y DQO (ordenada derecha) a la entrada (afluente) y salida (efluente) del biodigestor



La Figura 12 presenta el monitoreo del biodigestor durante el tiempo de operación evaluado, en el cual se registró una remoción de SV del 63 % y de DQO del 66 % durante el periodo de adaptación. En el TRH de 66 días de evaluación con la mezcla sinérgica, el porcentaje de remoción de SV disminuyó al 55 % y el de DQO al 48 %, valores que se encuentran dentro del rango reportado para sustratos particulados (30–60 %) y superan los reportados para sustratos específicos como el estiércol bovino (40–50 %) (Angelidaki et al., 2011), confirmando la viabilidad operativa del sistema.

A pesar de la remoción global adecuada de SV, en el efluente se observaron picos puntuales en los días 49 (31,72 g SV kg⁻¹), 70 (33,12 g SV kg⁻¹) y 77 (33,31 g SV kg⁻¹). El primer pico se registró 42 días después de la introducción de la pulpa al biodigestor, lo que sugiere una relación

directa con las características de este sustrato. La naturaleza particulada de la pulpa, junto con su matriz lignocelulósica descrita en la sección 5.1, favorece su acumulación temporal en el fondo del reactor. Dado que el efluente se extrae por el fondo del biodigestor, los sólidos acumulados son arrastrados en pulsos, lo que se manifiesta en los picos observados. Este comportamiento es característico de digestores alimentados con sustratos particulados de baja solubilidad (Shoshaa et al., 2024). La acumulación de sólidos por sedimentación ha sido descrita en el trabajo de Gómez-Salcedo et al., (2021) lo cual justifica la implementación de premezclado mecánico o pre- hidrólisis térmica de la pulpa para escalas mayores.

En concordancia con la dinámica de los sólidos, la concentración de DQO presentó un incremento en el TRH de estudio de la mezcla sinérgica, alcanzando un máximo en el día 63 ($38.777 \text{ mgDQO L}^{-1}$) Posteriormente, las concentraciones se estabilizaron en valores cercanos a los $21\,000 \text{ mg DQO L}^{-1}$, lo que sugiere que la fracción biodegradable del sistema alcanzó un estado pseudoestacionario.

El balance global de DQO durante todo el periodo de operación reveló que el 65,2 % se transformó en biogás, el 25,4 % salió del reactor como digestato y el 9,5 % restante se acumuló en el biodigestor. Es importante señalar que la DQO se determinó mediante espectrofotometría, técnica que cuantifica principalmente la fracción líquida y, por tanto, no representa completamente los sólidos lignocelulósicos de la pulpa. Esta limitación metodológica explica por qué el sistema exhibe acumulación física de pulpa en el fondo del reactor sin que el balance de DQO soluble lo registre como saturación orgánica. La DQO promedio del digestato ($18\,932 \pm 8\,031 \text{ mg L}^{-1}$) supera el límite de vertimiento colombiano para residuos del despulpado húmedo de café ($< 3\,000 \text{ mg L}^{-1}$) establecido por la Resolución 631 de 2015 del Ministerio de Ambiente y Desarrollo Sostenible. No obstante, Borrero y Cruz, (2023) reportan que digestatos con concentraciones de

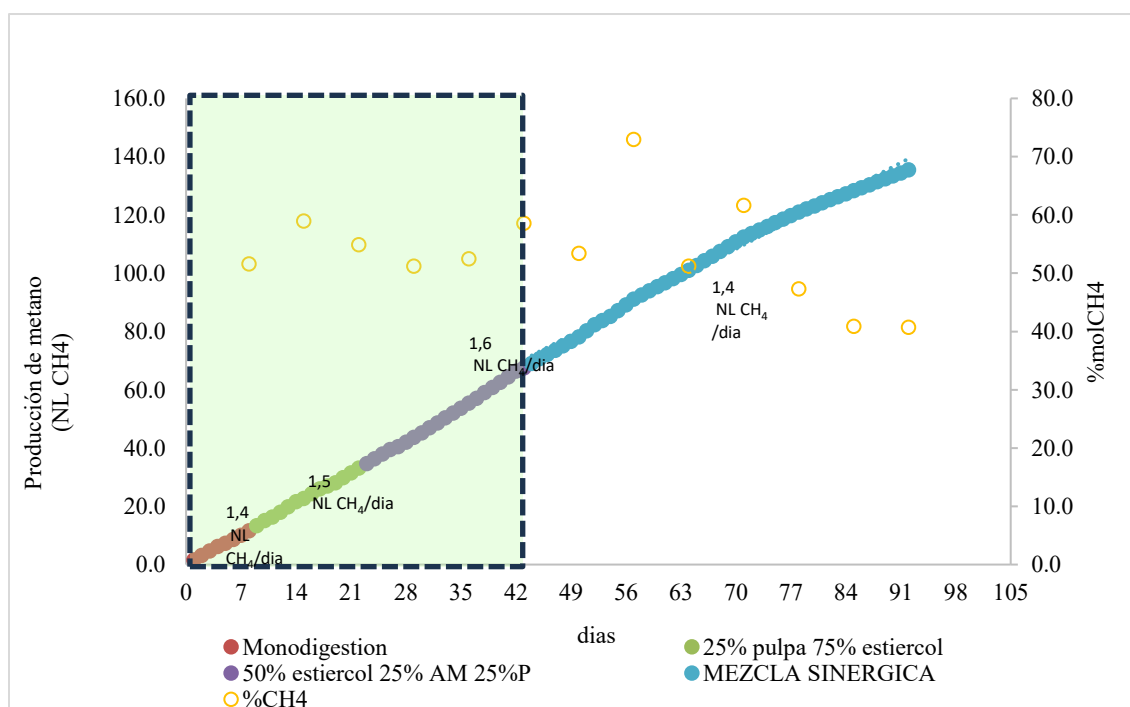
DQO incluso mayores ($29\,278\text{ mg DQO L}^{-1}$) pueden sustituir el uso de fertilizantes comerciales para cultivos hortícolas tras procesos de dilución (9–13 %), lo que constituye una alternativa de aprovechamiento del digestato producido en este sistema.

5.2.2 Producción de biogás

La producción de metano constituye la variable principal que sustenta la eficiencia del proceso en términos de generación de energía. En la Figura 13 se presenta la producción acumulada de metano y su composición molar a lo largo de la operación del biodigestor.

Figura 13

Producción de metano acumulada (ordenada izquierda) y su composición molar (ordenada derecha)



La Figura 13 muestra la producción acumulada de metano durante el periodo de adaptación (separado por las distintas alimentaciones que lo conforman) y durante el TRH de evaluación de la mezcla sinérgica. A lo largo de toda la operación se alcanzó una producción acumulada de 135,5

NL CH₄, de los cuales el 50,12 % se generó durante el TRH de evaluación. No obstante, en este último periodo se registró una reducción en la tasa de producción diaria de metano hasta 1,4 NL CH₄ día⁻¹.

La producción de biogás se relacionó con las características fisicoquímicas de las distintas alimentaciones. En el primer periodo, en el que el biodigestor fue alimentado únicamente con estiércol bovino, se registró una tasa de producción de 1,4 NL CH₄ día⁻¹, valor consistente con el bajo potencial de metanización del estiércol bovino ($G_0 = 198 \text{ NL CH}_4 \text{ kg}^{-1} \text{ SV}$) discutido en la sección 5.1.2, y característico de la etapa de arranque del biodigestor. Este resultado es comparable con lo reportado por Guerrero y Ocampo (2023), quienes registraron una producción de 1,47 NL CH₄ día⁻¹ en la etapa inicial de un biodigestor de 8 L alimentado con estiércol bovino a una VCO de 0,5 kg SV m⁻³ día⁻¹. La calidad del biogás durante esta etapa alcanzó el 51,6 %, valor dentro del rango adecuado para la producción de biogás (50–70 %) reportado por Palau Estevan (2016).

La transición a la alimentación 25 AM:25 P:50 EB permitió alcanzar la mayor tasa de producción del periodo de adaptación (1,6 NL CH₄ día⁻¹), comportamiento consistente con el mayor potencial de metanización de las AM ($G_0 = 705,53 \text{ NL CH}_4 \text{ kg}^{-1} \text{ SV}$). En paralelo, la calidad del biogás presentó un aumento progresivo del 51,2 % al 58,6 %, lo que sugiere una mayor disponibilidad de sustrato fermentable aportado por las AM.

La transición a la mezcla sinérgica como alimentación generó un descenso inicial en la calidad del biogás (53,4 % en el día 49). Sin embargo, en el día 56 el sistema alcanzó el valor máximo registrado de calidad del biogás (72,9 %), reflejando una condición transitoria de equilibrio entre la generación y el consumo de intermediarios del proceso. Esta ventana de eficiencia resultó inestable: en el día 63 la calidad del biogás presentó una caída pronunciada hasta 51,3 %, una reducción del 29,7 % respecto al valor máximo. Aunque en el día 70 se observó una

recuperación parcial (61,7 %), esta resultó insuficiente, ya que en los días posteriores la calidad descendió por debajo del umbral crítico del 50 %, alcanzando valores de 47,3 %.

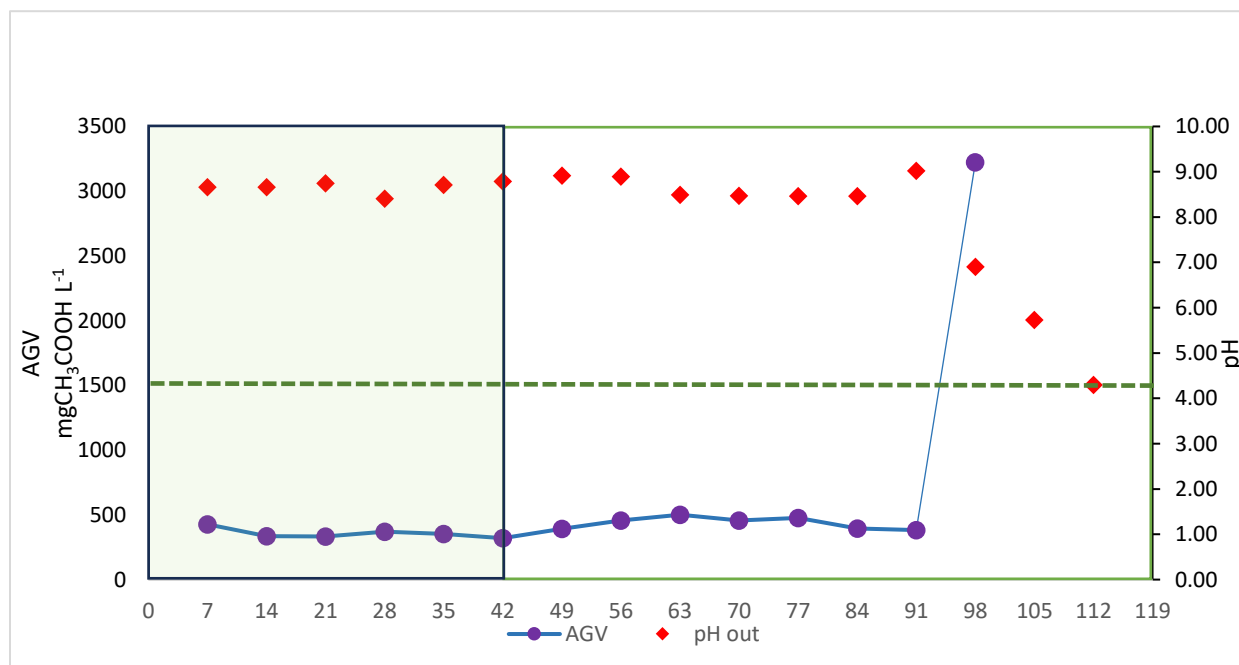
Este patrón de picos seguidos de una reducción paulatina hasta la inhibición ha sido reportado en la literatura para sistemas de CoDA de residuos de café con estiércol bovino. Armenta y Matiz (2024) documentaron un incremento del 7 % en la calidad del biogás previo a una disminución drástica en un biodigestor operado a una VCO de 0,75 kg SV m⁻³ d⁻¹. De forma similar, Jaimes Cogua y Pachón Rodríguez (2026) reportaron un pico de calidad del biogás del 76 % en un biodigestor de 6 m³ operado a una VCO de 0,5 kg SV m⁻³ d⁻¹, seguido de un descenso paulatino hasta valores cercanos al 47 %. Asimismo, Gómez y Rodríguez (2025) reportaron que un biodigestor operado a la misma VCO presentó una falla inhibitoria causada por acumulación de AGV en el día 143, precedida por un máximo local en la calidad del biogás del 65 %. Estos hallazgos son consistentes con el patrón observado en este trabajo y apoyan la interpretación de los picos en la calidad del biogás como un síntoma anticipatorio de la falla del proceso, al descender por debajo del umbral crítico del 50 % asociado a la actividad metanogénica (Serrano-Meza et al., 2020).

La calidad del biogás se relaciona con la acumulación de AGV y la reducción del pH, variables cuyo comportamiento se presenta en la **Figura 14**.

5.2.3 Evolución de la concentración de AGV y del pH en régimen semicontinuo

Figura 14

Concentración de AGV (ordenada izquierda) y pH del efluente en el biodigestor (ordenada derecha)



En la **Figura 14** se presenta el comportamiento de la concentración de AGV y del pH en el efluente del biodigestor durante todo el periodo de operación.

Durante la mayor parte del periodo estudiado el sistema se mantuvo estable, con concentraciones de AGV inferiores a 500 mg CH₃COOH L⁻¹ y valores de pH entre 8 y 9. Esta estabilidad se observó tanto durante el periodo de adaptación (alimentado sucesivamente con EB, mezclas EB-P y mezclas EB-P-AM) como en las primeras semanas del TRH de evaluación con la mezcla sinérgica, lo que sugiere que en estas condiciones el sistema mantuvo un equilibrio entre la generación y el consumo de AGV.

Sin embargo, a partir del día 98 se registró una acidificación brusca del sistema. La

concentración de AGV pasó de 382 mg $\text{CH}_3\text{COOH L}^{-1}$ (día 91) a 3220 mg $\text{CH}_3\text{COOH L}^{-1}$ (día 98), lo que representa un incremento de 8,4 veces en una sola semana. Simultáneamente, el pH descendió de 9,02 a 4,3 en el día 112. Estos valores superan ampliamente el umbral de 1500 mg $\text{CH}_3\text{COOH L}^{-1}$ de AGV y de 7 de pH reportados por Søndergaard et al., (2015) como indicadores de falla del proceso anaerobio.

La acumulación progresiva de AGV durante el TRH de evaluación de la mezcla sinérgica, combinada con el aporte ácido continuo de las AM (pH 4,28), sugiere que la capacidad buffer del sistema, suficiente durante las primeras 13 semanas de operación, fue superada por la sobrecarga ácida acumulada. Este comportamiento es consistente con lo reportado por Gómez y Rodríguez (2025) para sistemas de CoDA de residuos de café con estiércol bovino operados a la misma VCO ($0,5 \text{ kg SV m}^{-3} \text{ día}^{-1}$) y con una mezcla de alimentación de 66 % AM, 17 % P y 17 % EB, quienes documentaron el colapso del proceso a partir del día 143 con una concentración de AGV de 1 500 mg $\text{CH}_3\text{COOH L}^{-1}$ y una disminución de la calidad del biogás hasta 46,05 % de CH_4

6. Resiliencia del sistema

En vista de que el sistema experimentó una inhibición abrupta por acumulación de AGV, se planteó un estudio exploratorio orientado al diseño y evaluación de una estrategia de recuperación ante esta condición, con el propósito de aportar información sobre el manejo de fallas operacionales que representan una limitación recurrente para el escalado del proceso de digestión anaerobia.

6.1 Estrategia de recuperación del sistema

Se evaluaron las posibles causas asociadas a la falla operacional del biodigestor. Los datos medidos durante el periodo de inhibición permitieron identificar dos factores principales: la

acumulación de AGV, que se asocia a la acidificación del medio y a la afectación de la actividad metanogénica, y el descenso pronunciado del pH por debajo del umbral compatible con la digestión anaerobia. Adicionalmente, la literatura reporta que las AM contienen compuestos fenólicos considerados tóxicos para los microorganismos involucrados en la digestión anaerobia (Torres-Valenzuela et al., 2019) por lo que su acumulación podría haber contribuido al fenómeno de inhibición observado.

Con base en lo anterior, el proceso de recuperación se estructuró en dos fases. La primera fase se orientó al restablecimiento de las condiciones internas apropiadas para la digestión anaerobia mediante el incremento progresivo del pH, añadiendo una solución de NaOH 0,35 M (Wongfaed et al., 2021) en las dosis indicadas en la Tabla 8. Esta neutralización química constituye una intervención de emergencia para revertir el colapso ácido (pH 4,3) a un rango compatible con el proceso.

La segunda fase se enfocó en la recuperación de la actividad microbiana del biodigestor mediante la recirculación de digestato y la adición de inóculo fresco en una proporción 8:2 (Wongfaed et al., 2021). Adicionalmente, se suministró alimentación con EB diluido, ajustada para representar el 20 % del volumen total alimentado y mantener la VCO en $0,5 \text{ g SV L}^{-1} \text{ día}^{-1}$, tal como se presenta en la Tabla 8. La alimentación se realizó cada dos días, siguiendo la recomendación de alimentación intermitente propuesta por Wongfaed et al. (2021), estrategia que reduce el riesgo de sobrecarga ácida al permitir un mayor intervalo entre cargas. Transcurrido un periodo de 14 días bajo esta estrategia, el biodigestor reinició la producción de biogás.

Tabla 8

Estrategia de estabilización y recuperación de actividad microbiana del biodigestor

	Tiempo (días)	NaOH (0,35M) (mL)	Agua (mL)	Digestato (mL)	Inoculo (mL)	EB (g)
Fase I) incremento pH	1	3	7	0	0	0
	3	3	7	0	0	0
	5	5	5	0	0	0
	7	5	5	0	0	0
	9	7	3	340	0	0
	11	7	3	340	0	0
	13	10	0	340	0	0
	15	10	0	340	0	0
Fase II) Recuperación biológica	17	0	48	340	85	37,13
	19	0	48	340	85	37,13
	21	0	48	340	85	37,13
	23	0	48	340	85	37,13
	25	0	48	340	85	37,13
	27	0	48	340	85	37,13
	29	0	48	340	85	37,13

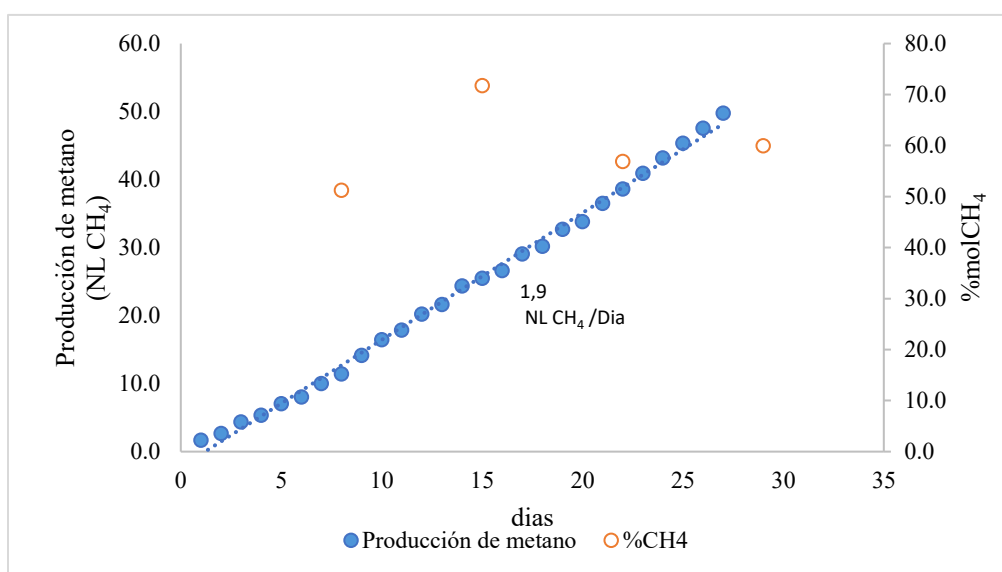
Una vez el biodigestor retomó la producción de biogás, se estableció un periodo de estabilización de aproximadamente un mes antes de reiniciar la alimentación y el monitoreo del sistema. Durante esta nueva etapa operacional se mantuvo la VCO inicial ($0,5 \text{ g SV L}^{-1} \text{ día}^{-1}$) y la proporción de SV de la mezcla de alimentación (50 % AM, 25 % EB, 25 % P). No obstante, se modificó la estrategia de alimentación para prevenir una recaída: se conservó la alimentación intermitente y se implementó una dilución de las AM en proporción 2:5 con agua destilada. Esta dilución aumenta el volumen de la solución de AM y mantiene la masa de SV aportada, lo que reduce la concentración de AGV y de compuestos potencialmente inhibidores por unidad de volumen de alimentación, atenuando el aporte ácido al momento de la incorporación al reactor (Navarro Rodríguez y Nieto Muñoz, 2024).

6.2 Producción de biogás post inhibición

Para verificar la restauración funcional del biodigestor tras la inhibición, se evaluó el rendimiento de metano bajo la nueva estrategia de alimentación diluida e intermitente, cuyos resultados se presentan en la **Figura 15**

Figura 15

Producción de metano acumulada (ordenada izquierda) y su composición molar (ordenada derecha) post-inhibición



La **Figura 15** muestra la producción acumulada de metano y su composición molar durante un periodo de evaluación equivalente a un TRH bajo la nueva estrategia de alimentación. Durante este periodo se alcanzó una producción total de 49,76 NL CH₄, con una tasa de producción diaria de 1,9 NL CH₄ día⁻¹. Este valor representa un incremento del 18,4 % respecto a la tasa promedio del periodo pre-inhibición en los primeros 28 días de estudio de la mezcla sinérgica (1,61 NL CH₄ día⁻¹), lo que sugiere que la estrategia de recuperación no solo restableció el sistema, sino que mejoró su eficiencia operacional. Este comportamiento es consistente con lo reportado por Han et al. (2020), quienes demostraron que la inhibición por acumulación de AGV en digestión anaerobia

es reversible bajo condiciones adecuadas y que los sistemas recuperados pueden alcanzar rendimientos comparables a los no inhibidos. La recuperación observada en este trabajo se atribuye principalmente a la adición de inóculo fresco y a la recirculación del digestato, que de acuerdo con Wongfaed et al. (2021) contribuye a aumentar la biomasa activa disponible y a acelerar la recuperación del reactor. Adicionalmente, la dilución de los sustratos contribuye a mejorar la disponibilidad de la materia biodegradable y a reducir el aporte ácido por unidad de volumen alimentado (Navarro Rodríguez y Nieto Muñoz, 2024).

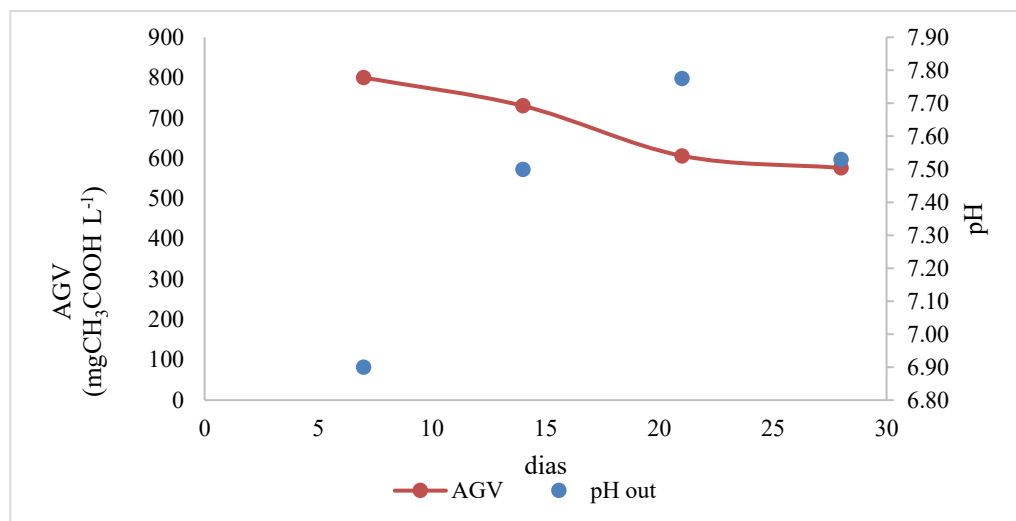
En cuanto a la calidad del biogás, el monitoreo post-inhibición reveló una recuperación acelerada del consorcio metanogénico. El porcentaje de CH_4 alcanzó un 71,76 % el día 15, valor comparable al pico máximo de la fase pre-inhibición (72,97 % en el día 57). Posteriormente, la calidad se estabilizó en valores cercanos al 60 % (56,92 % en el día 22 y 59,98 % en el día 29), evidenciando que la estrategia de recuperación (inóculo fresco, dilución de AM y alimentación intermitente) restableció la estabilidad al sistema.

6.3 Monitoreo de la concentración de AGV y del pH en sistema semicontinuo post-inhibición

Para evaluar la estabilidad del proceso en el período post-inhibición, se monitorearon el pH y la concentración de AGV, cuyo comportamiento se presenta en la **Figura 16**

Figura 16

Concentración de AGV y el pH del efluente en el biodigestor post-inhibición



En la **Figura 16** se presenta el comportamiento de la concentración de AGV y del pH del efluente del biodigestor durante el periodo de seguimiento posterior a la inhibición.

El monitoreo mostró una recuperación progresiva del sistema. La concentración de AGV disminuyó de 800 mg CH₃COOH L⁻¹ en el día 7 a 575 mg CH₃COOH L⁻¹ en el día 28, manteniéndose en todo momento por debajo del umbral de 1500 mg CH₃COOH L⁻¹ reportado por Søndergaard et al. (2015) como indicador de falla del proceso anaerobio. En paralelo, el pH presentó un comportamiento ascendente durante las primeras dos semanas, pasando de 6,90 en el día 7 a 7,78 en el día 21, acercándose al rango óptimo para la digestión anaerobia (Zhou et al., 2016). Posteriormente, el pH se estabilizó en valores cercanos a la neutralidad (7,53 en el día 28), manteniéndose dentro de los límites operativos compatibles con la actividad metanogénica. Este comportamiento es consistente con lo reportado por Di Maria et al. (2017), quienes mostraron que la recirculación del digestato constituye una herramienta útil para la estabilización del pH, con incrementos de 6,5 a 8 en la primera semana de recirculación. La tendencia de recuperación

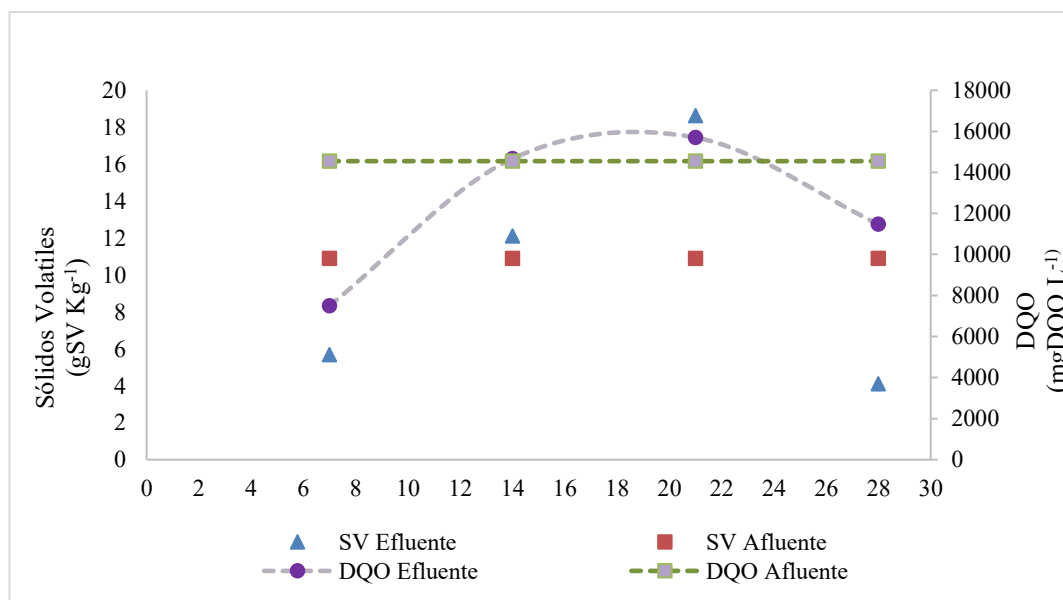
observada es consistente con lo reportado por (Zhao et al., 2020) para sistemas anaerobios recuperados de inhibición por AGV, quienes registraron un incremento del pH de 6,0 a 7,1 en un periodo de 12 días acompañado de una reducción de AGV de 1339 a 532 mg L⁻¹. La diferencia en los valores iniciales de AGV y pH entre ambos estudios puede atribuirse a la estrategia de recuperación química empleada en este trabajo (adición progresiva de NaOH 0,35 M), que permitió elevar el pH antes del inicio del monitoreo biológico.

6.4 Monitoreo de la degradación de la materia orgánica en términos de SV y DQO post-inhibición

Con el fin de evaluar la eficiencia del sistema restaurado, se monitoreó la remoción de carga orgánica en el período post-inhibición, cuyos resultados se presentan en la **Figura 17**

Figura 17

Comportamiento de los sólidos volátiles (ordenada izquierda) y DQO (ordenada derecha) a la entrada (afluente) y salida (efluente) del biodigestor post-inhibición



La **Figura 17** muestra el comportamiento de los SV y la DQO del afluente y el efluente

del biodigestor durante el periodo de monitoreo post-inhibición. Durante todo el periodo, los valores de SV y DQO del afluente se mantuvieron estables en 10,89 g SV kg⁻¹ y 14 545,84 mg DQO L⁻¹, respectivamente. En contraste, los valores del efluente presentaron una alta variación con picos en los días 14 y 21. En estos muestreos, la concentración de SV en el efluente (12,10 y 18,62 g SV kg⁻¹) superó la del afluente (10,89 g SV kg⁻¹), y la DQO efluente (14 666,67 y 15 694,44 mg DQO L⁻¹) igualó o superó la del afluente (14 545,84 mg DQO L⁻¹).

Este comportamiento se atribuye a la acumulación de sólidos ocurrida durante el periodo de inhibición del proceso (pH 4,30), cuando el proceso de degradación quedó comprometido y la fracción particulada de la pulpa se sedimentó en el fondo del reactor. Durante la fase de estabilización y reinicio operativo, estos sólidos acumulados fueron arrastrados progresivamente por el efluente, que se extrae por el fondo del biodigestor, generando los picos observados en los primeros muestreos del periodo post-inhibición. Este comportamiento es consistente con lo reportado para sistemas alimentados con sustratos particulados, donde la liberación escalonada de fracciones acumuladas es un fenómeno característico (Shoshaa et al., 2024)

A partir del día 28, el efluente presentó valores de 4,10 g SV kg⁻¹ y 11 472,22 mg DQO L⁻¹, correspondientes a porcentajes de remoción del 62,4 % de SV y 21 % de DQO, lo que sugiere que el sistema evacuó la acumulación de material no digerido de periodos anteriores y restableció su eficiencia de remoción de carga orgánica.

En conclusión, la estrategia de recuperación implementada demostró ser efectiva a escala banco, alcanzando un desempeño superior al período pre-inhibición. Sin embargo, el uso de NaOH como agente alcalinizante presenta limitaciones de escalabilidad para su transferencia a una finca cafetera real. El acceso restringido de los pequeños productores a este reactivo, su costo elevado y los riesgos asociados a su manipulación hacen inviable su uso sostenido en contextos rurales.

Frente a esta restricción, es recomendable el uso de la cal apagada ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) como alternativa más accesible. Su empleo en procesos de biodigestión como agente alcalinizante y estabilizador del pH ha sido reportado por Abou Elmagd & Abo-Elmagd (2019), quienes utilizaron cal apagada al 5 % como sistema de remediación ante la descompensación del sistema por disminución del pH y sobrecarga alimenticia, deteniendo previamente la alimentación del biodigestor.

No obstante, el uso frecuente de cal en grandes cantidades puede inducir la precipitación de carbonato de calcio (CaCO_3), ocasionando taponamiento de tuberías y pérdida de volumen útil. (Contreras y Nieves, 2022) Por ello, su aplicación debe limitarse a la neutralización inicial del pH, complementándose con estrategias biológicas de estabilización como la recirculación de digestato y la alimentación intermitente.

En definitiva, la resiliencia operativa de un biodigestor en una finca cafetera colombiana no puede depender de reactivos de laboratorio, sino de protocolos que integren materiales localmente disponibles con medidas preventivas que eviten la llegada a condiciones de colapso.

7. Conclusiones

La co-digestión anaerobia de residuos del beneficio húmedo del café (aguas mieles y pulpa) con estiércol bovino demostró que la sinergia entre co-sustratos opera de manera diferenciada sobre las variables de desempeño evaluadas. El potencial bioquímico de metano (PBM) presentó un efecto predominantemente antagónico respecto a la aditividad lineal, con 7 de las 9 co-digestiones registrando ϕPBM inferiores a 1. En contraste, la dinámica de degradación evidenció sinergia positiva en la totalidad de las co-digestiones evaluadas, con valores de ϕk entre 1,41 y 1,81, lo que indica que la interacción de los sustratos acelera de manera consistente la velocidad

global del proceso. Con respecto a la acumulación de AGV, se observó un efecto sinérgico específicamente en tres mezclas (M5, M8 y M9), correspondientes a proporciones balanceadas entre los co-sustratos particulados y el estiércol bovino. Estos resultados indican que la sinergia en co-digestión de estos sustratos no se manifiesta en mayor rendimiento energético absoluto respecto a la aditividad esperada, sino en la aceleración de la dinámica de degradación y en la atenuación de la acumulación de compuestos intermediarios en configuraciones específicas de mezcla, aspectos relevantes para la viabilidad operacional del proceso.

La implementación del proceso a escala banco en régimen semicontinuo confirmó la viabilidad operativa de la mezcla óptima en términos de remoción de materia orgánica, con eficiencias de 59 % de SV y 59 % de DQO, y una calidad promedio del biogás del 56 % de CH₄ durante el periodo previo a la inhibición. Estos resultados demuestran el potencial de la co-digestión anaerobia como alternativa técnica para la gestión y valorización simultánea de los residuos generados por el beneficio húmedo del café (aguas mieles y pulpa) junto con el estiércol bovino, contribuyendo tanto a la reducción de la carga contaminante asociada a su disposición inadecuada como a la generación de biogás como recurso energético aprovechable en el contexto rural. No obstante, esta operación evidenció que el escalado requiere incorporar factores de seguridad no capturados por los ensayos en discontinuo. La acumulación progresiva de AGV durante el TRH de evaluación, asociada a la carga ácida continua de las aguas mieles, superó la capacidad amortiguadora aportada por el estiércol bovino en la proporción empleada y condujo a una inhibición del proceso en el día 98 de operación.

Como respuesta al evento de inhibición registrado, se planteó un estudio exploratorio orientado a evaluar una estrategia de recuperación del biodigestor, no contemplado en los objetivos iniciales del trabajo. El protocolo implementado, basado en la neutralización química del pH

seguida de una fase de recuperación biológica con recirculación de digestato, adición de inóculo fresco, dilución del sustrato y alimentación intermitente, permitió restablecer la operación del sistema y alcanzar un desempeño superior al registrado durante el arranque del TRH pre-inhibición, con un incremento del 18,4 % en la tasa de producción diaria de metano y una calidad promedio del biogás cercana al 60 % de CH₄. No obstante, la estrategia empleada presenta limitaciones de escalabilidad a contextos de finca cafetera, dado que la neutralización química mediante NaOH 0,35 M no constituye un insumo de fácil acceso ni aplicabilidad en operación rural, por lo que su implementación requiere el estudio de alternativas más accesibles, como la cal apagada o cenizas de biomasa. Estos hallazgos aportan evidencia preliminar sobre estrategias de resiliencia aplicables a biodigestores alimentados con residuos cafetaleros y abren una línea de investigación específica sobre el manejo de fallas operacionales en procesos de co-digestión con sustratos ácidos.

8. Recomendaciones

Dado que la mezcla de 50 % AM : 25 % P : 25 % EB demostró ser eficiente en términos de producción de metano y estabilidad metabólica en ensayos discontinuos, se recomienda continuar su evaluación en operación semicontinua incorporando ajustes operacionales que prevengan los episodios de acidificación identificados en este trabajo. En particular, se sugiere explorar la dilución sistemática de las aguas mieles como medida preventiva permanente, dado que esta estrategia demostró reducir el shock ácido al ingreso del reactor y mejorar la tasa de producción de metano en el período post-inhibición.

Se recomienda evaluar con mayor profundidad el comportamiento del sistema durante y después de eventos de inhibición, mediante un monitoreo más frecuente de pH, alcalinidad y

concentración de ácidos grasos volátiles en las primeras semanas tras la incorporación de las aguas mieles a la dieta. Esto permitiría identificar con mayor precisión el umbral de carga ácida que el consorcio microbiano puede tolerar antes de colapsar, y establecer criterios de intervención temprana que eviten la falla total del proceso.

Finalmente, se recomienda ajustar la concentración de los sustratos en la alimentación (en particular la fracción de aguas mieles) de forma que la velocidad de carga orgánica aplicada no supere la capacidad de consumo del consorcio metanogénico. Para ello, puede evaluarse una reducción de la velocidad de carga orgánica en las etapas iniciales de operación con la mezcla óptima, incrementándola de forma gradual hasta alcanzar el valor objetivo de $0,5 \text{ g SV L}^{-1} \text{ día}^{-1}$, estrategia que permitiría garantizar la homeostasis metabólica del sistema bajo alimentación continua

Referencias bibliográficas

- Abou Elmagd, A. M., & Abo-Elmagd, A. M. (2019). Sludge digester upset and recovery: modeling, monitoring, controlling and self curing. *Australian Journal of Basic and Applied Sciences*, 13(9), 19–33. <https://doi.org/10.22587/ajbas.2019.13.9.2>
- Acarley, F., y Quipuzco, L. (2020). Producción de metano mediante digestión anaerobia de aguamiel, subproducto del beneficio húmedo del café. *Agroindustrial Science*, 10(1).
- Anaya Cabrera, H. J. (2023). Minimización del impacto ambiental de las aguas mieles del café y aprovechamiento de su potencial energético en la finca La Planada en la vereda del Pindio del municipio de Almaguer, Cauca [Tesis de pregrado, Universidad Nacional Abierta y a Distancia UNAD]. <http://repository.unad.edu.co/handle/10596/55866>
- Angelidaki, I., Karakashev, D., Batstone, D. J., Plugge, C. M., & Stams, A. J. M. (2011). Biomethanation and its potential. *Methods in Enzymology*, 494, 327–351. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-385112-3.00016-0>
- Astals, S., Batstone, D. J., Mata-Alvarez, J., & Jensen, P. D. (2014). Identification of synergistic impacts during anaerobic co-digestion of organic wastes. *Bioresource Technology*, 169, 421-427. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2014.07.024>
- APHA, AWWA, & WEF. (2005). Métodos estándar para el análisis de agua y aguas residuales (21a ed.). American Public Health Association.
- Appels, L., Baeyens, J., Degreè, J., & Dewil, R. (2008). Principles and potential of the anaerobic digestion of waste-activated sludge. *Progress in Energy and Combustion Science*, 34(6), 755–781. <https://doi.org/10.1016/j.pecs.2008.06.002>

- Aravani, V. P., Tsigkou, K., Papadakis, V. G., Wang, W., & Kornaros, M. (2023). Anaerobic Co-Digestion of Agricultural Residues Produced in Southern and Northern Greece. *Fermentation* 2023, Vol. 9, Page 131, 9(2), 131. <https://doi.org/10.3390/FERMENTATION9020131>
- Armenta Romero, S. D., y Matiz Ángel, J. D. (2024). *Co-digestión anaeróbica de residuos de la cadena agroindustrial del café en operación semicontinua a escala laboratorio (Tesis de pregrado)*. Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga. <https://noesis.uis.edu.co/handle/20.500.14071/15968>
- Barreto Torrella, S., Alonso, Y. y Alonso, E. (2004). *Evaluación del funcionamiento de una pequeña planta de biogás. Revista de la Facultad de Medicina Veterinaria y de Zootecnia*. 16. 143-148.
- Beux, M. R., Yamamoto, C. I., Winter, C. M. G., Ramos, W. F., Barbieri, F. N., Ferreira, J. L., & Soccol, C. R. (2003). Bioprocess applied to the treatment of residual waters of coffee wet processing for the incorporation of selected yeast strains. *Boletim do Centro de Pesquisa de Processamento de Alimentos*, 21(2). <https://doi.org/10.5380/cep.v21i2.1172>
- Bharathi, P., Priyanka, D., Chevendra, J., & Anupoju, G. R. (2024). Innovative technologies for anaerobic digestion. En *Reference Module in Materials Science and Materials Engineering*. Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-443-29210-1.00009-1>
- Borrero Alfaro, L., y Cruz Castro, Y. T. (2023). *Potencial fertilizante del digerido obtenido a partir de la codigestión anaerobia de estiércol bovino y lactosuero suplementada con biochar* (Tesis de pregrado). Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga.

- Carballo Angarita, M. (2017). *Estabilización del estiércol bovino generado en el frigorífico Fogasa S.A.S. mediante digestión anaeróbica: Planta piloto* (Tesis de pregrado). Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga. <https://noesis.uis.edu.co/handle/20.500.14071/37011>
- Castro, L., Escalante, H., Jaimes-Estévez, J., Díaz, L. J., Vecino, K., Rojas, G., & Mantilla, L. (2017). *Low cost digester monitoring under realistic conditions: Rural use of biogas and digestate quality*. *Bioresource Technology*, 239(1), 311–317. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2017.05.035>
- Castro, L., Garay-Jácome, M., Nabarlatz, D. A., Guerrero, E., Ocampo, S., Jaramillo, J. G., Tarazona, N., & Escalante, H. (2024). Anaerobic co-digestion of coffee by-products for the production of renewable energy in rural areas. <https://doi.org/10.2139/ssrn.5071764>
- Castro-Molano, L. del P., Parrales-Ramírez, Y. A., & Escalante-Hernández, H. (2019). Co-digestión anaerobia de estiércoles bovino, porcino y equino como alternativa para mejorar el potencial energético en digestores domésticos. *Revista ION*, 32(2), 29–39. <https://doi.org/10.18273/revion.v32n2-2019003>
- Chala, B., Oechsner, H., Latif, S., & Müller, J. (2018). Biogas potential of coffee processing waste in Ethiopia. *Sustainability*, 10(8), 2678. <https://doi.org/10.3390/su10082678>
- Chala, B., Oechsner, H., & Müller, J. (2019). Introducing temperature as variable parameter into kinetic models for anaerobic fermentation of coffee husk, pulp and mucilage. *Applied Sciences (Switzerland)*, 9(3). <https://doi.org/10.3390/app9030412>

- Chen, Y., Cheng, J. J., & Creamer, K. S. (2008). Inhibition of anaerobic digestion process: A review. *Bioresource Technology*, 99(10), 4044–4064. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2007.01.057>
- Chen, R., Wen, W., Jiang, H., Lei, Z., Li, M. y Li, Y. Y. (2019). Energy recovery potential of thermophilic high-solids co-digestion of coffee processing wastewater and waste activated sludge by anaerobic membrane bioreactor. *Bioresource Technology*, 274, 127–133. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2018.11.080>
- Contreras Ramírez, J. M., Y Nieves-Rivas, J. J. (2022). Incrustaciones en los sistemas de abastecimiento de agua potable. formación y métodos de inhibición. *Revista Bases de La Ciencia*, 8(2), 49–67. <https://doi.org/10.33936/REVBASDELACIENCIA.V8I2.5851>
- Cornell, J. A. (2002). *Experiments with mixtures: Designs, models, and the analysis of mixture data* (3rd ed.). Wiley.
- Derringer, G., & Suich, R. (1980). Simultaneous optimization of several response variables. *Journal of Quality Technology*, 12(4), 214–219. <https://doi.org/10.1080/00224065.1980.11978648>
- Di Maria, F., Barratta, M., Bianconi, F., Placidi, P., & Passeri, D. (2017). Solid anaerobic digestion batch with liquid digestate recirculation and wet anaerobic digestion of organic waste: Comparison of system performances and identification of microbial guilds. *Waste Management*, 59, 172–180. <https://doi.org/10.1016/J.WASMAN.2016.10.039>
- Díaz, M. C., Espitia, S. E., y Molina, F. (2002). *Digestión anaerobia: Una aproximación a la tecnología*. Universidad Nacional de Colombia, UNIBIBLOS.

- Elbeshbishy, E. & Nakhla, G. (2011). Comparative study of the effect of ultrasonication on the anaerobic biodegradability of food waste in single and two-stage systems. *Bioresource Technology*, 102(11), 6449–6457. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2011.03.082>
- Escalante-Hernández, H., Castro-Molano, L., Besson, V., & Jaimes-Estévez, J. (2017). Feasibility of the anaerobic digestion of cheese whey in a Plug Flow Reactor (PFR) under local conditions. *Ingeniería, Investigación y Tecnología*, 18(3), 265-277.
- Garay Jácome, M. P. (2025). *Evaluación del riesgo de acidificación del proceso de co-digestión anaeróbica de la pulpa y aguas mieles de café con estiércol bovino en un biodigestor tubular en operación semicontinua* (Tesis de maestría). Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga. <https://noesis.uis.edu.co/handle/20.500.14071/46856>
- Guerrero Arévalo, E. D. y Ocampo Díaz, S. (2023). *Efectos sinérgicos de la co-digestión anaeróbica de aguas mieles y pulpa de café con estiércol bovino* (Tesis de pregrado). Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga. <https://noesis.uis.edu.co/handle/20.500.14071/15291>
- Gómez Cantillo, S. G., y Rodríguez Mejía, B. D. (2025). Evaluación de la estabilidad y la eficiencia operacional de la co-digestión anaerobia de los residuos de café (pulpa y aguas mieles) con estiércol bovino en un biodigestor tubular a dos velocidades de carga orgánica (Tesis de pregrado). Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga. <https://noesis.uis.edu.co/handle/20.500.14071/45072>
- Gómez-Salcedo, Y., Baquerizo-Crespo, R. J., da Silva, A. J., Oliva-Merencio, D., & Pereda-Reyes, I. (2021). Digestión anaerobia de residuales sólidos del beneficio húmedo del café. *Revista*

- Internacional de Contaminación Ambiental, 37, 281–292.
<https://doi.org/10.20937/rica.53753>
- Hamzah, M. A. F., Mohamed, A. P., Mahmod, S. S., Azahar, A. M., & Jahim, J. M. (2020). Performance of anaerobic digestion of acidified palm oil mill effluent under various organic loading rates and temperatures. *Water*, 12(9), 2432.
<https://doi.org/10.3390/w12092432>
- Han, Y., Green, H., & Tao, W. (2020). Reversibility of propionic acid inhibition to anaerobic digestion: Inhibition kinetics and microbial mechanism. *Chemosphere*, 255, 126840.
<https://doi.org/10.1016/J.CHEMOSPHERE.2020.126840>
- Harirchi, S., Wainaina, S., Sar, T., Nojoumi, S. A., Parchami, M., Varjani, S., Khanal, S. K., Wong, J. W. C., Awasthi, M. K., & Taherzadeh, M. J. (2022). Microbiological insights into anaerobic digestion for biogas, hydrogen or volatile fatty acids (VFAs): A review. *Bioengineered*, 13(3), 6521–6557. <https://doi.org/10.1080/21655979.2022.2035986>
- Holliger, C., Alves, M., Andrade, D., Angelidaki, I., Astals, S., Baier, U., Bougrier, C., Buffière, P., Carballa, M., de Wilde, V., Ebertseder, F., Fernández, B., Ficara, E., Fotidis, I., Frigon, J.-C., Fruteau de Laclos, H., Ghasimi, S. M. D., Hack, G., Hartel, M., Heerenklage, J., Horvath, I. S., Jenicek, P., Koch, K., Krautwald, J., Lizasoain, J., Liu, J., Mosberger, L., Nistor, M., Oechsner, H., Oliveira, J. V., Paterson, M., Pauss, A., Pommier, S., Porqueddu, I., Raposo, F., Ribeiro, T., Rüscher, F., Strömberg, S., Torrijos, M., van Eekert, M., van Lier, J., Wedwitschka, H., & Wierinck, I. (2016). Towards a standardization of biomethane potential tests. *Water Science and Technology*, 74(11), 2515–2522.

Holliger, C., Astals, S., Fruteau de Laclos, H., Hafner, S. D., Koch, K., & Weinrich, S. (2021).

Towards a standardization of biomethane potential tests: A commentary. *Water Science and Technology*, 83(1), 247–250.

Jaimes Cogua, K. P., y Pachón Rodríguez, C. J. (2026). *Evaluación del proceso de co-digestión*

anaerobia de residuos de café (pulpa y aguas mieles) con estiércol bovino en un biodigestor bajo condiciones reales en una finca cafetera (Tesis de pregrado). Universidad

Industrial de Santander, Bucaramanga.

<https://noesis.uis.edu.co/handle/20.500.14071/47802>

Kafle, G. K., & Chen, L. (2016). Comparison on batch anaerobic digestion of five different

livestock manures and prediction of biochemical methane potential (BMP) using different

statistical models. *Waste Management*, 48, 492–502.

<https://doi.org/10.1016/j.wasman.2015.10.021>

Kampioti, A., & Komilis, D. (2022). Anaerobic co-digestion of coffee waste with other organic

substrates: A mixture experimental design. *Chemosphere*, 297, 134124.

<https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2022.134124>

Khanal, S. K. (2008). *Anaerobic biotechnology for bioenergy production: Principles and*

applications. John Wiley & Sons.

Karki, R., Chuenchart, W., Surendra, K. C., Sung, S., Raskin, L., & Khanal, S. K. (2022).

Anaerobic co-digestion of various organic wastes: Kinetic modeling and synergistic impact evaluation. *Bioresource Technology*, 343, 126063.

<https://doi.org/10.1016/j.biortech.2021.126063>

Karki, R., Chuenchart, W., Surendra, K. C., Sung, S., Oechsner, H., Raposo, F., & Khanal, S. K.

(2025). Anaerobic co-digestion as a strategy for treating coffee pulp: Insights into the effects of co-substrate addition at increasing organic loading rates. *Bioresource Technology*, 429, 133650. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2025.133650>

Kusi, J. Y., Müller, R., Empl, F., Pelz, S., Derkyi, N. S. A., & Attiogbe, F. (2025). Kinetic modelling and simulation of anaerobic digestion of fibrous waste materials and slaughterhouse waste. *Array*, 28, 100521. <https://doi.org/10.1016/j.array.2025.100521>

Li, Y., Zhao, J., Krooneman, J., & Euverink, G. J. W. (2021). Strategies to boost anaerobic digestion performance of cow manure: Laboratory achievements and their full-scale application potential. *Science of the Total Environment*, 755, 142940. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.142940>

López, I., Benzo, M., Passeggi, M., & Borzacconi, L. (2021). A simple kinetic model applied to anaerobic digestion of cow manure. *Environmental Technology*, 42(22), 3451–3462. <https://doi.org/10.1080/09593330.2020.1732473>

Lozada, P. T., y Pérez, A. (2010). *Actividad metanogénica específica: una herramienta de control y optimización de sistemas de tratamiento anaerobio de aguas residuales*.

Martí-Herrero, J. (2019). Biodigestores tubulares: Guía de diseño y manual de instalación (1st ed.).

RedBioLAC.

https://www.researchgate.net/publication/337064154_Biodigestores_Tubulares_guia_de_diseño_y_manual_de_instalación_2019_J_Martí_Herrero

Nakasima-López, M., Taboada-González, P., Aguilar-Virgen, Q., & Velázquez-Limón, N. (2017).

Adaptación de Inóculos Durante el Arranque de la Digestión Anaerobia con Residuos

- Sólidos Orgánicos. *Información Tecnológica*, 28(1), 199–208.
<https://doi.org/10.4067/S0718-07642017000100020>
- Navarro Rodríguez, M., y Nieto Muñoz, J. P. (2024). *Efecto de la dilución y la co-digestión como tratamientos para la biodegradabilidad anaeróbica del mucilago de cacao* (Tesis de pregrado). Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga.
<https://noesis.uis.edu.co/handle/20.500.14071/42503>
- Orobio, B. A. P., Lozada, P. T., Marmolejo Rebellón, L. F., López, W. A. T., López, L. F., Arias, M. del M. O., y Ho, L. E. B. (2016). Evaluación de lodos de PTAR municipales como inóculos en la digestión anaerobia de biorresiduos. *Revista ION*, 29(1), 37–46.
- Palau Estevan, C. V. (2016). Digestión anaerobia de residuos de biomasa para la producción de biogás. [https://riunet.upv.es/bitstream/handle/10251/68331/Palau - Digestión anaerobia de residuos de biomasa para la producción de biogás. Fundamentos..pdf?sequence=1](https://riunet.upv.es/bitstream/handle/10251/68331/Palau-Digestion-anaerobia-de-residuos-de-biomasa-para-la-produccion-de-biogas-Fundamentos..pdf?sequence=1)
- Parra Huertas, R. A. (2015). Digestión anaeróbica: mecanismos biotecnológicos en el tratamiento de aguas residuales y su aplicación en la industria alimentaria. *Producción + Limpia*, 10(2), 142–159. http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1909-04552015000200014&lng=en&nrm=iso&tlng=es
- Peralta, P. (2023, mayo 30). Conozca las cifras más relevantes de la caficultura en Colombia. Comité de Cafeteros de Antioquia. <https://fncantioquia.org/conozca-las-cifras-mas-relevantes-de-la-caficultura-en-colombia/>
- Pinto Duitama, K. (2025, marzo 13). El valor de la cosecha del café colombiano llegó a \$19 billones en los últimos 12 meses. La República. <https://www.larepublica.co/economia/el->

[valor-de-la-cosecha-del-cafe-colombiano-llego-a-19-billones-en-los-ultimos-12-meses-4085035](#)

- Rajendran, K., Mahapatra, D. M., Venkatraman, A. V., Muthuswamy, S. & Pugazhendhi, A. (2020). Advancing anaerobic digestion through two-stage processes: Current developments and future trends. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 123, 109746. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2020.109746>
- 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*, 22(9), 6461–6472. <https://doi.org/10.1007/s11356-015-4079-5>
- Scheffé, H. (1958). Experiments with mixtures. *Journal of the Royal Statistical Society: Series B (Methodological)*, 20(2), 344-360. <https://doi.org/10.1111/j.2517-6161.1958.tb00299.x>
- Serrano-Meza, A., Garzón-Zúñiga, M. A., Barragán-Huerta, B. E., Estrada-Arriaga, E. B., Almaraz-Abarca, N., & García-Olivares, J. G. (2020). Anaerobic digestion inhibition indicators and control strategies in processes treating industrial wastewater and wastes. *Revista Mexicana de Ingeniería Química*, 19(Sup. 1), 29–44.
- Shoshaa, R., Ghanimeh, S., & Almomani, F. (2024). Recent advances in plug flow reactors for anaerobic digestion and in-depth evaluation of mixing approaches: A review. *Fuel*, 377, 132711. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2024.132711>
- Sicchieri, I. M., de Quadros, T. C. F., Bortoloti, M. A., Fernandes, F. y Kuroda, E. K. (2022). Selection, composition, and validation of standard inoculum for anaerobic digestion assays. *Biomass and Bioenergy*, 164, 106558. <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2022.106558>

- Song, Y. C., Kwon, S. J., & Woo, J. H. (2014). Mesophilic and thermophilic temperature co-phase anaerobic digestion compared with single stage mesophilic and thermophilic digestion of sewage sludge. *Journal of Hazardous Materials*, 277, 64–70. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2014.04.062>
- Søndergaard, M. M., Fotidis, I. A., Kovalovszki, A., & Angelidaki, I. (2015). Anaerobic co-digestion of agricultural byproducts with manure for enhanced biogas production. *Energy & Fuels*, 29(12), 8088–8094. <https://doi.org/10.1021/acs.energyfuels.5b02373>
- Torres-Valenzuela, L. S., Sanín-Villarrea, A., Arango-Ramírez, A., & Serna-Jiménez, J. A. (2019). Caracterización fisicoquímica y microbiológica de aguas mieles del beneficio del café. *Revista ION*, 32(2), 59–66. <https://doi.org/10.18273/revion.v32n2-2019006>
- Trujillo Rodríguez, L. F. y Murillo Arango, W. (2023). *Tratamiento biológico de aguamieles del café y su reúso para fertirriego en pasto King grass (Pennisetum Purpureum x Pennisetum Typhoide)*. *Producción + Limpia*, 18(2), 21-37. Epub May 14, 2025. <https://doi.org/10.22507/pml.v18n2a2>
- Wang, Y., Zhang, Y., Wang, J., & Meng, L. (2009). Effects of volatile fatty acid concentrations on methane yield and surfactant-induced process stability in anaerobic digestion. *Biomass and Bioenergy*, 33(5), 848–853. <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2009.01.007>
- Wongfaed, N., Kongjan, P., Suksong, W., Prasertsan, P., & O-Thong, S. (2021). Strategies for recovery of imbalanced full-scale biogas reactor feeding with palm oil mill effluent. *PeerJ*, 9, e10592. <https://doi.org/10.7717/peerj.10592>

- Wu, D., Li, L., Zhao, X., Peng, Y., Yang, P., & Peng, X. (2019). Anaerobic digestion: A review on process monitoring. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 103, 1–12. <https://doi.org/10.1016/J.RSER.2018.12.039>
- Xie, S., Hai, F. I., Zhan, X., Guo, W., Ngo, H. H., Price, W. E., & Nghiem, L. D. (2016). Anaerobic co-digestion: A critical review of mathematical modelling for performance optimization. *Bioresource Technology*, 222, 498–512. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2016.10.015>
- Yenigün, O., & Demirel, B. (2013). Ammonia inhibition in anaerobic digestion: A review. *Process Biochemistry*, 48(5–6), 901–911. <https://doi.org/10.1016/j.procbio.2013.04.012>
- Zhao, W., Jeanne Huang, J., Hua, B., Huang, Z., Droste, R. L., Chen, L., Wang, B., Yang, C., & Yang, S. (2020). A new strategy to recover from volatile fatty acid inhibition in anaerobic digestion by photosynthetic bacteria. *Bioresource Technology*, 311, 123501. <https://doi.org/10.1016/J.BIORTECH.2020.123501>
- Zhou, J., Zhang, R., Liu, F., Yong, X., Wu, X., Zheng, T., Jiang, M., & Jia, H. (2016). Biogas production and microbial community shift through neutral pH control during the anaerobic digestion of pig manure. *Bioresource Technology*, 217, 44–49. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2016.02.077>