

**Evaluación de un tratamiento hidrotermal para el procesamiento de la pulpa residual de
café para su valorización**

Vivian Camila García Moreno

Trabajo de Grado para optar el título de Ingeniera Química
Práctica Empresarial

Director

Edgar Mauricio Morales Valencia

Doctor en Ingeniería Química

Codirectora

Lilia Carolina Rojas Pérez

Doctora en Ingeniería

Tutor

Elías Ariza Villamil

Ingeniero Mecánico

Universidad Industrial de Santander
Facultad de Ingenierías Físicoquímicas
Escuela de Ingeniería Química
Bucaramanga

2026

Dedicatoria

Este trabajo está dedicado en primer lugar a Dios por bendecirme y sostenerme siempre.

A mi mamá, Nubia García, quién ha sido el motor que me impulsa a salir adelante, cumpliendo cada meta y sueño. Madre agradezco infinitamente por las lecciones invaluableles sobre la vida, gracias por el amor incondicional, la fuerza, el apoyo y por enseñarme a creer en mí. Gracias por sostenerme, por ser mi refugio en momentos difíciles, este logro lo hemos construido juntas

desde el primer día, Te amo. A la memoria de Luis Fer, mi profesor más especial. Por sembrar en mi la necesidad y el deseo de educarme, por ayudarme a enfocar mi vida, por ver habilidades especiales e impulsarme a desarrollarlas. Este trabajo honra su confianza y la fe que depositó, un abrazo al cielo hermanito. A Laura Moreno, mi compañera de camino, porque juntas hemos sido más fuertes. Gracias por hacer de este camino un lugar ameno y por animarme a no desfallecer. Su presencia ha sido un abrazo constante en medio de todo, con esto quiero que sepas profundamente lo importante que eres para mí y cuánto de este logro también te pertenece.

A mi familia; mis hermanos: Milena, Javier, Johana, Nancy, Juan, Julián y Carlos, mis sobrinos: Miley, Angie, Maily, Ian, Alex, Jhoshua, Joy, Silvia, Johan, Victoria, Erick, Thaliana y Juan José, también a Jhon (mi cuñado), gracias por el amor, las palabras de aliento y cada granito de arena que a su manera cada uno me ha podido brindar.

Este trabajo es un homenaje a todos ellos, porque su amor, su fe y su apoyo incondicional me mantuvieron de pie y me dieron la fuerza para llegar hasta acá, han sido la luz de mi vida.

Agradecimientos

A la empresa Penagos Hermanos y Compañía SAS por el financiamiento de este proyecto y todo el apoyo brindado desde su equipo de Investigación y Desarrollo; especialmente a los Ingenieros Elías, Francisco y Daniela.

A la Universidad Industrial de Santander (UIS), por proveer las herramientas necesarias para el desarrollo del trabajo y contribuir en mi desarrollo profesional y personal.

A la Vicerrectoría de Investigación y Extensión de la UIS por el apoyo brindado a través de los proyectos 4471 y 4470.

A los centros de investigación de la Universidad Industrial de Santander, CICAT, CICTA, LEAM, GIMBA, sus profesionales (Leonela, Julieth, Rodrigo, Angelica, Natalia, Rocío y Viviana) y demás compañeros estudiantes, adicionalmente al Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas (CIEMAT) de España, por su especial contribución con este proyecto.

Al cuerpo docente de la Escuela de Ingeniería química de la UIS por inspirarnos a ser profesionales integrales y comprometidos, especialmente a los profesores Luz Marina Ballesteros, Hernando Amaya y Crisóstomo Barajas.

A Carolina Rojas, codirectora del proyecto, una docente integral que con cariño estuvo dispuesta a enseñar y aclarar conceptos importantes para el desarrollo del trabajo, agradezco todo su apoyo y dedicación.

A Edgar Morales, director del trabajo de investigación, agradezco mucho por su disposición incondicional, dedicación, apoyo y su voto de confianza para el desarrollo del trabajo.

A todas las personas que han hecho parte de mi proceso de formación, compañeros y profesores de la UIS-sede Barrancabermeja y el CENIVAM, infinita gratitud porque con ellos aprendí muchas cosas y di los primeros pasos que me condujeron a lograr mi objetivo.

Tabla de contenido

	Pág.
Introducción	10
1. Objetivos	12
1.1 Objetivo general	12
1.2 Objetivos específicos	12
2. Marco conceptual	13
2.1 Beneficio de Café	13
2.2 Fertilizantes	14
2.3 Fertilizante compuesto	15
2.4 Acondicionador de suelos	15
3. Estado del arte	15
4. Metodología	17
4.1 Recolección y caracterización de las materias primas	18
4.1.1 Recolección y almacenamiento de la pulpa de café	18
4.1.2 Análisis de humedad	19
4.1.3 Análisis de sólidos totales	19
4.1.5 Análisis de las propiedades texturales	20
4.1.6 Recolección y almacenamiento de las aguas mieles	20
4.1.7 Determinación de sólidos disueltos (° Brix)	21
4.1.8 Determinación de pH	21
4.1.9 Determinación de azúcares reductores	21
4.2 Experimentación	21
4.2.1 Diseño experimental: carbonización hidrotermal de la pulpa	22
4.2.2 Análisis estadístico.....	24
4.3 Caracterización de los productos principales	24
4.3.1 Caracterización del hidrochar	26
4.3.1.1 Análisis de las propiedades texturales	26
4.3.1.2 Clasificación como fertilizante o acondicionador sólido	26
4.3.2 Caracterización del licor	26
4.3.2.1 Clasificación como fertilizante o acondicionador líquido de suelos	26
5. Resultados	27
5.1 Caracterización de las materias primas	27
5.1.1 Caracterización de la pulpa	27
5.1.2 Caracterización de los tipos de agua	29
5.2 Experimentación	30
5.3 Caracterización de los productos	37
5.3.1 Caracterización de los Hidrochar	37
5.3.2 Caracterización de los licores obtenidos	40
6. Conclusiones	44
Referencias bibliográficas	44

Lista de tablas

	Pág.
Tabla 1. Parámetros fijos en el proceso de carbonización hidrotermal de la pulpa	22
Tabla 2. Condiciones experimentales y nomenclatura de los ensayos	23
Tabla 3. Análisis composicional de la pulpa de café realizado por el CIEMAT	27
Tabla 4. Propiedades texturales de la pulpa de café	29
Tabla 5. Resultados de la caracterización de las muestras de agua	29
Tabla 6. Balance de masa de los sets de experimentos	31
Tabla 7. ANOVA para el rendimiento del hidrochar bajo el modelo factorial 2FI	35
Tabla 8. Resultados del área superficial de los hidrochars	38
Tabla 9. ANOVA para el área superficial del hidrochar bajo el modelo factorial 2FI	38
Tabla 10. Caracterización del hidrochar AM- T_230-R_1:10 según NTC 5167:2022	39
Tabla 11. Caracterización de licores obtenidos con pulpa tratada en agua potable	41
Tabla 12. Caracterización de licores obtenidos con pulpa tratada en aguas mieles	41
Tabla 13. Caracterización del licor AM- T_230-R_1:10 frente a la NTC 5167:2022	42

Lista de figuras

	Pág.
Figura 1. Granos de café según método de beneficio, A) natural, B) honey y C) húmedo	13
Figura 2. Diagrama del beneficio húmedo del café y subproductos generados por etapas.	14
Figura 3. Diseño metodológico implementado en el desarrollo de la investigación	18
Figura 4. Vista superior del reactor, A: pulpa y agua potable; B: pulpa y aguas mieles	23
Figura 5. Diagrama de bloques (PBD) del tratamiento hidrotermal de la pulpa de café	25
Figura 6. Diagrama de flujo del proceso de carbonización hidrotermal de la pulpa	31
Figura 7. Efecto de las variables del proceso frente al rendimiento de hidrochar [%]	33
Figura 8. Efectos principales de los factores de proceso frente al rendimiento del sólido.....	34
Figura 9. Efectos dobles entre factores. 1: Temp/Rel S/L, 2: Temp/Agua, y 3: Rel S/L/Agua	36
Figura 10. Estimación de la producción diaria de hidrochar	43

Lista de apéndices

	Pág.
Apéndice A. Protocolo de pruebas: Carbonización Hidrotermal de pulpa de Café	46
Apéndice B. Resultado de la caracterización estructural de la pulpa de café	49
Apéndice C. Resultado de la caracterización del Hidrochar AM-T_200-R_1:10	50
Apéndice D. Resultado de la caracterización del Hidrochar AM-T_200-R_1:10	51

Resumen

Título: Evaluación de un tratamiento hidrotermal para el procesamiento de la pulpa residual de café para su valorización*

Autor: Vivian Camila García Moreno**

Palabras clave: valorización de residuos, carbonización hidrotermal, pulpa de café, aguas mieles, hidrochar.

Descripción: Durante el beneficio húmedo de los granos de café arábico, se generan subproductos que representan un poco más del 80% p/p de los granos cosechados, entre ellos están: la pulpa (44%) y el mucílago (15%), los dos subproductos en mayor proporción. El propósito de este proyecto es evaluar la carbonización hidrotermal como tratamiento de los dos residuos mencionados para su valorización, produciendo un hidrochar y un licor que puedan ser reincorporados dentro del cultivo de café, respondiendo a la necesidad que tienen los caficultores colombianos.

La carbonización hidrotermal consiste en un tratamiento termoquímico, especial para transformar biomásas con alto contenido de humedad en hidrochar (material sólido carbonoso). En este caso se realizaron dos sets de experimentos, en primer lugar, el tratamiento de la pulpa en presencia de agua potable y finalmente la pulpa en presencia de aguas mieles. En ambos casos se evaluó el efecto de tres temperaturas (200°C, 230°C y 260°C) y la carga del reactor, con tres relaciones sólido:líquido (1:5, 1:10 y 1:15), fijando el tiempo de residencia en dos horas y la velocidad de agitación en 267 rpm, a una presión autógena.

El tratamiento hidrotermal de la pulpa generó hidrochars con rendimientos en masa entre 39 y 78 %. En cuanto a la distribución másica de productos, la fracción del licor fue predominante, representando en promedio 87% de la masa total, mientras que el gas y el hidrochar constituyeron fracciones menores, de 1.9% y 6.5%. Por su parte, el hidrochar alcanzó un área superficial de 20 m^2/g , lo que representa un incremento del 93% respecto a la pulpa original. Adicionalmente, debido a su composición se clasifica como un fertilizante orgánico compuesto tipo NPK, cumpliendo con los parámetros nutricionales establecidos en la Norma Técnica Colombiana (NTC) 5167:2022. Estos resultados evidencian el potencial de este tratamiento para valorizar una biomasa que únicamente es utilizada como residuo. _____

* Trabajo de Grado

** Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. Director: Edgar Mauricio Morales Valencia. Doctor en Ingeniería Química. Codirector: Lilia Carolina Rojas Pérez. Doctora en Ingeniería. Tutor: Elías Ariza Villamil. Ingeniero Mecánico.

Abstract

Title: Evaluation of a Hydrothermal Treatment for Processing Coffee Pulp Residue for Its Valorization*

Authors: Vivian Camila García Moreno**

Keywords: coffee pulp, spent coffee water, hydrothermal carbonization, hydrochar, soil amendment, and waste valorization.

Description: During the wet processing of Arabica coffee beans, byproducts are generated that represent a little more than 80% w/w of the harvested beans, including: pulp (44%), mucilage (15%), the two major proportion byproducts. The purpose of this project is to evaluate hydrothermal carbonization as a treatment for the two mentioned residues for their valorization, producing a hydrochar and a liquor that can be reincorporated into coffee cultivation, addressing the needs of Colombian coffee growers. Hydrothermal carbonization is a thermochemical treatment particularly suitable for converting high-moisture biomass into hydrochar (a carbonaceous solid material). In this study, two sets of experiments were conducted: first, the treatment of coffee pulp in the presence of potable water, and subsequently, in the presence of coffee processing wastewater (aguas mieles). In both cases, the effect of three temperatures (200, 230, and 260 °C) and reactor loading was evaluated using three solid-to-liquid ratios (1:5, 1:10, and 1:15), while maintaining a residence time of 2 h and a stirring rate of 267 rpm under autogenous pressure. The hydrothermal treatment of coffee pulp produced hydrochar with mass yields ranging from 39 to 78%. Regarding product distribution, the liquid fraction was predominant, accounting for an average of 87% of the total mass, whereas gas and hydrochar represented minor fractions of 1.9% and 6.5%, respectively. Despite its lower yield, the hydrochar exhibited a significant improvement in its physicochemical properties, reaching a surface area of 20 m²/g, which corresponds to an increase of 93% compared to the raw pulp. Furthermore, based on its composition, the material can be classified as an organic NPK fertilizer, complying with the nutritional requirements established by the Colombian Technical Standard (NTC 5167:2022). These results highlight the potential of this process to valorize a biomass that is currently underutilized as a residue. _____

* Bachelor thesis

** Faculty of Physicochemical Engineering, School of Chemical Engineering. Director: Edgar Mauricio Morales Valencia. PhD in Chemical Engineering. Co-director: Lilia Carolina Rojas Pérez. PhD in Engineering. Tutor: Elías Ariza Villamil. Mechanical Engineer.

Introducción

Históricamente el café ha sido uno de los principales productos de exportación en Colombia, posicionándose como un pilar clave de la economía colombiana (Muñoz, 2014). En 2024, el país alcanzó una producción récord de café verde con aproximadamente 14 millones de sacos de 60 kg (FNC, 2025), aunque en 2025 se registró una leve caída del 2 % frente al año anterior (13.67 millones de sacos) debido a factores climáticos; esta cifra corresponde únicamente a un ajuste cíclico y mantiene su relevancia económica en el país (Comité de Cafeteros de Antioquía, 2026).

En el procesamiento de café, se destacan tres métodos: el beneficio húmedo, natural y honey. El primero es el más utilizado ya que mejora sus propiedades organolépticas, produciendo un grano de café de mejor calidad (Puerta, 2000). Sin embargo, genera mayor cantidad de subproductos, por ejemplo: la pulpa y el mucílago, que representan aproximadamente el 60% en peso de las cerezas de café cosechadas (Rodríguez, 2023). El residuo más abundante es la pulpa, ya que por cada tonelada de café se producen aproximadamente 430 a 550 kg, por lo tanto, no realizar una gestión adecuada de estos residuos, representa un riesgo ambiental significativo en las regiones productoras de café, tales como: contaminación de las fuentes hídricas, el suelo y el aire (Tsigkou et al., 2025), debido a su alta carga de materia orgánica 27400 mg/L (Rodríguez et al., 2013b). Otro residuo importante son las aguas mieles, resultantes del desmucilaginado mecánico de los granos (relación agua:mucílago de 1:1), aunque estas son biodegradables, también representan un problema para los caficultores porque contienen sólidos suspendidos compuestos principalmente por pectinas, acidez (4.3 pH) y una demanda química de oxígeno (DQO) de 10 g DQO por kilogramo de fruto (Rodríguez et al., 2013b).

Durante los últimos años se han concentrado esfuerzos en desarrollar investigaciones que permitan aprovechar estos residuos debido a los elevados volúmenes generados durante el

beneficio húmedo del café (Rodríguez, 2023). Frente a este desafío, la empresa santandereana líder en proveer soluciones integrales en el sector agroindustrial a nivel internacional, Penagos Hermanos y Compañía SAS y los centros de Investigación CICAT y CICTA de la Universidad de Santander se integraron para llevar a cabo la evaluación de la Carbonización Hidrotermal (HTC, por sus siglas en inglés) en el procesamiento de la pulpa, con el propósito de obtener productos con mayor valor agregado. El HTC es un proceso de conversión termoquímico prometedor para biomásas o residuos orgánicos, ya que tiene menores requerimientos energéticos frente a la pirólisis o la gasificación, además, no se requiere de un pretratamiento de secado (Kambo HS, 2014), lo que lo hace ideal para el aprovechamiento de la pulpa debido a su contenido de humedad (76 - 79 %), del mismo modo, la implementación de las aguas mieles, mitiga el impacto ambiental asociado a ambos subproductos contribuyendo con el objetivo de desarrollo sostenible N°12, promoviendo una bioeconomía circular reutilizando los subproductos y reduciendo la necesidad de nuevos recursos (Naciones Unidas, s. f.).

Mediante el contexto presentado, se plantea la siguiente pregunta de investigación: ¿Cómo afectan las variables de proceso (temperatura, relación sólido:líquido y el tipo de agua) al rendimiento del hidrochar obtenido mediante el proceso de carbonización hidrotermal de la pulpa de café?

1. Objetivos

1.1 Objetivo general

Evaluar la implementación de la carbonización hidrotermal como posible procesamiento de la pulpa residual de café para su valorización mediante la caracterización de sus productos principales.

1.2 Objetivos específicos

Determinar el efecto de la temperatura y la relación sólido:líquido como variables de proceso en la obtención de fracciones enriquecidas de mayor valor agregado utilizando carbonización hidrotermal.

Comparar el uso del agua potable frente al agua procedente del proceso de desmucilaginado mecánico de café (aguas mieles) en su reutilización como medio de reacción en el pretratamiento de la pulpa.

2. Marco conceptual

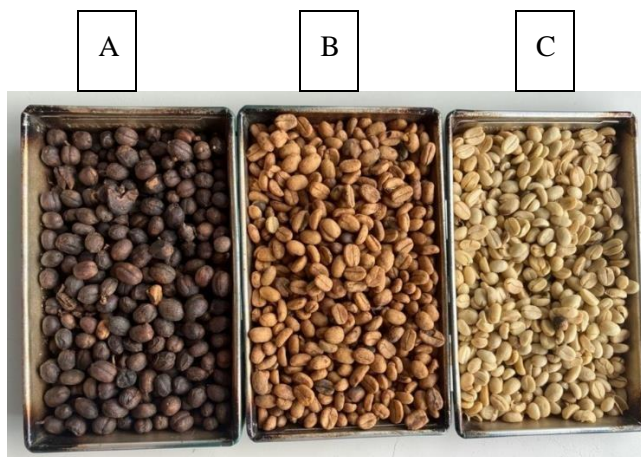
2.1 Beneficio de Café

El café es el fruto del cafeto; una drupa rojiza que contiene dos semillas cubiertas por una piel plateada, pergamino, mucílago y pulpa (Rodríguez, 2023). Aunque existen otras especies identificadas dentro del género *Coffea*, la industria cafetera se enfoca en las dos principales: *Coffea arabica* (arábica) y *Coffea canephora* (robusta) (Asociación Española de café, s. f.-a).

El sabor del café comercial no solo depende de la variedad de grano, también del tipo de beneficio, ya que cada técnica de procesamiento otorga características únicas que realzan el aroma, la acidez o la suavidad de la bebida (Puerta, 2013). Los beneficios más comunes son el natural, el húmedo (lavado) y el honey (Asociación Española de café, s. f.-b). En la figura 1 se muestran los granos obtenidos a partir de los beneficios mencionados anteriormente.

Figura 1

Granos de café según método de beneficio, A) natural, B) honey y C) húmedo



El beneficio húmedo consta de un mayor número de etapas, tal como se ilustra en la figura 2, lo que conlleva a la generación de una mayor cantidad de subproductos, sin embargo, es el método más utilizado ya que produce granos de café con mayor calidad (Puerta, 2000).

Figura 2 Diagrama del beneficio húmedo del café y subproductos generados por etapas.

Nota. Adaptado de (Rodríguez, 2023).

Como se observa en la figura 2, durante la etapa de desmucilaginado mecánico (lavado) de los granos previamente despulpados se generan cerca de 15 kg de mucílago por cada 100 kg de café procesados, removido con agua en una relación agua:mucílago de 1:1, produciendo así 30 kg de las aguas mieles. Como se observa, la pulpa y las aguas mieles corresponden a los dos subproductos de mayor volumen (Rodríguez, 2023), por tal motivo, son las materias primas o biomásas a reutilizar en el tratamiento hidrotermal para su valorización.

2.2 Fertilizantes

El crecimiento de la población mundial, ha incrementado la demanda de alimentos, impulsando la necesidad de aumentar la productividad agrícola mediante la mayor disponibilidad de nutrientes a las plantas, éstas obtienen los nutrientes esenciales del aire y el suelo, es decir, si la disponibilidad de al menos uno de los nutrientes es limitada, disminuye el rendimiento de la producción (*Los fertilizantes y su uso*, 1992). Por ende, los fertilizantes son productos que al ser aplicados al suelo, contrarrestan las carencias de uno o más nutrientes esenciales en el desarrollo y crecimiento de las plantas (ICONTEC, 2019). Proveer las exigencias nutricionales específicas de cada uno de los cultivos, promueve mayores rendimientos y por ende la productividad de los cultivos (*Los fertilizantes y su uso*, 1992).

2.3 Fertilizante compuesto

Un fertilizante compuesto representa cualquier producto con un contenido declarable de por lo menos dos de los nutrientes esenciales para las plantas (NP, NK, PK o NPK), ya sea que se haya obtenido mediante mezclas, procesos químicos o una combinación de ambos métodos. Adicionalmente puede contener micronutrientes u otros elementos secundarios (ICONTEC, 2019).

2.4 Acondicionador de suelos

Los acondicionadores o mejoradores de suelos, no reemplazan a los fertilizantes, estos corresponden a cualquier sustancia que actúa en el mejoramiento de al menos, una característica física, química o biológica del suelo (ICONTEC, 2019), por ejemplo mejorar la retención de agua, aumentar la aireación, fomentar la actividad microbiana beneficiosa, entre otras.

3. Estado del arte

La producción de café lavado genera subproductos con alto potencial de impacto ambiental, lo que motivó desde la década de 1950 a Cenicafe (entidad adscrita a la Federación Nacional de Cafeteros de Colombia) a desarrollar investigaciones orientadas a la valorización de estos y al mejoramiento de los procesos productivos. Históricamente, la disposición inadecuada de las aguas mieles y la pulpa contribuyeron significativamente a la contaminación de fuentes hídricas y suelos, siendo esta última responsable de hasta el 73 % de la carga contaminante asociada a la caficultura (Rodríguez, 2023). Desde los años 70 hasta la actualidad, la pulpa ha sido caracterizada, esta corresponde a una biomasa compleja y perecedera, con un alto contenido de humedad, clasificada como un material mesoporoso, compuesta por grupos funcionales hidroxílicos, carboxílicos y alcoholes (Carvajal & Oakley, 2023). Su aprovechamiento ha sido impulsado en los sectores agrícola, alimentario, energético e industrial. No obstante, su aprovechamiento continuo está limitado debido a su producción estacional y a su contenido de

humedad, por lo que se han propuesto estrategias de estabilización y modelos de biorrefinería con enfoque de cero residuos (Rodríguez, 2023), sin embargo, persiste la necesidad de desarrollar procesos técnicamente viables y escalables que permitan una valorización integral y sostenible de estos subproductos.

Algunos autores han apostado por la carbonización hidrotermal como una alternativa para la valorización de la pulpa de café empleando agua potable como medio de reacción. En este contexto, se ha estudiado el efecto de variables operativas como la temperatura (180–320 °C), presión (10–180 bar), tiempo de residencia (20 min–6 h) y la relación sólido:líquido (5–20 %), (Remón et al., s. f.).

El tratamiento hidrotermal de la pulpa permite la obtención de diferentes fracciones según las condiciones de operación. A temperaturas inferiores a 260 °C se genera un sólido (hidrochar), una fase líquida (licor) y un producto gaseoso (Camacho & Pinzón, 2024); mientras que a temperaturas más elevadas se ha identificado una cuarta fase oleosa, denominada biocrudo (Remón et al., s. f.). Se ha evidenciado que temperaturas entre 180 y 200 °C favorecen mayores rendimientos de hidrochar (42–68 %), aunque a temperaturas superiores, como 260 °C, estos sólidos desarrollan mejores propiedades energéticas, alcanzando poderes caloríficos de hasta 28 MJ/kg (Camacho & Pinzón, 2024).

Como se mencionó anteriormente, el beneficio de café lavado también genera grandes volúmenes de aguas mieles, cuya disposición representa un desafío ambiental significativo. Estas aguas han sido tratadas mediante tratamientos anaerobios a diferentes escalas, logrando remover hasta el 81 % de la carga contaminante (Rodríguez et al., 2013a).

A partir del contexto presentado, surge el objetivo de este proyecto. Dado que la carbonización hidrotermal requiere agua como medio de reacción para convertir una biomasa, ya sea húmeda o seca, en un hidrochar, se planteó comparar el uso del agua potable frente a la

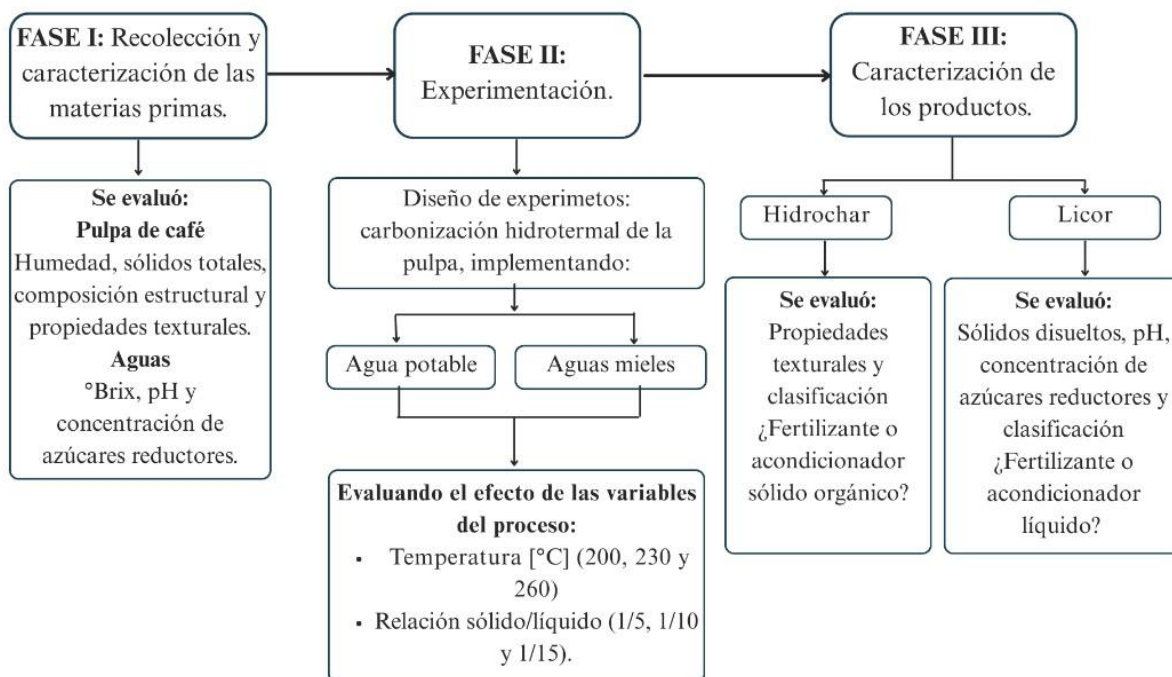
reutilización de las aguas mieles en el pretratamiento de la pulpa, integrando simultáneamente dos de los subproductos de mayor volumen del beneficio. Adicionalmente, se evaluó el efecto de dos variables en el proceso: temperatura y relación sólido:líquido. Esta estrategia permite reducir el consumo de agua potable y favorece el aprovechamiento de la carga orgánica residual, fortaleciendo un enfoque de valorización integral alineado con los principios de economía circular y sostenibilidad ambiental.

4. Metodología

Este proyecto de investigación se desarrolló mediante un enfoque experimental, integrando tres fases: **I)** recolección y caracterización de las materias primas, **II)** tratamiento hidrotermal de pulpa-agua potable y pulpa-aguas mieles y **III)** caracterización de los productos principales (hidrochar y licor), tal como se describe en el diagrama metodológico en la figura 3.

Figura 3

Diseño metodológico implementado en el desarrollo de la investigación



4.1 Recolección y caracterización de las materias primas

4.1.1 Recolección y almacenamiento de la pulpa de café

En primer lugar, las cerezas de café arábica fueron cosechados de la Finca cafetera, Hacienda El Roble, ubicada en el municipio de la Mesa de los Santos, Santander, Colombia. Estos granos se transportaron hasta la planta de producción de la empresa santandereana Penagos Hermanos y Compañía SAS, ubicada en el km 3 vía al refugio, Piedecuesta-Santander, Colombia; allí se sumergieron en agua durante 5 horas; mediante flotación se descartaron las cerezas menos densas (defectuosas por plagas, cosechas tardías o estrés hídrico, ya que estos granos afectan la calidad del café), y posteriormente se despulparon con la ayuda del Módulo Clasificador Selecto de la empresa. La pulpa correspondió al 40% p/p de las cerezas de café cosechadas.

Una vez despulpado el café, se recolectó la pulpa en un recipiente, la cual fue mezclada manualmente con el fin de homogeneizar, luego fue dosificada en bolsas herméticas (500 g) y finalmente almacenada en un congelador a -20°C dispuesto en el Laboratorio de Espectroscopía Atómica y Molecular (LEAM) hasta su uso.

El siguiente paso fue realizar la caracterización química de la composición de la biomasa mediante los procedimientos analíticos propuestos por el Laboratorio Nacional de Energías Renovables (NREL, por sus siglas en inglés), los cuales permiten evaluar el potencial y utilidad de dicha pulpa.

4.1.2 Análisis de humedad

Para este análisis se tomó una muestra integral de aproximadamente 3 g de pulpa, dispuesta en el porta muestra de la termobalanza Precisa XM 60-HR ubicada en el Centro de Investigación en Ciencia y Tecnología de Alimentos (CICTA), este análisis termogravimétrico combina un calentamiento controlado (105°C) y un pesaje preciso, que a partir de la pérdida de peso determinó el contenido exacto de humedad de la muestra, expresado en % *Humedad*.

4.1.3 Análisis de sólidos totales

Para la determinación de los sólidos totales presentes en la pulpa se utilizó la ecuación 1 en donde se consideró que la pulpa está compuesta únicamente por agua y sólidos totales, de acuerdo con el reporte técnico NREL/TP-510-42621 del 2008.

$$\% \text{ sólidos totales} = 100 - \% \text{ Humedad} \quad \text{Ec 1}$$

4.1.4 Análisis de composición estructural

La composición estructural de la pulpa fue realizada por el Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas de Madrid, España (CIEMAT). Esto a partir de una muestra integral de pulpa liofilizada, la cual fue inicialmente molida hasta alcanzar un tamaño de partícula de 2 mm, como lo indica el reporte técnico NREL/TP-510-42620 del 2008. Antes de la caracterización, las muestras fueron extraídas usando un sistema Soxhlet según el reporte técnico NREL/TP-510-42619 del 2008. Luego las muestras extraídas fueron sometidas a una hidrólisis en dos etapas: 1) ácido sulfúrico al 72%, 30 °C, 1 h seguido de una hidrólisis; 2) ácido sulfúrico al 4%, 120 °C, 1h.

4.1.5 Análisis de las propiedades texturales

Esta propiedad se estimó a partir de isothermas de adsorción-desorción de N₂ utilizando un equipo *3Flex Micromeritics*, en un rango de presión relativa (P/P₀) entre ~0.0026 y ~0.9900, con un tiempo de equilibrio de 10 s. La muestra integral de pulpa seca (a 105°C durante 48 h) fue macerada con la ayuda de un mortero y un pistilo durante 5 min, de la cual se empleó aproximadamente 1 g, el cual fue introducido cuidadosamente en una celda de vidrio de borosilicato. Previo al análisis, las muestras fueron desgasificadas en un dispositivo *Vac Prep 061 (Micromeritics)*, a 105 °C durante 2 h, utilizando una rampa de calentamiento de 3 °C/min, hasta

alcanzar una presión de vacío de ~5 Pa. El procesamiento de los datos se realizó mediante el software *3FLEX* V.4.03 y la superficie específica se calculó por el método BET (Brunauer et al., 1938).

4.1.6 Recolección y almacenamiento de las aguas mieles

Las aguas mieles se obtuvieron del desmucilaginado de los granos de café arábica provenientes de la Finca cafetera La Pradera, ubicada en el municipio de Aratoca-Santander, Colombia, utilizando el equipo *ECOLINE-800* Penagos. Una vez recolectadas las aguas mieles en un recipiente, se mezclaron para homogeneizar mientras se dosificaba en bolsas herméticas para leche materna de 250 mL, estas bolsas se almacenaron en dos cavas de icopor, que además, contenían bolsas de hielo para evitar la fermentación y/o degradación de las mismas, durante el transporte hacia el Parque Tecnológico Guatiguará de la Universidad Industrial de Santander, ubicado en Piedecuesta-Santander, allí las bolsas que contenían las aguas mieles fueron almacenadas en un congelador a -20°C dispuesto en el LEAM.

4.1.7 Determinación de sólidos disueltos (° Brix)

Este análisis se realizó a los dos tipos de agua a usar en el tratamiento hidrotermal (agua potable y aguas mieles). Inicialmente se depositó una pequeña muestra del agua a analizar sobre el prisma del refractómetro digital *Bellingham + Stanley 38-H4 Opti*, posteriormente se pasó un haz de luz a través de la muestra, para correlacionar el cambio en la dirección de la luz con la concentración de solutos presentes en dicha muestra.

4.1.8 Determinación de pH

La determinación del pH para el agua potable y las aguas mieles se realizó mediante potenciometría directa con un *Metrohm 913 pH/DO Meter*, calibrado con soluciones buffer estándar y con una precisión de $\pm 0,001$ unidades. Cada muestra fue analizada a 25°C.

4.1.9 Determinación de azúcares reductores

La cuantificación de azúcares reductores presentes en las muestras (agua potable y aguas mieles) se realizó a través del método analítico DNS (Ácido 3,5-Dinitrosalicílico). En primer lugar, se tomó una muestra de 250 μL del tipo de agua a analizar, la cual se hizo reaccionar con 1.5 mL de reactivo DNS (esto con cada una de las muestras), donde se relacionó la concentración de azúcares reductores a través de la densidad óptica del color con un espectrofotómetro a 540 nm. Al obtener los diferentes valores de absorbancia, estos se correlacionaron con la curva de calibración realizada a diferentes concentraciones de un patrón de glucosa de 1g/L.

4.2 Experimentación

En esta segunda fase del proyecto, se desarrollaron las pruebas del diseño experimental y se establecieron algunos parámetros que permitieron operar el reactor de forma segura. Por ejemplo, la cantidad de sólidos totales que ingresó al reactor fue de 19,2 g. Por ende, previo a cada ensayo, se determinó el porcentaje de humedad de la pulpa a tratar, con el fin de garantizar las relaciones sólido:líquido propuestas (1:5, 1:10 y 1:15). Así, la cantidad de agua requerida para cada experimento fue de 96 g (relación 1:5), 192 g (1:10) y 288 g (1:15). Los demás parámetros establecidos, como parte del protocolo experimental que garantiza la reproducibilidad de los datos, se describen en la tabla 1.

Tabla 1

Parámetros fijos en el proceso de carbonización hidrotermal de la pulpa

Parámetros fijos	Valor de trabajo	Unidad
Sólidos alimentados	19.2	g
Tasa de calentamiento	2	$^{\circ}\text{C}/\text{min}$
Tiempo de residencia	2	h
Velocidad de agitación	267	rpm
Presión	autógena	psi
Temperatura de secado de hidrochar	105	$^{\circ}\text{C}$
Tiempo de secado de hidrochar	48	h

4.2.1 Diseño experimental: carbonización hidrotermal de la pulpa

Se empleó un diseño factorial completo de dos factores con tres niveles cada uno (3^2), sin repeticiones, aplicado de manera independiente para cada tipo de agua utilizada en el tratamiento. En la tabla 2 se presenta la nomenclatura de los ensayos y las condiciones experimentales bajo las cuales fueron realizados. El protocolo detallado de los procedimientos experimentales se incluye en el apéndice A.

En la figura 4 se muestra una vista superior del reactor una vez cargado, donde se comparan los sistemas utilizando agua potable y aguas mieles como el medio de reacción.

Tabla 2

Condiciones experimentales y nomenclatura de los ensayos

Nomenclatura del ensayo		Condiciones de proceso		
		Tipo de agua	Temperatura [°C]	Relación S/L [p/p]
AP	T_200-R_1:5	Agua potable	200	1:5
AM		Aguas mieles		
AP	T_200-R_1:10	Agua potable	200	1:10
AM		Aguas mieles		
AP	T_200-R_1:15	Agua potable	200	1:15
AM		Aguas mieles		
AP	T_230-R_1:5	Agua potable	230	1:5
AM		Aguas mieles		
AP	T_230-R_1:10	Agua potable	230	1:10
AM		Aguas mieles		
AP	T_230-R_1:15	Agua potable	230	1:15
AM		Aguas mieles		
AP	T_260-R_1:5	Agua potable	260	1:5
AM		Aguas mieles		
AP	T_260-R_1:10	Agua potable	260	1:10
AM		Aguas mieles		
AP	T_260-R_1:15	Agua potable	260	1:15
AM		Aguas mieles		

Figura 4

Vista superior del reactor cargado con, A: pulpa y agua potable; B: pulpa y aguas mieles

**4.2.2 Análisis estadístico**

Los datos experimentales fueron analizados mediante un diseño factorial completo $3 \times 3 \times 2$, sin réplicas y realizados completamente al azar. Se evaluaron tres factores: la temperatura (200, 230 y 260 °C), la relación sólido:líquido (1:5, 1:10 y 1:15) y el tipo de agua usada en el tratamiento (aguas mieles y agua potable), frente a las variables de respuesta: porcentaje de rendimiento y área superficial del hidrochar, luego del tratamiento hidrotermal de la pulpa.

El análisis estadístico se realizó mediante el análisis de varianza (ANOVA), teniendo en cuenta los efectos principales y las interacciones dobles entre los factores, empleando un nivel de significancia de $\alpha = 0.05$ como criterio para determinar los efectos estadísticamente significativos.

El procesamiento y el análisis de los datos se realizó a través de la versión académica del software *Design-Expert*®, este calculó el valor del error experimental a partir del término residual del modelo, ya que presentó grados de libertad suficientes para la validación estadística.

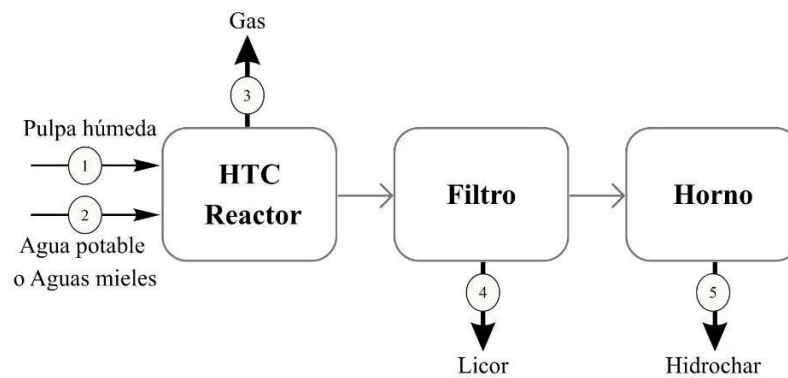
Adicionalmente se generaron gráficas de los efectos principales e interacciones dobles con el objetivo de visualizar mejor el comportamiento de las variables de respuesta frente a los factores evaluados en este trabajo de investigación.

4.3 Caracterización de los productos principales

Al realizar la carbonización hidrotérmal de la pulpa, se obtienen tres productos: un hidrochar, licor y gas, tal como se observa en las corrientes 3, 4 y 5 del diagrama de proceso representado en la figura 5 (cuando se menciona los productos principales, se hace referencia al hidrochar y al licor).

Figura 5

Diagrama de bloques (PBD) del tratamiento hidrotérmal de la pulpa de café



Este trabajo se enfocó en la caracterización de los dos productos principales; el hidrochar y el licor con el fin de evaluar sus posibles aplicaciones. El balance de materia se calculó registrando la masa de los dos productos principales obtenidos durante el tratamiento: hidrochar y licor, mientras que la del gas se determinó por diferencia; el porcentaje de la fracción másica que corresponde a los productos mencionados se describen en las ecuaciones 2, 3 y 4. Finalmente, el rendimiento del hidrochar fue calculado como se muestra en la ecuación 5.

$$\% \text{ hidrochar} = \left(\frac{m_{\text{hidrochar seco}}}{m_{\text{total que sale del reactor}}} * 100 \right) \quad \text{Ec. 2}$$

$$\% \text{ licor} = \left(\frac{m_{\text{licor}}}{m_{\text{total que sale del reactor}}} * 100 \right) \quad \text{Ec. 3}$$

$$\% \text{ gas} = (100 - \% \text{ hidrochar} - \% \text{ licor}) \quad \text{Ec. 4}$$

$$\% \text{ Rendimiento de hidrochar} = \left(\frac{m_{\text{hidrochar seco}}}{m_{\text{sólidos totales alimentados}}} \right) * 100 \quad \text{Ec. 5}$$

4.3.1 Caracterización del hidrochar

4.3.1.1 Análisis de las propiedades texturales

Cada muestra de hidrochar seco fue macerada y se emplearon aproximadamente 0.3 g, siguiendo el procedimiento ya descrito en el ítem 4.1.5.

4.3.1.2 Clasificación como fertilizante o acondicionador sólido

Este análisis fue realizado por el laboratorio de Consultas Industriales de la Universidad Industrial de Santander, evaluando los principales parámetros establecidos en la NTC 5167:2022, dicha norma establece los requisitos y límites permisibles que debe cumplir un fertilizante o acondicionador orgánico sólido para que el Instituto Colombiano Agropecuario (ICA) otorgue el correspondiente permiso de uso y comercialización. Cabe aclarar que esta caracterización se efectuó únicamente sobre una de las 18 muestras de hidrochar obtenidas, seleccionada con base en el rendimiento, área superficial y el contenido de humedad del hidrochar. En consecuencia, se analizó la muestra de hidrochar obtenida del ensayo AM-T_230-R_1:10. Los métodos analíticos empleados por el laboratorio para este análisis se presentan en el apéndice C.

4.3.2 Caracterización del licor

Los licores obtenidos fueron caracterizados mediante la determinación de sólidos disueltos (°Brix), pH y azúcares reductores, siguiendo los procedimientos descritos previamente en las secciones 4.1.7, 4.1.8 y 4.1.9.

4.3.2.1 Clasificación como fertilizante o acondicionador líquido de suelos

De acuerdo con lo descrito en el ítem 4.3.1.2 se realizó la caracterización de la muestra de licor correspondiente al ensayo AM-T_230-R_1:10. Los métodos analíticos empleados por el laboratorio para este análisis se presentan en el apéndice D.

5. Resultados

5.1 Caracterización de las materias primas

5.1.1 Caracterización de la pulpa

La pulpa evaluada presentó un contenido de humedad de $82.1 \pm 0.73\%$, valor comparable y ligeramente inferior al reportado por (Fierro et al., 2018), quienes informan un contenido de humedad de 85.37% para la pulpa fresca. En consecuencia, el contenido de sólidos totales, determinado por diferencia, fue de $17.9 \pm 0.73\%$, lo que evidencia que la biomasa está compuesta principalmente por agua. Esta humedad resulta favorable para la carbonización hidrotermal, ya que permite reducir la adición de agua externa al sistema de reacción.

La composición estructural y de componentes extractivos de la pulpa se presenta en la tabla 3, evidenciando su naturaleza lignocelulósica. La fracción soluble ($22.4 \pm 0.3\%$) mostró una concentración de azúcares simples de 0.78%, compuesta principalmente por fructosa y glucosa, así como la presencia de ácidos orgánicos como el ácido láctico y ácido acético. Dado que estos compuestos representan una proporción reducida de la fracción, es probable que el contenido restante este constituido por otros compuestos solubles típicos de la pulpa de café, como pectinas (Calle, s. f.), compuestos fenólicos (Fierro et al., 2018), cafeína y/o proteínas solubles (Remón et al., s. f.).

Tabla 3*Análisis composicional de la pulpa de café realizado por el CIEMAT*

Extractivos	22.4±0.3
Sacarosa	0.07 ± 0.02
Glucosa	0.33 ± 0.02
Fructuosa	0.38 ± 0.04
Ácido láctico	0.24 ± 0.01
Ácido acético	0.05 ± 0.01
Componentes estructurales	59.0 ± 1.0
Glucanos	12.90 ± 0.70
Xilanos	2.59 ± 0.07
Galactanos	3.42 ± 0.01
Arabinanos	5.86 ± 0.02
Mananos	1.73 ± 0.03
Lignina insoluble en ácido	19.63 ± 0.18
Lignina soluble en ácido	2.39 ± 0.07
Cenizas totales	10.56 ± 0.10
Otros*	10.56

*Corresponde a otros compuestos no identificados solubilizados durante la hidrólisis ácida, entre ellos grupos acetilo y pectinas.

La fracción de componentes estructurales representó el 59% de la biomasa. Dentro de esta, se cuantificó un contenido de glucanos de 12.90 ± 0.70 %, asociados a la celulosa, valor inferior al rango reportado por Rodríguez (2023) (17.70-29.51 %). Por su parte, la suma de los polisacáridos xilanos, galactano, arabinano, y manano (13.6%), correspondientes a hemicelulosa superó el intervalo informado para esta fracción (2.30-4.63 %). En cuanto a la lignina total, se obtuvo un contenido 22 %, ligeramente superior al rango reportado (16.85-17.50 %). Finalmente, el contenido de cenizas determinado (10.56 %) se ubicó en el límite superior del intervalo reportado (6.44-10.50 %) (Rodríguez, 2023). Estas diferencias observadas pueden estar asociadas

a variaciones en los métodos analíticos empleados para la cuantificación de los componentes estructurales o a las características propias de la biomasa evaluada.

Los resultados correspondientes a las propiedades texturales de la pulpa de café evaluada confirman la presencia de una baja área superficial específica ($0.2142 \pm 0.0022 \text{ m}^2/\text{g}$ de pulpa), tal como se presenta en la tabla 4, comportamiento común en biomásas lignocelulósicas sin tratamientos previos. Aunque el material se clasifica como mesoporoso, el diámetro promedio de poro determinado fue considerablemente mayor al reportado por Carvajar & Oakley (2023) para pulpa de café pergamino sin modificar (4 nm).

Tabla 4

Propiedades texturales de la pulpa de café

Parámetro	Valor
Área superficial [m^2/g]	0.2142 ± 0.0022
Volumen de poro [cm^3/g]	0.001394
Tamaño promedio del poro [nm]	29 - 47

En conjunto, la caracterización fisicoquímica realizada a la pulpa de café residual evidencia una fracción estructural predominante y limitada área superficial, asociada a una porosidad dominada por mesoporos de amplio diámetro. Este conjunto de propiedades describe una matriz vegetal con porosidad poco desarrollada y representa el estado inicial de la pulpa.

5.1.2 Caracterización de los tipos de agua

Los resultados de la caracterización del agua potable y aguas mieles utilizadas como medio de reacción en el tratamiento se presenta en la tabla 5.

El pH del agua potable (6.75 ± 0.13) se encuentra dentro de los valores establecidos por la normativa sanitaria colombiana, específicamente la Resolución 2115 de 2007 y el Decreto 1575 de 2007, que regulan la calidad del agua para el consumo humano.

Tabla 5*Resultados de la caracterización de las muestras de agua*

Tipo de agua	pH	Sólidos disueltos [° Brix]	Concentración de azúcares reductores [g/L]
Agua potable	6.75 ± 0.13	0.25 ± 0.06	0.13 ± 0.01
Aguas mieles	4.46 ± 0.03	2.53 ± 0.41	12.09 ± 1.90

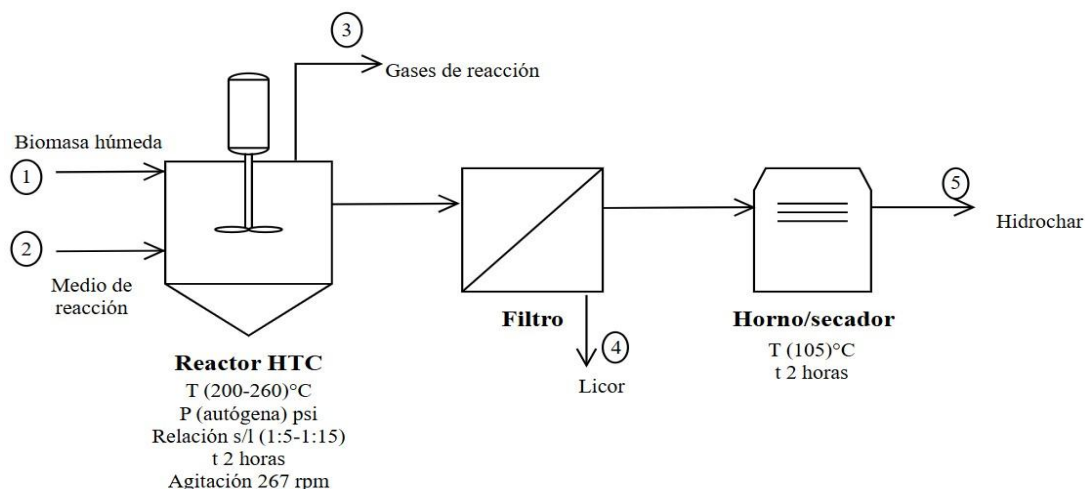
Como se observa en la tabla 7, el valor de pH obtenido para las aguas mieles corresponde a 4.46 ± 0.03 , ligeramente inferior al reportado por Rodríguez (2023) para el mucílago fresco de *Coffea arabica* (4.80 – 5.00). En cuanto a los sólidos disueltos, Rodríguez (2023) también reporta valores entre 10-11 °Brix, la diferencia frente al resultado obtenido se atribuye a que durante el desmucilaginado mecánico, el mucílago es removido y mezclado con agua, lo que reduce la concentración de sólidos solubles respecto al estado original. Del mismo modo, se observa la concentración de azúcares reductores (12.09 ± 1.90) es mayor que la del agua potable debido a que el mucílago es una matriz viscosa compuesta por aproximadamente 21% de sólidos totales, además de carbohidratos solubles y estructurales, con contenidos de azúcares reductores entre 12.4 y 20.58 % base seca (Rodríguez, 2023).

5.2 Experimentación

En la figura 6 se presenta el diagrama de flujo (PFD) de la carbonización hidrotermal de la pulpa, mientras que la tabla 6 muestra el balancee de masa correspondiente a cada uno de los ensayos realizados. Las corrientes 3, 4 y 5 corresponden a las salidas del proceso, expresadas como fracción másica porcentual.

Figura 6

Diagrama de flujo del proceso de carbonización hidrotermal de la pulpa

**Tabla 6**

Balance de masa de los sets de experimentos

Condiciones de operación		Corrientes			Rendimiento de hidrochar [%]
Ensayo		5 Hidrochar [%]	4 Licor [%]	3 Gas [%]	
AP-AM-	T_200R_1:5	13.0	77.1	2.6	78.3
AP-AM-	T_200-R_1:10	5.7	89.4	1.4	62.4
AP-AM-	T_200-R_1:15	3.8	92.2	1.0	60.3
AP-AM-	T_230R_1:5	10.7	79.3	2.6	64.0
AP-AM-	T_230-R_1:10	4.8	89.8	1.4	53.3
AP-AM-	T_230-R_1:15	3.2	93.5	1.0	50.9
AP-AM-	T_260-R_1:5	7.7	81.9	2.6	46.5
AP-AM-	T_260-R_1:10	3.6	91.2	1.9	40.0
AP-AM-	T_260-R_1:1	2.5	93.1	1.3	39.8

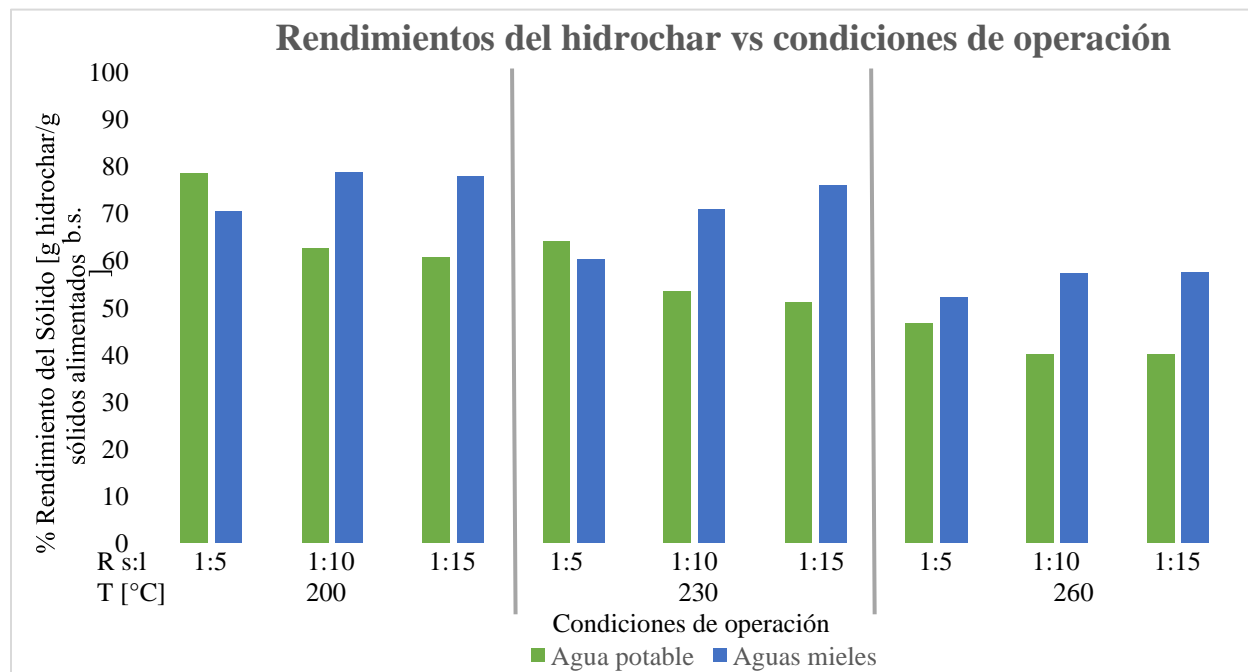
Como se observa en la tabla 6 el licor corresponde al producto en mayor proporción con valores superiores al 77%.

En los ensayos realizados con agua potable (AP), se observó una relación inversa entre la temperatura y rendimiento del hidrochar. Los mayores rendimientos se registran a 200°C (APT_200-R_1:5 78.3%), mientras que los más bajos corresponden a 260°C (AP-T_260-R_1:15 39.8%). Este comportamiento coincide con lo reportado por Camacho & Pinzón, (2024) y Remón et al., (2021), donde incrementos en la temperatura favorecen la solubilización de compuestos orgánicos reduciendo la recuperación del sólido. Además, relaciones sólido:líquido más concentradas (1:5) produjeron mayores rendimientos, mientras que relaciones más diluidas (1:10 y 1:15) redujeron la fracción sólida, patrón también reportado por Remón et al., (2021).

Por su parte, los ensayos realizados con aguas mieles (AM), mostraron un comportamiento diferente. Aunque el aumento de la temperatura de 200 a 260 °C también provocó una disminución del rendimiento del hidrochar, esta reducción es menor que al utilizar AP (el rendimiento con AP oscilo entre 39-78% y con AM 52-78 %). Del mismo modo, si analizamos la figura 7, se observa que a una temperatura contante y mayor dilución de la pulpa (1:10 y 1:15), el rendimiento del hidrochar aumenta, lo cual sugiere que la composición de las AM influye en las rutas de transformación durante el tratamiento. Su contenido de materia orgánica soluble puede favorecer reacciones de polimerización que promuevan la formación de compuestos carbonosos sobre la fase sólida, atenuando su degradación durante el tratamiento hidrotermal.

Figura 7

Efecto de las variables del proceso frente al rendimiento de hidrochar [%]

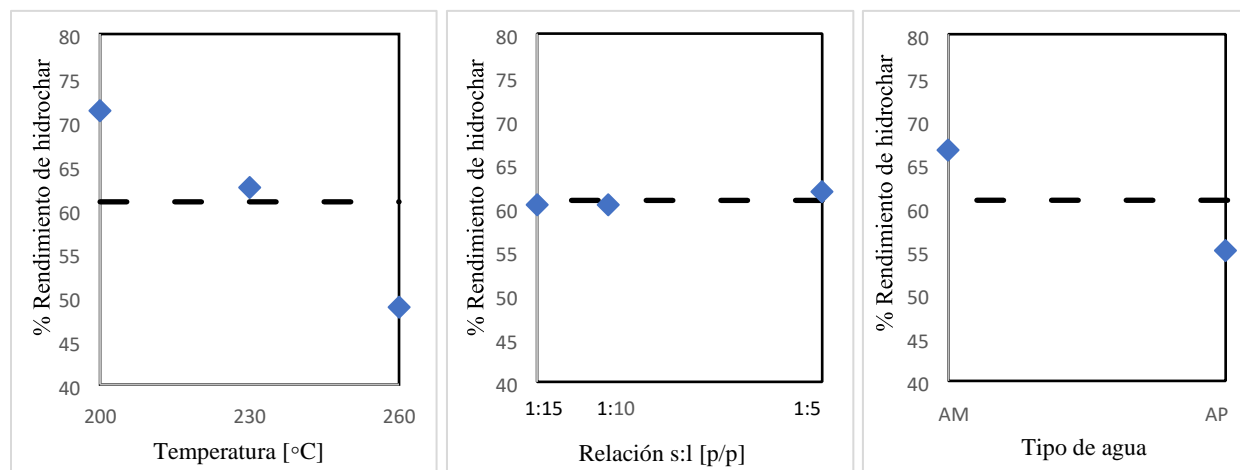


Para analizar la influencia de cada uno de los factores del proceso, también se elaboraron las gráficas de efectos principales utilizando los valores promedio del rendimiento obtenido bajo las diferentes condiciones experimentales, como se ilustra en la figura 8.

En el caso de la temperatura, se observa una tendencia descendente del rendimiento a medida que esta aumenta. Particularmente, a partir de 230°C los valores se ubican por debajo del rendimiento promedio del proceso (60.8%), lo que sugiere que este factor presenta la mayor variación observada en la respuesta bajo las condiciones estudiadas, tal como Camacho & Pinzón, (2024) y Remón et al., (2021) lo mencionan en sus trabajos de investigación; el incremento de la temperatura promueve la descomposición de la materia orgánicos contenida en la pulpa de café y hace que aumente el contenido de carbono fijo presente en el hidrochar.

Figura 8

Efectos principales de los factores de proceso frente al rendimiento del sólido.



Por su parte, la relación sólido:líquido presenta una variación limitada entre sus niveles, manteniéndose cercana al promedio general. Si bien la información presentada en la tabla 10 y la figura 6 sugieren cierta incidencia de este factor sobre el rendimiento del sólido, la gráfica de efectos principales no muestra una variación apreciable de la respuesta dentro del rango evaluado.

En cuanto al tipo de agua empleada en el tratamiento, se observa una diferencia clara entre los niveles evaluados. Las aguas mieles presentan valores de rendimiento mayores (66%) que los obtenidos usar agua potable (55%) y por encima del rendimiento promedio. Esta separación sugiere que el medio de reacción produce cambios observables en la degradación o recuperación del sólido a las condiciones del proceso.

Con el propósito de cuantificar la influencia de los factores evaluados sobre el rendimiento, se realizó el análisis de varianza (ANOVA), cuyos resultados se presentan en la tabla 11. En ella se reporta la fuente de variación, los grados de libertad (GL), la suma de cuadrados ajustada (SC ajustada), cuadrados medios (MC), valor F y valor p asociados a cada factor. Este análisis permitió determinar si las diferencias observadas entre los niveles de cada factor son atribuidas realmente a su efecto sobre la variable de respuesta o si corresponde al error experimental.

Los resultados del análisis de varianza indican que el modelo usado es estadísticamente significativo ($p=0.0001$ y $F=51.44$), lo cual confirma que los factores evaluados tienen un efecto sobre el rendimiento del hidrochar durante el proceso.

Entre los factores evaluados, la temperatura (A) presentó el mayor valor de F, esto lo hace destacar ya que es el factor con mayor contribución a la variable de respuesta a las condiciones de proceso estudiadas.

Tabla 7

ANOVA para el rendimiento del hidrochar bajo el modelo factorial 2FI

Fuente de variación	SC	GL	MC	Valor F	Valor p
Modelo	2575.60	6	429.27	51.44	0.0001
A (Temperatura)	1500.75	1	1500.75	179.85	0.0001
B (Relación s/l)	8.62	1	8.62	1.03	0.3314
C (Tipo de agua)	405.03	1	405.03	48.54	0.0001
AxB	11.01	1	11.01	1.32	0.2751
AxC	18.50	1	18.50	2.22	0.1646
BxC	426.75	1	426.75	51.14	0.0001
Error	91.79	11	8.34		
Total corregido	2667.38	17			

Del mismo modo, el tipo de agua (C) ejerce un efecto estadísticamente significativo sobre el rendimiento, es decir, que el medio de reacción también influye en la recuperación del sólido, caso contrario a la relación sólido:líquido (B), ya que esta no presenta significancia estadística. Los resultados del ANOVA son coherentes y complementan lo observado en la gráfica de efectos principales.

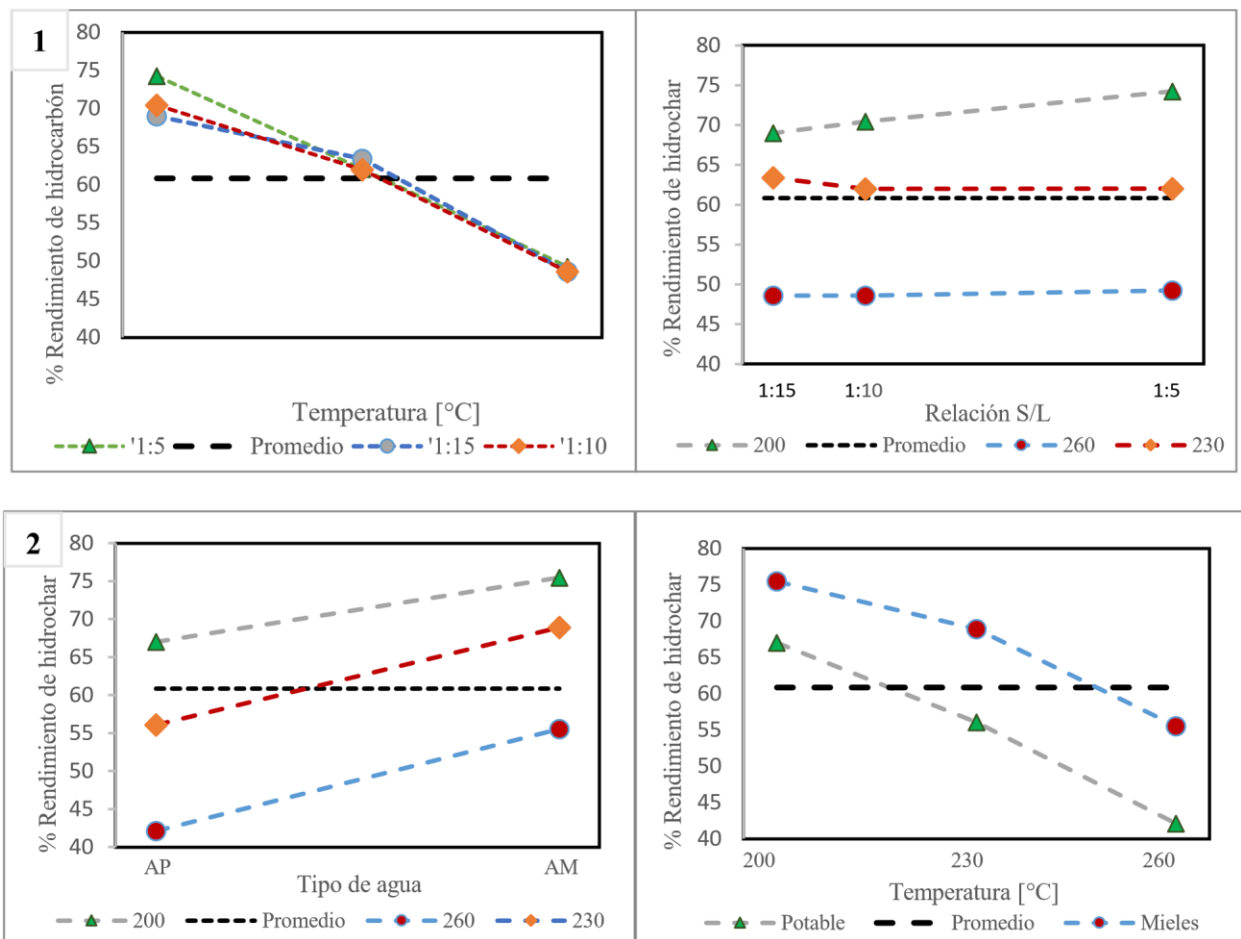
En cuanto a las interacciones dobles, únicamente la combinación BxC presentó un efecto significativo sobre el rendimiento del hidrochar en el tratamiento hidrotermal de la pulpa. Este resultado indica que la influencia de la relación sólido:líquido sobre la variable de respuesta está condicionada por el tipo de agua empleado como el medio de reacción. Sin embargo, las

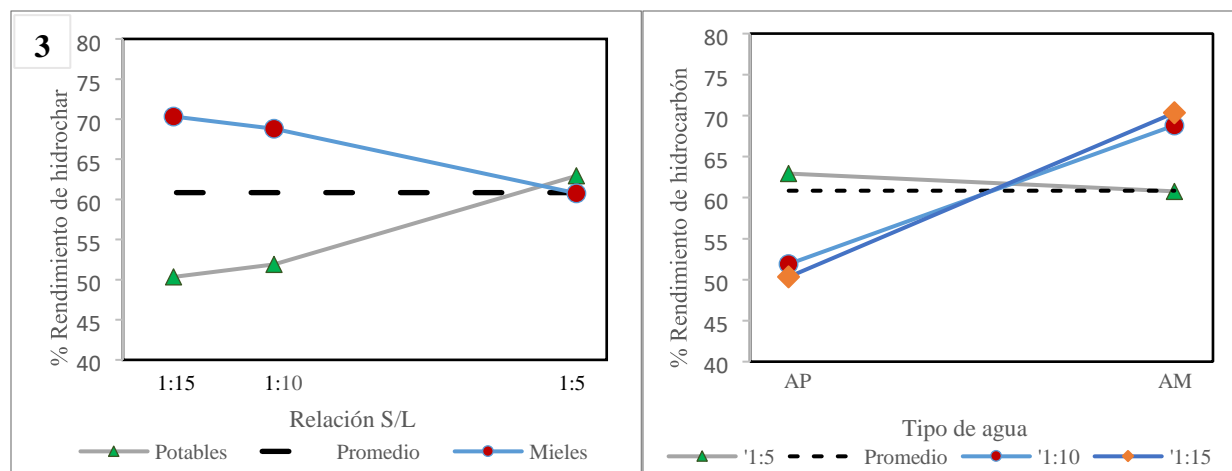
interacciones AxB y AxC no son estadísticamente significativas, lo que sugiere que, dentro del rango de operación desarrollado, la temperatura es un factor que no depende de otros factores para afectar la producción de hidrochar. Esto se confirma al analizar las gráficas de los efectos dobles (Figura 8), donde se observa la intersección (BxC, significancia) o la paralelidad (AxB y AxC, no significancia) entre las líneas correspondientes a cada uno de los niveles de cada factor.

De este modo, el análisis gráfico respalda los resultados numéricos y del ANOVA, permitiendo visualizar la dinámica conjunta de los factores dentro del tratamiento hidrotermal de la pulpa residual de café.

Figura 9

Efectos dobles entre factores. 1) Temp/Rel S:L, 2) Temp/Agua, y 3) Rel S:L/Agua





5.3 Caracterización de los productos

5.3.1 Caracterización de los Hidrochar

La tabla 8, presenta los resultados del área superficial desarrollados por los hidrochars mediante el tratamiento de la pulpa, dependiendo de las condiciones de operación. Se observa una tendencia creciente del área superficial con el incremento de la temperatura, sugiriendo la intensificación de la descomposición y reorganización estructural de la matriz lignocelulósica durante la carbonización hidrotérmal. No obstante, su comportamiento varía según el tipo de agua empleada como el medio de reacción. A iguales condiciones el uso de agua potable promovió un mayor desarrollo de área superficial en comparación con las aguas mieles, por ejemplo: a 260°C y una relación sólido:líquido de 1:15 el hidrochar obtenido alcanzó los 20.5 m^2/g , mientras que con aguas mieles disminuyó en un 32% (14.4 m^2/g).

El análisis estadístico revela que el desarrollo de la estructura del hidrochar es sensible a las condiciones de operación, específicamente a la temperatura, relación sólido:líquido, el tipo de agua y la interacción entre la temperatura y la relación sólido:líquido (AxB), como se observa en la tabla 9, debido a que la transformación termoquímica promueve la reorganización interna, provocando mayor porosidad.

Tabla 8*Resultados del área superficial de los hidrochars*

Condiciones de operación		Área superficial de hidrochar [m^2/g]
Ensayo		
AP- AM-	T_200-R_1:5	7.93 6.44
AP- AM-	T_200-R_1:10	6.49 6.08
AP- AM-	T_200-R_1:15	6.48 5.98
AP- AM-	T_230-R_1:5	11.7 10.37
AP- AM-	T_230-R_1:10	13.03 8.63
AP- AM-	T_230-R_1:15	16.13 10.58
AP- AM-	T_260-R_1:5	12.15 12.34
AP- AM -	T_260-R_1:10	18.11 13.55
AP- AM-	T_260-R_1:15	20.55 14.42

Esta información es relevante, ya que el área superficial es un parámetro clave, que se encuentra asociado a propiedades funcionales como la retención de agua (Carvajar & Oakley, 2023), adsorción de nutrientes y posiblemente el incremento de comunidades bacterianas benéficas en el suelo (Afanasjeva & Melo, 2023), lo que lo hace atractivo en aplicaciones agrícolas.

Tabla 9*ANOVA para el área superficial del hidrochar bajo el modelo factorial 2FI*

Fuente de variación	SC	GL	MC	Valor F	Valor p
Modelo	301.66	6	50.28	30.00	0.0001
A (Temperatura)	189.91	1	189.91	113.31	0.0001
B (Relación s/l)	12.33	1	12.33	7.36	0.0202

C (Tipo de agua)	25.48	1	25.48	15.20	0.0025
AxB	20.46	1	20.46	12.21	0.0050
AxC	5.47	1	5.47	3.26	0.0983
BxC	8.01	1	8.01	4.78	0.0513
Error	18.44	11	1.68		
Total corregido	320.10	17			

Finalmente, con la caracterización realizada al hidrochar se observa que cumple con el contenido mínimo de nutrientes esenciales (N, P, K) según la NTC 5167:2022 e incluso la resolución ICA No. 00150:2003 que establece estos mismos parámetros en 3%.

Tabla 10

Caracterización del hidrochar AM 5- T_230-R_1:10 según NTC 5167:2022

Caracterización		NTC 5167:2022		
Parámetro	Resultado	Mínimo	Máximo	Unidades
Nitrógeno Total	3,588	1		% N
Nitrógeno Nítrico	1,373			% N
Fósforo Total	4,413	1		% P ₂ O ₅
Potasio Total	5,660	1		% K ₂ O
Calcio Total	1,151			% CaO
Magnesio Total	0,472			% MgO
Azufre Total	0,239			% S
Capacidad de retención de humedad	111,01	100		%
pH (Pasta de saturación)	4,985	4	9	Und. pH
Conductividad Eléctrica (1:100)	0,831			dS/m
Conductividad Eléctrica (1:200)	0,410			dS/m
Densidad	0,3130		0.6	g/cm ³
Silicio Total	0,15		3.51	% SiO ₂
Sodio Total	0,172			% Na
Carbono Orgánico Oxidable Total	30,09	15		% C
Humedad	2,60		30	%
Cenizas	7,02		60	%
Pérdidas por Volatilización	90,39			%

Por otra parte, el hidrochar posee una capacidad de retención de humedad mayor que 110%. Adicionalmente contiene otros elementos secundarios importantes para el suelo como el calcio, magnesio y azufre. En este orden de ideas el hidrochar podría ser un fertilizante compuesto tipo NPK orgánico comercial, sin embargo, se requiere el análisis de metales pesados para poder hacer esta afirmación (ICONTEC, 2022). Esto es consistente con la información reportada por Khalaf et al., (2023) quienes mencionan que todos los hidrochars que obtuvieron de la carbonización hidrotermal de residuos lácteos cumplieron los requisitos del reglamento UE de fertilizantes sólidos organominerales.

5.3.2 Caracterización de los licores obtenidos

La caracterización de los licores obtenidos mediante la carbonización hidrotermal de la pulpa se observa en las tablas 11 y 12. Estas presentan los datos de pH, sólidos disueltos y la concentración de azúcares reductores que contienen los licores producidos a las condiciones de operación que allí se indican.

De forma general, se observa que el pH de los licores, sin importar el tipo de agua empleada en el tratamiento es ácida con valores entre 3.9 y 4.9, lo cual puede estar relacionado con la descomposición de la celulosa y hemicelulosa contenida en la pulpa, en azúcares y furfurales que terminan convirtiéndose en ácidos orgánicos como el láctico, acético y fórmico (Lu et al., 2013).

En el mismo sentido, la dinámica de los azúcares reductores presentes en los licores esta modulada por la temperatura y el medio de reacción, siendo este último posiblemente el determinante por la cantidad de azúcares que cada tipo de agua aporta al tratamiento. El incremento de la temperatura muestra un efecto inverso sobre la concentración de azúcares reductores en los licores, sin embargo, a pesar de las diferencias en el aporte inicial de azúcares, los licores obtenidos comprenden concentraciones de azúcares relativamente similares (1.3-2.6 g/l para agua potable y 1.2-3.9 g/l para aguas mieles). Este comportamiento sugiere que, a pesar de

que la fuente de azúcares difiere significativamente, existe un equilibrio dinámico debido a factores como la degradación térmica de monosacáridos, reacciones de deshidratación y/o polimerización que podrían estar contribuyendo a regular y homogeneizar dichas concentraciones en los licores.

Tabla 11

Caracterización de licores obtenidos del tratamiento de la pulpa con agua potable

Ensayo	pH	Sólidos disueltos [°Brix]	Concentración de azúcares reductores [g/L]
AP-T_200-R_1:5	4.019	5.700	2.084
AP-T_200-R_1:10	3.942	3.500	2.653
AP-T_200-R_1:15	4.040	2.233	2.469
AP-T_230-R_1:5	4.499	5.867	1.832
AP-T_230-R_1:10	4.253	2.700	1.313
AP-T_230-R_1:15	4.178	1.567	1.347
AP-T_260-R_1:5	4.860	4.667	1.414
AP-T_260-R_1:10	4.800	3.148	1.414
AP-T_260-R_1:15	4.662	1.900	1.665

Tabla 12

Caracterización de licores obtenidos del tratamiento de la pulpa con aguas mieles

Ensayo	pH	Sólidos disueltos [°Brix]	Concentración de azúcares reductores [g/L]
AM-T_200-R_1:5	4.020	5.633	2.620
AM-T_200-R_1:10	3.890	4.433	2.101
AM-T_200-R_1:15	4.717	3.433	3.977
AM-T_230-R_1:5	4.460	5.533	1.950
AM-T_230-R_1:10	4.729	3.324	3.010
AM-T_230-R_1:15	4.163	2.967	1.732
AM-T_260-R_1:5	4.878	4.833	1.447
AM-T_260-R_1:10	4.717	3.400	1.564
AM-T_260-R_1:15	4.680	2.633	1.296

Tabla 13*Caracterización del licor AM 5- T_230-R_1:10 frente a la NTC 5167:2022*

Caracterización Parámetro	Resultado	NTC 5167:2022		
		Mínimo	Máximo	Unidades
Nitrógeno Total	0,036	1		g N/L
Nitrógeno Nítrico	0,003			g N/L
Fósforo Soluble en agua	0,338	1		g P ₂ O ₅ /L
Potasio Soluble en agua	0.720	1		g K ₂ O/L
Calcio Soluble en agua	0,055			g CaO/L
Magnesio Soluble en agua	0,061			g MgO/L
Azufre Total	0,012			g S/L
Azufre Soluble en agua	0,008			g S/L
pH (1:10)	4,729			Und. pH
Conductividad Eléctrica (1:100)	0,142			dS/m
Conductividad Eléctrica (1:200)	0,078			dS/m
Densidad	1,0220			g/cm ³
Silicio Soluble en agua	0,000			g SiO ₂ /L
Sodio Soluble en agua	0,001			g Na/L
Carbono Orgánico Oxidable Total	0.730			g C/L
Sólidos Insolubles en agua	0,029		40	g/L

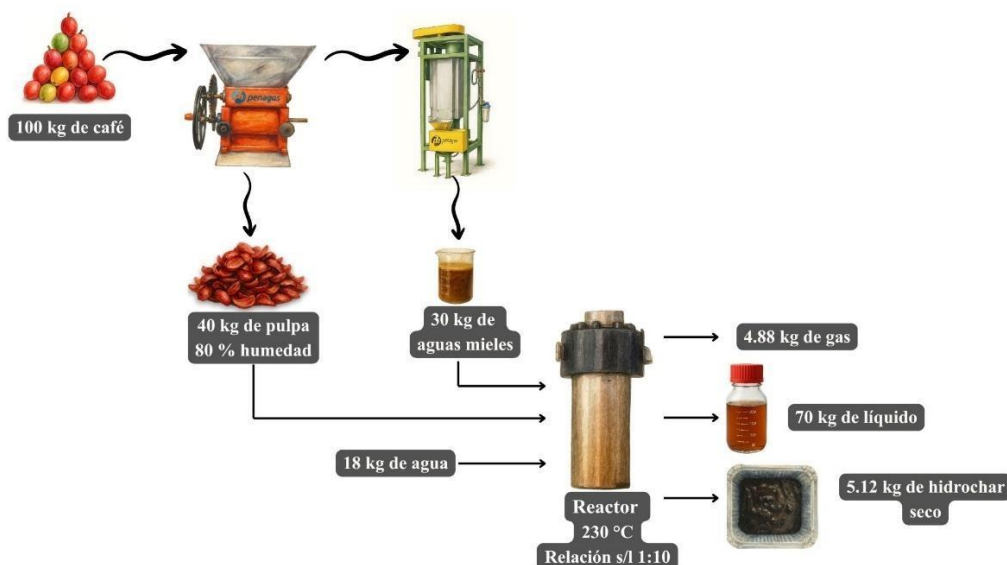
Como se observa en la tabla 13, el licor contiene minerales y nutrientes de interés para las plantas, sin embargo, sus concentraciones resultan insuficientes para cumplir con los requerimientos establecidos, por lo que no clasifica como un fertilizante ni acondicionador de suelos apto para ser comercializado. No obstante, debido a su abundancia sería pertinente evaluar su potencial como fuente alternativa de agua de riego en los cultivos, en este sentido Gómez et al., (2021), sugieren que este efluente se puede ser reutilizado en el riego de parques, jardines y en aplicaciones agrícolas, sin embargo, se requiere un acondicionamiento previo debido a su carácter ácido.

Finalmente, considerando el contexto presentado y las condiciones evaluadas, se plantea la siguiente correlación: una finca cafetera que procesa 100 kg/día de café genera aproximadamente

40 kg de pulpa con un contenido de humedad cercano al 80%, así como 30 kg/día de aguas mieles. Al someter estos residuos a un proceso de carbonización hidrotermal a 230°C y una relación sólido:líquido de 1:10 (requiriendo la adición de 18 kg de agua) es posible obtener 5.12 kg/día de hidrochar seco, tal como se muestra en la figura 10.

Figura 10

Estimación de la producción diaria de hidrochar



6. Conclusiones

La carbonización hidrotermal demostró ser una alternativa técnicamente viable para la valorización de la pulpa residual de café y las aguas mieles, permitiendo transformar estos subproductos en un material carbonoso con nutrientes esenciales para las plantas (nitrógeno, fósforo y potasio) y una alta capacidad de retención de humedad, debido a esto, el hidrochar puede considerarse como un fertilizante orgánico potencial o incluso como un componente para formulaciones de fertilizantes. Sin embargo, para su comercialización es necesario complementar su caracterización con análisis de metales pesados y pruebas agronómicas, verificando su eficacia en estos sistemas.

La temperatura del tratamiento se identificó como la variable con mayor influencia sobre las características físicas del hidrochar. A temperaturas intermedias (230°C) se observó un equilibrio entre la conservación estructural del sólido y la formación de una matriz carbonosa más definida, mientras que temperaturas más elevadas (260°C) favorecieron una mayor degradación de la pulpa, reflejado en la disminución del rendimiento del hidrochar. Esto sugieren modificaciones en propiedades como la porosidad, densidad y estabilidad estructural del material, las cuales son relevantes en aplicaciones como acondicionador de suelos o material adsorbente, lo que sugiere que el control de la temperatura durante el proceso permite modular el tipo de material obtenido para aplicaciones específicas.

La relación sólido:líquido regula la disponibilidad del medio de reacción durante la carbonización hidrotermal de la pulpa. Aunque, de forma individual no mostró un efecto estadísticamente significativo sobre el rendimiento del hidrochar, su interacción con el tipo de agua sí resulta significativa, lo cual indica que la composición del medio en conjunto con la dilución condiciona la transformación de la pulpa y las propiedades texturales del hidrochar.

Después de la temperatura, el tipo de agua empleada como medio de reacción muestra un efecto estadísticamente significativo sobre el proceso, tanto de forma individual como en interacción con la relación sólido:líquido. En particular, el uso de aguas mieles favoreció mayores rendimientos de hidrochar a mayores diluciones, mientras que el empleo de agua potable promovió el desarrollo de una mayor área superficial del sólido.

Referencias bibliográficas

- Afanasjeva, N., & Melo, H. A. (2023). *Efecto de la aplicación de biochar en la actividad microbiana en suelos: Revisión*. 21(2), 193-209.
- Asociación Española de café. (s. f.-a). *El Cafeto: La Planta del Café y el Viaje del Fruto al Grano*. <https://www.asociacioncafe.com/cafeto-fruto-y-grano/>
- Asociación Española de café. (s. f.-b). *Métodos principales del beneficiado del café*. <https://www.asociacioncafe.com/proceso-de-beneficiado-del-cafe/>
- Calle, H. (s. f.). *MÉTODOS DE EXTRACCIÓN DE LAS PECTINAS DEL CAFE*. CENICAFÉ. <https://biblioteca.cenicafe.org/bitstream/10778/751/3/arc013%2802%2969-74.pdf>
- Camacho, K., & Pinzón, M. (2024). *Estudio del efecto de la temperatura en la carbonización hidrotermal de la pulpa del café arábigo* [Tesis de Pregrado]. Distrital Francisco José de Caldas.
- Carvajal, E., & Oakley, S. (2023). Coffee pulp characterization and treatment as adsorbent material for heavy metal removal from landfill leachates. *15/10/2022*, 20, 8241-8260.
- Comité de Cafeteros de Antioquía. (2026, enero 27). *Producción cafetera cerró 2025 con 13,67 millones de sacos y confirma ajuste cíclico del sector*. Comité de Cafeteros de Antioquía. <https://fncantioquia.org/produccion-cafetera-cerro-2025-con-1367-millones-de-sacos-yconfirma-ajuste-ciclico-del-sector/>
- Fierro, N., Contreras, A., González, O., Rosas, E., & Morales, V. (2018, abril). *Caracterización química y nutrimental de la pulpa de café (Coffea arabica L.)*. 11(4), 9-13.
- FNC. (2025). *Informe de gestión 2024* [Oficial]. Federación Nacional de Cafeteros de Colombia. <https://doi.org/10.38141/10793>
- Gomez, M., García, D., Rodero, P., & Mira, A. (s. f.). *Carbonización hidrotermal de biomasa residual*. (14). https://intercambiom.org/wp-content/uploads/2021/12/PR_04_FICHA_Carbonizacion-hidrotermal-de-biomasa-residual.pdf
- ICONTEC. (2019). *NTC 1927: Fertilizantes y acondicionadores de suelos. Definiciones y clasificación*. <https://tienda.icontec.org/gp-fertilizantes-y-acondicionadores-de-suelosdefiniciones-y-clasificacion-ntc1927-2019.html>
- ICONTEC. (2022). *NTC 5167: Productos para la industria agrícola*.
- Kambo HS, D. A. (2014). *Strength, storage, and combustion characteristics of densified lignocellulosic biomass produced via torrefaction and hydrothermal carbonization*. 135. <https://doi.org/10.1016/j.apenergy.2014.08.094>
- Khalaf, N., Shi, W., Fenton, O., Kwapinski, W., & Leahy, J. (2023). *Hydrothermal carbonization (HTC) of dairy waste: Effect of temperature and initial acidity on the composition and quality of solid and liquid products*. <https://doi.org/10.12688>

- Los fertilizantes y su uso.* (1992). Asociación Internacional de la Industrial de los Fertilizantes. <https://openknowledge.fao.org/server/api/core/bitstreams/d81ae4cf-54e9-421d-8bacd36719b2eaf0/content>
- Lu, X., Pallechia, P. J., Flora, J. R. V., & Berge, N. D. (2013). *Influence of reaction time and temperature on product formation and characteristics associated with the hydrothermal carbonization of cellulose.* 138, 180-190.
- Muñoz, L. G. (2014). Ensayos sobre Economía Cafetera. 2014, (30), 5-6-11. PDF.
- Naciones Unidas. (s. f.). *Objetivos y metas de desarrollo sostenible.* Objetivos de desarrollo sostenible. <https://www.un.org/sustainabledevelopment/es/sustainable-developmentgoals/>
- Puerta, G. I. (2000, junio). *Beneficie correctamente su café y conserve la calidad de la bebida.* 3.
- Puerta, G. I. (2013). *Calidad del café. En Federación Nacional de Cafeteros de Colombia, Manual del cafetero colombiano: Investigación y tecnología para la sostenibilidad de la caficultura.* 3, 81-110.
- Remón, J., Ravaglio, F., Pedraza, L., Arcelus, P., Suelves, I., & Pinilla, J. (s. f.). Caffeinating the biofuels market: Effect of the processing conditions during the production of biofuels and high-value chemicals by hydrothermal treatment of residual coffee pulp. 03/04/2021. https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0959652621012270?pes=vor&utm_source=scopus&getft_integrator=scopus
- Rodríguez, N. (2023). *Aplicación de la bioeconomía circular en el proceso de beneficio de café con cero residuos.* PDF. <https://doi.org/1038141>
- Rodríguez, N., Zambrano, D., & Ramírez, C. (2013a). *Manejo y disposición de los subproductos y de las aguas residuales del beneficio del café.* 3, 111-136. PDF.
- Rodríguez, N., Zambrano, D., & Ramírez, C. (2013b). *Manejo y disposición de los subproductos y de las aguas residuales del beneficio del café.* 3.
- Tsigkou, K., Demissie, B., Hashim, S., Ghofrani-Isfahani, P., Thomas, R., Mapinga, K., Kassahun, S., & Angelidaki, I. (2025). Coffee processing waste: Unlocking opportunities for sustainable development. 17/12/2024, 210(115263). <https://doi.org/10.1016/j.rser.2024.115263>

Apéndice A

Protocolo de pruebas: Carbonización Hidrotermal de pulpa de Café

1. Se descongeló una de las bolsas que contenía pulpa de café, que fueron almacenadas en el congelador a -20°C (cada bolsa contenía aproximadamente 500 g de pulpa). Para descongelarla, se colocó la bolsa cerrada en un recipiente con agua a temperatura ambiente durante dos horas, asegurándose de que la pulpa no entrara en contacto directo con el agua. Una vez descongelada, se mantuvo la bolsa de pulpa en un recipiente con hielo hasta usarse completamente.
2. Se tomó un porta muestra y se dispuso en la termobalanza Precisa XM 60 HR, se taro su peso, luego, se colocó en el centro del porta muestra una muestra integral de la pulpa descongelada, 3 g aproximadamente, para determinar su contenido de humedad.
3. Una vez determinado el contenido de humedad de la pulpa, se realizaron los cálculos para determinar la cantidad de pulpa y agua o pulpa y aguas mieles, requeridas para garantizar la carga del reactor según lo requería el ensayo, de modo que la cantidad total de sólidos se fijó en 19,2 g.
4. Se tomó un vaso de precipitado, en el cual se pesó la cantidad de pulpa requerida para el ensayo, en una balanza analítica.
5. Pese la cantidad de agua que requiere para la prueba,

Para los experimentos con agua

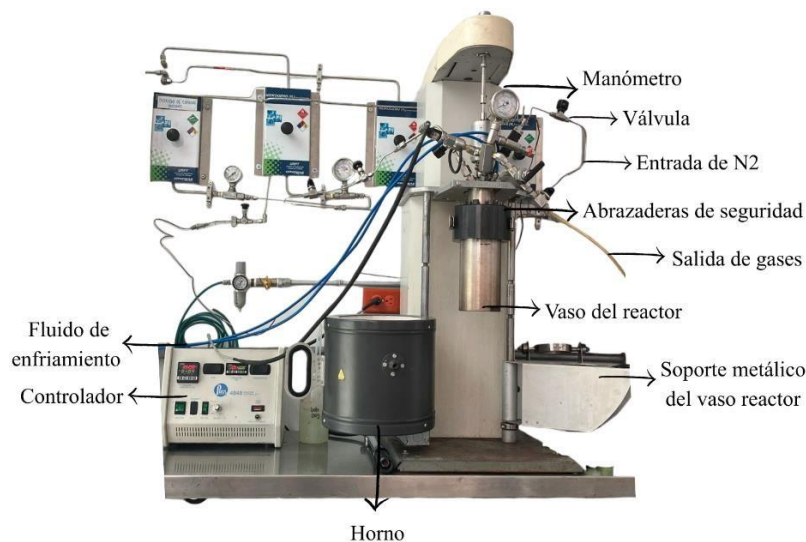
En un vaso de precipitado se tomó 250 mL de agua de la llave, de la cual 13 mL se introducen en un falcón y se congelaron para su posterior caracterización. Luego, del agua restante se tomó la cantidad de agua requerida para el ensayo.

Para los experimentos con aguas mieles

Se descongeló una de las bolsas que contenían las aguas mieles, que fueron almacenadas en el congelador a -20°C (cada bolsa contenía aproximadamente 250 mL). Para descongelarla, se sumergió la bolsa cerrada en un recipiente con agua a temperatura ambiente durante una hora. Una vez descongelada, se filtró con un colador metálico para eliminar impurezas, luego se tomó una muestra de 13 mL que se introdujeron en un falcón y se congelaron nuevamente para su posterior caracterización. Finalmente, del agua restante se tomó la cantidad de agua requerida para el ensayo.

Así, la cantidad de agua adicionada fue de 96 g (relación 1/5), 192 g (1/10) y 288 g (1/15).

6. Se registro el peso del vaso del reactor limpio, vacío y seco.
7. Con mucho cuidado se introdujo al vaso reactor la pulpa previamente pesada, luego con la cantidad de agua a adicionar se realizaron 3 lavados del vaso de precipitados que contenía la pulpa, con el fin de minimizar las pérdidas de masa.
8. Se pesó el vaso reactor con las materias primas y se registró su peso.
9. Se dispuso el vaso reactor en el soporte metálico del equipo, luego se introdujo un empaque nuevo de grafito entre el cabezal y el vaso del reactor para evitar fugas.
10. Se colocaron las abrazaderas de seguridad, los tornillos se ajustaron en cruz y se realizaron varias rondas de ajuste hasta que el equipo estuvo bien sellado.



11. Para la prueba de fugas, se realizó el cálculo de la presión de vapor del agua a la temperatura del ensayo; 200 PSI por encima de esa presión se realizó la prueba de fugas, hecho esto, se introduce el nitrógeno al reactor, hasta alcanzar la presión de la prueba según la temperatura de operación del ensayo, tal como se muestra en la siguiente tabla. Una vez se alcanzó la presión deseada, se cerraron todas las válvulas del reactor, pasados 20 min, se registró una caída de presión menor que 3 PSI, por lo tanto, puede continuar.

Tabla 1.

Condición de presión para realizar la prueba de fugas según la temperatura de operación.

Temperatura del ensayo [°C]	Presión de la prueba de fugas [PSI]
200	400
230	600
260	800

12. Mientras se llevo a cabo la prueba de fugas, se programó la rampa de calentamiento mediante 7 pasos con una velocidad de calentamiento de 2°C/min.
13. Una vez superada la prueba de fugas, se evacuó el gas inerte (N₂) mediante la apertura de la válvula de la salida de gases.
14. Una vez iniciada a correr la rampa de calentamiento se registró el tiempo en que empezó el ensayo y se registró cada 20 min la presión y la temperatura del sistema.
15. En cuanto se alcanzó la temperatura de operación para cada experimento (200°C, 230°C o 260°C) se contabilizó el tiempo de residencia correspondiente a dos horas.
16. Una vez finalizó el ensayo, se enfrió el sistema hasta alcanzar los 25°C.
17. Se procedió a despresurizar el reactor de los gases producidos durante el tratamiento de la pulpa.
18. Finalmente, para desmontar el vaso reactor, se introdujo el vaso entre el soporte metálico, se desajustaron los tornillos de las abrazaderas de seguridad, luego con cuidado se retiraron, después, con la ayuda de la perilla de ajuste, se desajustó el vaso cuidadosamente sin dañar el empaque de grafito que va entre el cabezal y el vaso reactor.
19. Se pesó el vaso reactor con los productos obtenidos después del tratamiento hidrotérmico de la pulpa.

20. Se realizó un pre-filtrado de los productos obtenidos con un colador metálico para retirar los sólidos de mayor tamaño.
21. Con ayuda de un embudo Buchner, un Erlenmeyer y un filtro de café se volvió a filtrar el licor obtenido (pre-filtrado), para retirar los sólidos de menor tamaño.
22. Se registro el peso de los productos obtenidos, el hidrochar húmedo (sólido) y el licor (producto líquido).
23. Se tomó una muestra de 4 g del hidrochar para el análisis de humedad.
24. El licor fue congelado en recipientes falcón para su posterior caracterización.
25. Para finalizar el ensayo, el hidrochar húmedo se distribuyó en una bandeja de aluminio, la cual fue llevada al horno a 105°C durante 48 horas para retirar la humedad, este hidrochar seco fue almacenado en bolsas herméticas dentro de un desecador hasta su caracterización final.

Apéndice B

Resultado de la caracterización estructural de la pulpa de café



Madrid, 28.07.2025

Biomass Analysis

Supplier: Dr. Carolina Rojas – Universidad Industrial de Santander (Colombia)

Biomass sample: coffee fruit pulp

Methodology: dried biomass was first milled to 2 mm. Before characterization of the structural components, sample was extracted using a Soxhlet system. Extracted samples were then subjected to a two-step acid hydrolysis (1) 72% H₂SO₄, 30 °C, 1 h; 2) 4% H₂SO₄, 120 °C, 1 h) using the Biomass Compositional Analysis Laboratory Procedures described by the National Renewable Energies Laboratory (NREL). All protocols are available at the following link:

<https://www.nrel.gov/bioenergy/biomass-compositional-analysis.html>

Results

The results of the composition analysis for the coffee fruit pulp date are summarized in Table 1 (n = 3).

Table 1. Compositional analysis of coffee fruit pulp

Extractives	22.4 ± 0.3
Sucrose	0.07 ± 0.02
Glucose	0.33 ± 0.02
Fructose	0.38 ± 0.04
Lactic acid	0.24 ± 0.01
Acetic acid	0.05 ± 0.01
Structural components	59.0 ± 1.0
Glucans	12.90 ± 0.70
Xylans	2.59 ± 0.07
Galactan	3.42 ± 0.01
Arabinan	5.86 ± 0.02
Mannan	1.73 ± 0.03
Acid insoluble lignin	19.63 ± 0.18
Acid soluble lignin	2.39 ± 0.07
Total ash	10.56 ± 0.1
Others ^a	10.56

^aOther components includes non-identified components solubilized during acid hydrolysis, including acetyl groups and pectins.

Apéndice C

Resultado de la caracterización del Hidrochar AM 5-T_200-R_1/10

	Laboratorio Químico de Consultas Industriales	Código: F-PA-03
	Post - Analítico (PA)	Versión: 02
	INFORME DE ENSAYO	Última modificación: 2024-09-18

INFORME DE ENSAYO INF 25-2124 Número de registro ICA: LB0000772022 Fecha de vencimiento del registro: 28 de Diciembre de 2032

Fecha de emisión	2025-12-05	Informe N.º	25-2124
Fecha de recepción	2025-11-26	Solicitud N.º	25-2124-2125

INFORMACIÓN SUMINISTRADA POR EL CLIENTE

Información de contacto del cliente			
Cliente	PENAGOS HERMANOS Y COMPAÑIA S.A.S	Contacto	Vivian Camila García Moreno
Dirección	KM 3 VÍA GUATIGUARÁ-FRENTE-TECNICOL	Teléfono	3208159980
Correo	vcgarciaph@gmail.com	NIT	890200686-1

Información del muestreo			
Fecha	2025-08-22	Tipo	Compuesta
Lugar	N.S.	Muestreo	Realizado por el Cliente
Punto	Santander, Bucaramanga, Parque Ténologico Guatigurá UIS.		

Identificación de la muestra	
Hidrochar	
FERTILIZANTE O ACONDICIONADOR SÓLIDO	

INFORMACIÓN DE ENSAYOS MUESTRA (25-2124)

Fecha inicial análisis	2025-12-01	Lugar de análisis	Edificio EDIC, Laboratorio 702
Fecha final análisis	2025-12-05		

Tabla 1. Resultados de ensayos			
Parámetro	Estado	Resultado	Unidades
Análisis Físicoquímico			
Nitrógeno Total	Método Kjeldahl, P-DA-46 Determinación nitrógeno total, amoniacal y nítrico	3,588	% N
Nitrógeno Nitrógeno	Método Kjeldahl, P-DA-46 Determinación nitrógeno total, amoniacal y nítrico	1,373	% N
Fósforo Total	Espectrofotométrico, P-DA-41 Determinación fósforo total	4,413	% P ₂ O ₅
Potasio Total	Absorción Atómica, P-DA-45 Determinación metales en abonos	5,660	% K ₂ O
Calcio Total	Absorción Atómica, P-DA-45 Determinación metales en abonos	1,151	% CaO
Magnesio Total	Absorción Atómica, P-DA-45 Determinación metales en abonos	0,472	% MgO
Azufre Total	Turbidimétrico, P-DA-45 Determinación metales en abonos	0,239	% S
Capacidad de retención de humedad	Gravimétrico, P-DA-39 Determinación capacidad de retención de agua, pH y conductividad eléctrica	111,01	%
pH (Pasta de saturación)	Potenciométrico, P-DA-39 Determinación capacidad de retención de agua, pH y conductividad eléctrica	4,985	Und. pH
Conductividad Eléctrica (1:100)	Conductivimétrico, P-DA-39 Determinación capacidad de retención de agua, pH y conductividad eléctrica	0,831	dS/m
Conductividad Eléctrica (1:200)	Conductivimétrico, P-DA-39 Determinación capacidad de retención de agua, pH y conductividad eléctrica	0,410	dS/m
Densidad	Gravimétrico, P-DA-36 Determinación densidad	0,3130	g/cm ³
Silicio Total	Gravimétrico, P-DA-47 Determinación silicio total y soluble	0,15	% SiO ₂
Sodio Total	Absorción Atómica, P-DA-45 Determinación metales en abonos	0,172	% Na
Carbono Orgánico Oxidable Total	Espectrofotométrico, P-DA-34 Determinación carbono orgánico oxidable total	30,09	% C
Humedad	Gravimétrico, P-DA-44 Determinación humedad	2,60	%
Cenizas	Gravimétrico, P-DA-35 Determinación cenizas y pérdidas por volatilización	7,02	%
Pérdidas por Volatilización	Gravimétrico, P-DA-35 Determinación cenizas y pérdidas por volatilización	90,39	%

¹ Temperatura de la lectura de pH y conductividad: **25.0 °C**


a) Cuando la información de muestreo es proporcionada por el cliente, no se realizará referencia alguna al plan y método de muestreo utilizado. Los resultados se aplican a la muestra como se recibió. b) Los resultados reportados en el presente informe están relacionados exclusivamente a los ítems que han sido sometidos a ensayo. c) Sin la aprobación del laboratorio no se debe reproducir el informe, excepto cuando se reproduce en su totalidad. d) El laboratorio no es responsable por la información identificada como suministrada por el cliente y su posible afectación en la validez de los resultados.


 Directora de laboratorio
 Qca. M.Sc. Luz Yolanda Vargas Fiallo
 MP PQ-1144
AUTORIZÓ

Fin del informe

Apéndice D

Resultado de la caracterización del Hidrochar AM 5-T_200-R_1/10

	Laboratorio Químico de Consultas Industriales	Código: F-PA-03
	Post - Analítico (PA)	Versión: 02
	INFORME DE ENSAYO	Última modificación: 2024-09-18

INFORME DE ENSAYO INF 25-2125 Número de registro ICA: LB0000772022 Fecha de vencimiento del registro: 28 de Diciembre de 2032

Fecha de emisión	2025-12-05	Informe N.º	25-2125
Fecha de recepción	2025-11-26	Solicitud N.º	25-2124-2125

INFORMACIÓN SUMINISTRADA POR EL CLIENTE

Información de contacto del cliente

Cliente	PENAGOS HERMANOS Y COMPAÑIA S.A.S	Contacto	Vivian Camila García Moreno
Dirección	KM 3 VIA GUATIGUARÁ-FRENTE-TECNICOL	Teléfono	3208159980
Correo	vkgarciaph@gmail.com	NIT	890200686-1

Información del muestreo

Fecha	2025-08-22	Tipo	Compuesta
Lugar	N.S.	Muestreo	Realizado por el Cliente
Punto	Santander, Bucaramanga, Parque Tecnológico Guatiguará UIS.		

Identificación de la muestra

P. Líquido
FERTILIZANTE O ACONDICIONADOR LÍQUIDO

INFORMACIÓN DE ENSAYOS MUESTRA (25-2125)

Fecha inicial análisis	2025-12-01	Lugar de análisis	Edificio EDIC, Laboratorio 702
Fecha final análisis	2025-12-05		

Tabla 1. Resultados de ensayos

Parámetro	Estado	Resultado	Unidades
Análisis Físicoquímico			
Nitrógeno Total	Método Kjeldahl, P-DA-46 Determinación nitrógeno total, amoniacal y nítrico	0,365	g N/L
Nitrógeno Nítrico	Método Kjeldahl, P-DA-46 Determinación nitrógeno total, amoniacal y nítrico	0,035	g N/L
Fósforo Soluble en agua	Espectrofotométrico, P-DA-41 Determinación fósforo total	3,454	g P ₂ O ₅ /L
Potasio Soluble en agua	Absorción Atómica, P-DA-45 Determinación metales en abonos	7,363	g K ₂ O/L
Calcio Soluble en agua	Absorción Atómica, P-DA-45 Determinación metales en abonos	0,561	g CaO/L
Magnesio Soluble en agua	Absorción Atómica, P-DA-45 Determinación metales en abonos	0,628	g MgO/L
Azufre Total	Turbidimétrico, P-DA-45 Determinación metales en abonos	0,121	g S/L
Azufre Soluble en agua	Turbidimétrico, P-DA-45 Determinación metales en abonos	0,082	g S/L
pH (1:10)	Potenciométrico, P-DA-39 Determinación capacidad de retención de agua, pH y conductividad eléctrica	4,729	Und. pH
Conductividad Eléctrica (1:100)	Conductivimétrico, P-DA-39 Determinación capacidad de retención de agua, pH y conductividad eléctrica	0,142	dS/m
Conductividad Eléctrica (1:200)	Conductivimétrico, P-DA-39 Determinación capacidad de retención de agua, pH y conductividad eléctrica	0,078	dS/m
Densidad	Gravimétrico, P-DA-36 Determinación densidad	1,0220	g/cm ³
Silicio Soluble en agua	Espectrofotométrico, P-DA-47 Determinación silicio total y soluble	0,002	g SiO ₂ /L
Sodio Soluble en agua	Absorción Atómica, P-DA-45 Determinación metales en abonos	0,006	g Na/L
Carbono Orgánico Oxidable Total	Espectrofotométrico, P-DA-34 Determinación carbono orgánico oxidable total	7,458	g C/L
Sólidos Insolubles en agua	Gravimétrico, P-DA-40 Determinación contenido de sólidos insolubles	0,300	g/L

¹ Temperatura de la lectura de pH y conductividad: **25.0 °C**

a) Cuando la información de muestreo es proporcionada por el cliente, no se realizará referencia alguna al plan y método de muestreo utilizado. Los resultados se aplican a la muestra como se recibió. b) Los resultados reportados en el presente informe están relacionados exclusivamente a los ítems que han sido sometidos a ensayo. c) Sin la aprobación del laboratorio no se debe reproducir el informe, excepto cuando se reproduce en su totalidad. d) El laboratorio no es responsable por la información identificada como suministrada por el cliente y su posible afectación en la validez de los resultados.


 Directora de laboratorio
 Qca. M.Sc. Luz Yolanda Vargas Fiallo
 MP PQ-1144
AUTORIZO

Fin del informe