



EDUCACIÓN
SECRETARÍA DE EDUCACIÓN PÚBLICA



TECNOLÓGICO
NACIONAL DE MÉXICO®



INSTITUTO TECNOLÓGICO DE TOLUCA

**“ACONDICIONAMIENTO Y PUESTA EN MARCHA DE UN REACTOR BATCH
PARA LA OBTENCIÓN DE AZÚCARES REDUCTORES”**

**QUE PARA OBTENER EL GRADO DE MAESTRO
EN CIENCIAS EN INGENIERÍA AMBIENTAL**

**PRESENTA:
ROBERTO GONZAGA PÉREZ
No. CONTROL:
MM22281240**

**DIRECTORA DE TESIS:
DRA. MARÍA DEL CARMEN CARREÑO DE LEÓN (ITTOL)**

**CO-DIRECTOR DE TESIS:
DR. JULIO CESAR GOMORA HÉRNANDEZ (TEST)**

METEPEC, ESTADO DE MÉXICO, AGOSTO DE 2024



Metepec, Edo. de México, 14/agosto/2024

**DR. FRANCISCO JAVIER ILLESCAS MARTINEZ
ENCARGADO DE LA JEFATURA DE LA DIVISIÓN
DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN
P R E S E N T E**

Por este medio comunicamos a usted que la comisión Revisora designada para analizar la tesis denominada "ACONDICIONAMIENTO Y PUESTA EN MARCHA DE UN REACTOR BATCH PARA LA OBTENCION DE AZÚCARES REDUCTORES", que como parte de los requisitos para obtener el grado académico de Maestro en Ciencias en Ingeniería Ambiental presenta el C. ROBERTO GONZAGA PÉREZ con número de control M22281240 para sustentar el acto de Recepción Profesional, ha dictaminado que dicho trabajo reúne las características de contenido y calidad para proceder a la impresión del mismo.

ATENTAMENTE

**Dra. MARÍA DEL CARMEN CARREÑO DE
LEÓN
DIRECTORA DE TESIS**

**Dr. JULIO CÉSAR GÓMORA HERNÁNDEZ
CODIRECTOR DE TESIS**

**Dr. FREDY CUELLAR ROBLES
REVISOR DE TESIS**

**Dr. NICOLÁS FLORES ALAMO
REVISOR DE TESIS**

ccp. Archivo
EAH



Av. Tecnológico s/n. Col. Agrícola Bellavista, Metepec, Edo. de México, C.P. 52280 Toluca.
Dirección: 7222087205, Subd. Académica: 7222087207, Subd. de Planeación: 7222087206, Subd.
Administrativa: 7222087208



2024
**Felipe Carrillo
PUERTO**
SECRETARÍA DE EDUCACIÓN
NACIONAL Y DEPARTAMENTO
ED. MATEO



EDUCACIÓN
SECRETARÍA DE EDUCACIÓN PÚBLICA



TECNOLÓGICO
NACIONAL DE MÉXICO

Instituto Tecnológico de Toluca
División de Estudios de Posgrado e Investigación

Metepec, Edo. de México, 29/agosto/2024
DEPI-3200- 297/2024

ROBERTO GONZAGA PÉREZ
CANDIDATO AL GRADO DE MAESTRO EN
CIENCIAS EN INGENIERÍA AMBIENTAL
PRESENTE

De acuerdo con los Lineamientos para la Operación de los Estudios de Posgrado en el Tecnológico Nacional de México y las disposiciones en este Instituto, habiendo cumplido con todas las indicaciones que la Comisión Revisora realizó con respecto a su Trabajo de Tesis titulado **"ACONDICIONAMIENTO Y PUESTA EN MARCHA DE UN REACTOR BATCH PARA LA OBTENCIÓN DE AZÚCARES REDUCTORES"**, la División de Estudios de Posgrado e Investigación de este Instituto, concede la Autorización para que proceda al envío del trabajo final vía correo institucional.

Sin más por el momento, quedo de usted.

ATENTAMENTE

*Excelencia en Educación Tecnológica**
"Educación, integridad y ciencia"

FRANCISCO JAVIER ILLESCAS MARTÍNEZ
ENCARGADO DE LA JEFATURA DE LA DIVISIÓN
DE ESTUDIOS DE POSGRADO
E INVESTIGACIÓN



ccp. Archivo
FJIM/EAH



Av. Tecnológico S/N, Col. Agrícola Bellavista, Metepec, Edo. de México, C.P. 52149 Tels. Dirección:
7222087205, Subd. Académica: 7222087207, Subd. de Planeación: 7222087206, Subd. Administrativa:
7222087208, Conmut: 7222087200, e-mail: info@toluca.tecnm.mx tecnm.mx | toluca.tecnm.mx



2024
Felipe Carrillo
PUERTO
PRESIDENTE DEL PUEBLO
REVOLUCIONARIO Y JUSTICIA
1930-1940

Metepec, Estado de México a 27 de Agosto del 2024

DR. FRANCISCO JAVIER ILLESCAS MARTÍNEZ
JEFE DE LA DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO
E INVESTIGACIÓN

PRESENTE

Anteponiendo un cordial saludo, los abajo firmantes **DAMOS FE** que el archivo Tesis_Roberto_Gonzaga_Pérez.PDF es la versión final de la Tesis de la C. Roberto Gonzaga Pérez con número de control: MM22281240 que desarrolló como proyecto de investigación en la Maestría en Ciencias en Ingeniería Ambiental.

Quedo atento a cualquier comentario.



Dr. María del Carmen Carreño de León
Directora de Tesis



Dr. Julio César Gómora Hernández
Co-Director de Tesis



Roberto Gonzaga Pérez
Tesisista

Índice

Introducción.....	1
1. Fundamentos.....	3
1.1. Residuos.....	3
1.1.1. Residuos de manejo especial.....	3
1.2. Biomasa y celulosa.....	4
1.2.1. Biomasa según el origen.....	5
1.2.2. Biomasa según la composición.....	6
1.3. Celulosa.....	6
1.3.1. Lignina.....	7
1.3.2. Hemicelulósas.....	7
1.4. Piña.....	8
1.5. Hidrólisis.....	9
1.5.1. Hidrólisis ácida.....	9
1.6. Pretratamiento.....	10
1.6.1. Pretratamiento físico.....	11
1.6.2. Pretratamiento químico.....	12
1.7. Reactor.....	12
1.7.1. Clasificación de los reactores	13
1.7.1.1. Reactor discontinuo o batch.....	14
1.7.1.2. Reactores continuos.....	14
1.8. Agitadores.....	15
1.9. Placas deflectoras.....	17
1.10. Tanques agitados.....	17
1.10.1. Diseño estándar de un tanque con agitación.....	19
1.11. Simulación de procesos.....	19
1.12. Elemento finito.....	20
2. Método.....	22
2.1. Acondicionamiento del residuo lignocelulósico.....	22
2.2. Caracterización de la materia prima.....	23

2.2.1.	Determinación de humedad.....	23
2.2.2.	Determinación de extraíbles.....	23
2.2.3.	Determinación de lignina.....	24
2.2.3.1.	Lignina insoluble en ácido.....	24
2.2.3.2.	Lignina soluble en ácido.....	25
2.2.4.	Determinación de holocelulosa.....	26
2.2.5.	Determinación de celulosa y hemicelulosa.....	26
2.3.	Modificación del reactor.....	27
2.3.1.	Evaluación del reactor.....	27
2.3.2.	Simulación.....	27
2.3.3.	Modificación del reactor.....	28
2.4.	Pruebas preoperatorias.....	28
2.4.1.	Pruebas de volumen.....	29
2.4.2.	Pruebas de calentamiento y presión.....	29
2.4.3.	Pruebas de agitación.....	29
2.5.	Reacción de hidrólisis.....	29
2.6.	Determinación de condiciones de operación.....	30
3.	Resultados.....	31
3.1.	Acondicionamiento del residuo lignocelulósico.....	31
3.2.	Caracterización del material	32
3.3.	Modificación del reactor.....	32
3.3.1.	Evaluación del reactor.....	33
3.3.2.	Simulación.....	34
3.3.3.	Diseño.....	37
3.3.4.	Modificación.....	39
3.4.	Pruebas preoperatorias.....	41
3.4.1.	Prueba de volumen.....	42
3.4.2.	Pruebas de calentamiento y presión.....	42
3.4.3.	Prueba de agitación.....	45
3.5.	Reacción de hidrólisis.....	45
3.6.	Determinación de condiciones de operación.....	48

Conclusiones.....	48
Referencias.....	49

Índice de figuras

Figura 1.1. Clasificación de biomasa.....	5
Figura 1.2. Clasificación de los reactores.....	13
Figura 1.3. Agitadores para líquidos de viscosidad moderada.....	16
Figura 1.4. Formación de vórtices en tanques.....	17
Figura 1.5. Tanque típico de agitación.....	18
Figura 1.6. Dimensionamiento de un reactor.....	19
Figura 1.7. Figura mallada con triángulos.....	21
Figura 2.1. Diagrama del método.....	22
Figura 3.1. Acondicionamiento de la materia prima.....	31
Figura 3.2. Cuerpo del reactor modelado en SOLIDWORKS.....	34
Figura 3.3. Modelado del agitador de doble pala.....	35
Figura 3.4. Simulación de la agitación en el reactor.....	36
Figura 3.5. Reactor original.....	37
Figura 3.6. Diseño de la resistencia en forma de lápiz.....	38
Figura 3.7. Diseño de la modificación del reactor en la base.....	38
Figura 3.8. Diseño en AutoCAD de la modificación de la tapa.....	39
Figura 3.9. Diseño en AutoCAD de la base del reactor.....	39
Figura 3.10. Diseño de la resistencia en AutoCAD.....	40
Figura 3.11. Tapa del reactor modificada.....	40
Figura 3.12. Agitador de dos palas fabricado en acero inoxidable.....	40

Figura 3.13. Montaje de reactor.....	41
Figura 3.14. Controlador de temperatura.....	42
Figura 3.15. Diagrama de circuito para la conexión de accesorios.....	43
Figura 3.16. Grafico del comportamiento de temperatura en el experimento 1.....	43
Figura 3.17. Segundo experimento con precalentamiento del reactor.....	45
Figura 3.18. Producción de azúcares reductores en ácido nítrico a 110 °C.....	46

Índice de tablas

Tabla 1.1. Ventajas y desventajas de los tipos de reactores.....	15
Tabla 3.1. Porcentaje de agua removido de las coronas de piña.....	31
Tabla 3.2. Caracterización del material.....	32
Tabla 3.3. Porcentaje de composición de lignina, celulosa, y hemicelulosa.....	32
Tabla 3.4. Análisis de ventajas y desventajas del diseño del reactor.....	33
Tabla 3.5. Dimensionamiento de la flecha de dos palas.....	35
Tabla 3.6. Determinación de densidad y viscosidad de la mezcla.....	36
Tabla 3.7. Experimentación del nivel de volumen de agua del reactor.....	42
Tabla 3.8. Parámetros científicos de la reacción de hidrólisis de la coronilla.....	46

RESUMEN

La piña *Ananas comosus L.*, es un alimento que genera una gran cantidad de residuos durante su cosecha, en especial la corona que está conformada por hojas que tienen como principales componentes la celulosa, hemicelulosa y lignina, las cuales se pueden utilizar como sustrato orgánico para la reacción de hidrólisis con ácido fosfórico (H_3PO_4) en un reactor de acero inoxidable tipo batch tomando en cuenta la optimización de las condiciones de operación iniciales en la producción de azúcares reductores a escala piloto mediante el acondicionamiento de las hojas de la corona de piña.

En el presente trabajo la coronilla de piña que es un residuo generado en grandes cantidades, fue recolectada en mercados locales para someterlo a la reacción de hidrólisis ácida lavando el material con agua des ionizada para la eliminación de contaminantes y el deshidratado en estufa para la reducción de humedad.

La caracterización de la coronilla mostró un valor superior al 60 % de holocelulosa demostrando que el material es apto para someterse a la reacción de hidrólisis ácida.

Se evaluó el diseño del reactor mediante una tabla comparativa y una simulación en software LS-DYNA V971_R8, por el método elemento finito para justificar la modificación del agitador y la resistencia siguiendo las relaciones de Mc Cabe, alcanzando una temperatura de 110 °C en 25 min a 250 RPM y 6 PSI de presión.

La reacción de hidrólisis ácida obtuvo un máximo rendimiento de azúcares reductores de 45.50 g / 100 g de material en un tiempo de 140 min utilizando para la reacción 1.8 L de la mezcla de ácido nítrico al 1M y sustrato a una concentración de 1 g / 20 mL de ácido a 250 RPM.

ABSTRACT

The pineapple *Ananas comosus* L. as food generates a large amount of waste after harvesting, been crown one of the most abundant, this is composed by leaves whose main constituents are cellulose, hemicellulose and lignin, which can be used as organic substrate for phosphoric acid (H_3PO_4) hydrolysis in batch stainless steel reactor for the production of reducing sugars on a pilot scale by conditioning the leaves of the pineapple crown and optimizing the operating variables of the reactor. Taking into account the optimization of the initial operating conditions in the production of reducing sugars on a pilot scale through the conditioning of the pineapple crown's leaves.

In this work, pineapple's crown as an abundant waste was collected in local markets to be used in acid hydrolysis reaction, before that crowns were washed to remove pollutants and dried in an oven to reduce moisture.

Characterization of the crown shows a holocellulose percentage higher than 60% demonstrating that this material is suitable to perform acid hydrolysis reaction.

The reactor design was evaluated using a comparative table and a simulation in LS-DYNA V971_R8 software, using the finite element method to justify the modification of the stirrer and resistance following Mc Cabe's relations, reaching a temperature of 110 °C in 25 min at 250 RPM and 6 PSI pressure.

The maximum reducing sugars yield was 45.50 g / 100 g of crown after 140 min, 250 rpm and using 1.8 L of 1M phosphoric acid solution and substrate; 1 g / 20 mL as solid-liquid ratio.

INTRODUCCIÓN

En los últimos años la contaminación ambiental se ha convertido en un tema de gran importancia. El suelo es afectado por los residuos sólidos tales como los residuos orgánicos, que debido a su naturaleza presenta una oportunidad de aprovechamiento para generar un valor agregado de estos residuos y mejorar la economía de las industrias.

El desarrollo de tecnología en materia energía renovable va en aumento, a finales del año 2013 en México se aprobó la nueva reforma energética, en la que se plantea como objetivo promover la producción de insumos bioenergéticos a partir de las actividades del campo mexicano, así como desarrollar, comercializar y utilizar correctamente los recursos bioenergéticos sin poner en peligro la seguridad alimentaria del país.

La piña es un fruto tropical con un alto valor en el mercado mexicano, se estima que para 2024 la producción anual será de un millón 23 mil toneladas (SAGARPA, 2017). El aumento de la producción de piña está vinculado a la generación masiva de residuos. Durante su cosecha se generan grandes cantidades de rastrojo (raíces, tallos y hojas), biomasa que actualmente es infrautilizada y/o tratada como desperdicio (Quintero *et al.*, 2022).

Se han desarrollado diversas investigaciones dirigidas al aprovechamiento de residuos lignocelulósicos. La biomasa lignocelulósica es constituida por celulosa, hemicelulosa y lignina, que puede emplearse para la producción de bioetanol (Laverde *et al.*, 2019). Sin embargo, los residuos lignocelulósicos necesitan etapas adicionales de pretratamiento e hidrólisis para la obtención de los carbohidratos simples.

La hidrólisis ácida es una reacción química en la biomasa lignocelulósica permite obtener azúcares fermentables que pueden fermentar para la producción de etanol. Esto da la oportunidad de obtener una fuente de energía renovable a partir de un residuo agrícola (Sigüencia *et al.*, 2018).

La reacción de hidrólisis se efectúa en un reactor químico, que es una unidad procesadora diseñada para llevar a cabo reacciones químicas. Esta unidad es constituida por un

recipiente cerrado, con líneas de entrada y salida, permitiendo asegurar el tipo y tiempo de contacto permitiendo condiciones de presión y temperatura (Rolón *et al.*, 2019).

El proceso de hidrólisis presenta sensibilidad paramétrica en las condiciones y en el modo de operación. Se busca determinar las condiciones de operación que llevan a dificultades en el desempeño del proceso: problemas de selectividad y rendimiento, daño de los equipos, cambios en la temperatura y presión, que hacen que el sistema exceda los límites de operación segura (Gaviria *et al.*, 2016).

El objetivo general de este estudio es establecer las condiciones de operación de un reactor batch a escala piloto para la producción de azúcares reductores mediante hidrólisis ácida de la coronilla de piña, implementando una simulación que ayude a obtener una imitación aproximada de la operación de un proceso o sistema basado en una técnica de práctica y aprendizaje. Los objetivos específicos fueron: realizar un pretratamiento físico para mejorar el acceso a la celulosa, caracterizar la coronilla para conocer su contenido de holocelulosa y lignina, realizar pruebas preoperatorias del reactor batch, realizar simulaciones de elemento finito para determinar las mejores condiciones de agitación, obtener azúcares reductores mediante la reacción de hidrólisis ácida utilizando ácido fosfórico (2 M) a 95 °C y determinar las condiciones de operación del reactor batch.

1. FUNDAMENTOS

1.1 Residuos

El incremento de la industria que se ha presentado en México durante los años ha producido una mayor demanda en las materias primas para saldar el creciente consumo de los bienes y servicios de la población. Al mismo tiempo ha creció la generación de residuos de distintos tipos presentando uno de los mayores desafíos de la actualidad por la afectación al medio ambiente, además de los problemas relacionados con su correcta disposición, así como las afectaciones a la salud humana y a los ecosistemas (SEMARNAT, 2012).

Los residuos se definen como aquellos materiales o productos cuyo propietario o poseedor desecha y que se encuentran en estado sólido o semisólido, líquido o gaseoso según la Ley General para la Prevención y Gestión Integral de los Residuos (LGPGIR), además que se contienen en recipientes o depósitos y que pueden sujetarse a tratamiento o disposición final (DOF, 2003).

Los residuos de acuerdo con sus características pueden clasificarse en categorías basadas en su naturaleza y características como residuos sólidos urbanos (RSU) o residuos de manejo especial.

1.1.1 Residuos de manejo especial

Los residuos de manejo especial (RME) se definen como aquellos residuos generados en los procesos productivos que no presentan las características necesarias para considerarse residuos sólidos urbanos, peligrosos, o que son producidos por grandes generadores de residuos sólidos urbanos.

Los residuos de manejo especial se clasifican de la siguiente forma (Ley General para la Prevención y Gestión Integral de Residuos, 2003):

- a) Residuos de rocas o productos de su descomposición.
- b) Residuos de servicios de salud, excepto los biológico-infecciosos.

- c) Residuos generados por actividades pesqueras, agrícolas, silvícolas, forestales, avícolas y ganaderas.
- d) Residuos del servicio de transporte y generados en las actividades que se realizan en puertos, aeropuertos, terminales ferroviarias y portuarias y en aduanas.
- e) Residuos cosméticos no peligrosos y residuos de alimentos caducados generados por establecimientos comerciales, de servicios o industriales.
- f) Residuos del tratamiento de aguas residuales.
- g) Residuos de tiendas departamentales o centros comerciales generados en grandes volúmenes.
- h) Residuos de la construcción, mantenimiento y demolición.
- i) Residuos tecnológicos de las industrias de la informática, productos electrónicos o de vehículos automotores.
- j) Neumáticos usados, muebles, enseres domésticos usados en gran volumen, envases plásticos y materiales de lenta degradación.
- k) Residuos de laboratorios industriales, químicos, biológicos, producción o de investigación.
- l) Otros que determine el instituto estatal de ecología y desarrollo sustentable (IEEDS) de común acuerdo con los municipios y/o con la secretaria del medio ambiente y recursos naturales (SEMARNAT).

1.2 Biomasa y celulosa

La biomasa se considera como un recurso renovable derivado de la materia orgánica que presenta una oportunidad como recurso para la búsqueda de soluciones sostenibles para los problemas energéticos y ambientales.

La directiva europea de energías renovables (2009) define la biomasa como la fracción biodegradable de los productos, desechos y residuos de origen biológico procedentes de actividades agrarias (origen vegetal u origen animal), de la silvicultura y de las industrias conexas, incluidas la pesca y la acuicultura, así como la fracción biológica degradable de los residuos industriales y municipales.

El potencial de la biomasa se basa en su potencial para producir biocombustibles y productos químicos que ofrecen una alternativa viable para los combustibles convencionales.

La biomasa presenta una variedad de formas y composiciones con características únicas que determinan su uso y aplicación, clasificándolas como se muestra en la Figura 1.1.

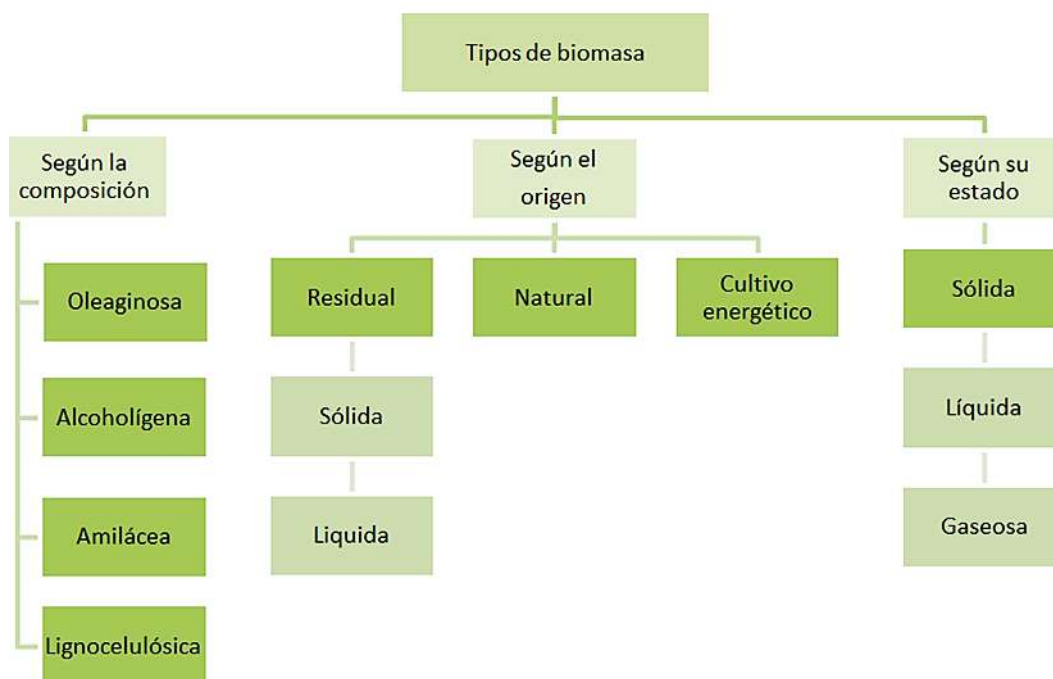


Figura 1.1. Clasificación de biomasa (Peso *et al.*, 2012).

1.2.1 Biomasa según su origen

La biomasa que se clasifica por su origen abarca diferentes materiales orgánicos, consiste en la biomasa que procede de los residuos generados por el desarrollo de diferentes actividades humanas y los vertidos denominados biodegradables. Se clasifican en secos y húmedos, o en sólidos y líquidos, y entre ellos pueden citarse:

- Biomasa residual: Residuos de actividades agrícolas, forestales y de jardinería
- Biomasa natural: Residuos de industrias agrícolas y forestales
- Biomasa de cultivo energético: Plantas cultivadas para el uso como biomasa para el sector energético.

1.2.2 Biomasa según la composición

La clasificación de la biomasa de acuerdo con su composición se basa en los componentes que la conforman, se denominan materiales lignocelulósicos (MLCs) a los distintos tipos de biomasa de origen vegetal que comparten la característica de estar compuestos por polisacáridos (celulosa y hemicelulosa) y lignina (polímero de naturaleza fenólica).

La composición y propiedades de los MLCs los hacen aptos para ser empleados como materias primas en multitud de procesos. Su carácter renovable, abundancia y bajo costo aumentan el interés de su utilización a nivel industrial y fundamentan el interés de los estudios que desarrollan sus aplicaciones potenciales. Sus fuentes son los bosques, cultivos agrícolas, residuos de cosechas y otros residuos industriales como residuos de la industria de la madera, residuos de la industria del papel y el papel reciclado (Rivas, 2014).

Podemos clasificar los principales tipos de biomasa según su composición como:

- a) Biomasa lignocelulósica: Biomasa compuesta por lignina, celulosa y hemicelulosa, como la madera, residuos forestales, paja y residuos agrícolas.
- b) Biomasa almidonosa: Biomasa que contiene almidón, como el maíz, trigo, tubérculos y cereales.
- c) Biomasa oleaginosa: Biomasa que contiene lípidos y aceites, como la soja, el girasol y palma.
- d) Biomasa proteica: Biomasa compuesta por proteínas, como residuos de la industria alimentaria.
- e) Biomasa residual: Biomasa de residuos orgánicos de diversas industrias.

1.3 Celulosa

La celulosa es un polímero natural que tiene como estructura base los enlaces 1,4- β glucosídicos. Tiene una estructura semicristalina que puede variar dependiendo del tipo de fuente de la cual es aislada, constituye entre el 25 y 40 % del peso seco. Igualmente es

posible obtener múltiples tipos de morfologías, estructuras supramoleculares, relaciones de aspecto y por ende propiedades físicas y mecánicas muy variadas.

La presencia de grupos OH le permite reaccionar como un alcohol, éster o éter. Esto permite ampliar las modificaciones químicas posibles y de derivados que sean empleados por la industria energética, alimenticia o textil (Gañan *et al.*, 2017).

1.3.1 Lignina

La lignina es un polímero ramificado y aromático, se forma mediante la extracción definitiva de agua de los azúcares. Los polímeros de la lignina se tratan de estructuras transconectadas, se caracteriza por ser un complejo del grupo aromático que contiene muchos polímeros estructurales.

El contenido de lignina en la biomasa varía del 10 al 30 % en peso dependiendo de la especie vegetal después de la celulosa y la hemicelulosa, es el tercer más abundante en la tierra, se encuentra principalmente en la capa media de la pared celular y junto con la hemicelulosa forma una matriz que rodea las microfibras de celulosa. .

Posee una composición química complicada, pero de forma muy básica se pueden distinguir tres tipos de unidades que se repiten en su estructura ramificada y amorfa, estas unidades son la unidad H, la cual procede del alcohol-cumárico, la unidad G que parte del alcohol coniferpílico y la unidad S que nace del alcohol sináplico.

1.3.2 Hemicelulosa

Las hemicelulósas son un grupo de heteropolisacáridos constituidos por cadenas cortas y ramificadas de azúcares, entre los que destacan pentosas (generalmente D-xilosa y L-arabinosa), hexosas (como D-galactosa, D-glucosa y D-manosa), así como ácidos urónicos (ácido glucurónico, 4-O-metilgalacturónico y galacturónico) y desoxihexosas (ramnosa y fucosa).

La estructura ramificada de las hemicelulosas determina su carácter amorfo y la facilidad con que ocurren las reacciones de hidrólisis de los polímeros para dar lugar a los azúcares constituyentes. La hemicelulosa es más fácil de solubilizar e hidrolizar que la celulosa, ya que dentro de la pared celular las hemicelulosas funcionan como interface entre la celulosa y la lignina, a través de los puentes de hidrógeno entre los grupos $-CH_2OH$ de las cadenas de celulosa y los oxígenos glicosídicos de las hemicelulosas (Rivas, 2014).

1.4 Piña

Ananas Comosus L. como nombre científico de la piña, es un fruto ovalado grueso que mide 30 cm de alto y 15 cm de diámetro en promedio. Su pulpa comestible está rodeada de brácteas verdes que pasan a anaranjadas al madurar, formando la piel del fruto. En el extremo superior las brácteas se transforman en una corona de hojas. Su pulpa, amarilla o blanca, es carnosa, aromática, jugosa y dulce. En su interior hay un tronco fibroso duro que va desde la corona al pedículo.

La planta es una hierba perenne que crece de 1 a 1.5 m de alto, cuando se va a producir la fruta, se generan alrededor de 200 flores, cuyos frutos se combinan para formar la piña. Cada planta tiene de 70 a 80 hojas, que son una especie de vainas o láminas dispuestas en espiral, por lo general en capas. Algunas variedades presentan espinas en las orillas de las hojas. Sus flores poseen escamas foliares que retienen el agua, el embrión de la planta tiene una sola hoja o cotiledón.

En México la producción de la piña es una actividad de gran relevancia, se estima que para 2024 la producción anual será de un millón 23 mil toneladas (SAGARPA, 2017). El aumento de la producción de piña para el consumo del producto fresco genera grandes cantidades de residuos que generalmente son descargados al medioambiente sin obtener ningún producto de valor agregado ni un tratamiento adecuado, produciendo graves impactos ambientales. Al ser una planta perenne y cultivada principalmente por su fruta, durante la cosecha se generan grandes cantidades de residuos, denominados rastrojo (raíces, tallos y hojas). Mundialmente se generan hasta 76 millones de toneladas de rastrojo de la piña al año, lo que se deduce en aproximadamente 250 toneladas por hectárea, biomasa que actualmente es infrautilizada y/o tratada como desperdicio (Quintero *et al.*, 2022).

Las hojas de la piña presentan una oportunidad para la producción de azúcares reductores ya que sus hojas contienen celulosa, hemicelulosa y lignina. Principalmente las hojas de la piña están compuestas por fibras de celulosa, alcanzando aproximadamente un contenido del 40 % (SAGARPA, 2017).

1.5 Hidrólisis

La hidrólisis en biomasa es un proceso clave en la conversión de materiales lignocelulósicos en azúcares fermentables, el concepto de hidrólisis en química orgánica se refiere al rompimiento de un enlace por la incorporación de uno de los iones del agua (Flores *et al.* 2008).

El proceso de hidrólisis consiste en romper los enlaces glucosídicos de los polisacáridos celulosa y hemicelulosa en azúcares simples como glucosa y xilosa que se utilizarán como sustratos para la fermentación posterior. La celulosa se hidroliza en monosacárido de D-glucosa, y la hemicelulosa se hidroliza en pentosa y hexosa (Hernández *et al.*, 2017).

El proceso de hidrólisis es capaz de realizarse en condiciones de pH y temperaturas bajas para disminuir la formación de compuestos indeseables (Almeida, 2018).

Dada la composición del material lignocelulósico puede afectar el grado de polimerización por diversos factores como el contenido de humedad, la superficie de contacto y el contenido de lignina para lograr la hidrólisis de la biomasa lignocelulósica (Ortiz, 2011).

1.5.1. Hidrólisis ácida

La hidrólisis en biomasa es una reacción química de suma importancia en la conversión de materiales lignocelulósicos en azúcares fermentables, este método de hidrólisis utiliza ácidos fuertes para descomponer la estructura compleja de la biomasa, liberando componentes más simples, la reacción de hidrólisis puede llevarse a cabo con ácidos como el ácido sulfúrico,

clorhídrico y fosfórico (H_2SO_4 , HCl o H_3PO_4). La hidrólisis catalizada con ácidos diluidos tiene la ventaja de utilizar pocas cantidades de catalizador, minimizando problemas de corrosión en los equipos (Rivas, 2014).

Los factores que afectan a la hidrólisis incluyen la materia prima y condiciones de reacción como temperatura, pH, presión y otros parámetros, tomando como los más importantes los siguientes (Rodríguez *et al.*, 2013):

- a) Materia prima: Es uno de los principales factores que afectan el rendimiento y la tasa inicial de hidrólisis de celulosa, el aumento de la concentración de materia prima aumenta el rendimiento y la velocidad de hidrólisis, sin embargo, altas concentraciones pueden causar inhibición afectando en el rendimiento.
- b) Celulosa: La dosis utilizada de celulosa puede mejorar el rendimiento y la velocidad de hidrólisis, pero aumenta el costo del proceso.
- c) Temperatura: Con el aumento de la temperatura aumenta la degradación de la glucosa y subproductos afectando en el rendimiento de la reacción.
- d) pH: El pH puede generar subproductos indeseables.
- e) Presión: La presión puede causar que la sustancia acuosa alcance mayores temperaturas donde se generen subproductos.

En la hidrólisis de la celulosa catalizada por ácidos concentrados se destruye la estructura cristalina por la rotura de los puentes de hidrógeno existentes entre las moléculas que conforman el polímero. Una de las ventajas de este modo de operar es que la despolimerización se realiza en un tiempo corto a temperaturas moderadas, minimizándose las reacciones de degradación en comparación con la de los ácidos diluidos (Rivas, 2014).

1.6. Pretratamiento

El pretratamiento es una etapa crítica en los procesos ya que reduce la complejidad de los materiales para facilitar su manipulación, se puede definir como la etapa del proceso en que se realizan todas aquellas operaciones para convertir la materia prima en una forma más adecuada para el proceso, comprendiendo todas las transformaciones que se realizan desde que se obtiene el material hasta que se llega a la etapa de proceso.

Para alcanzar el máximo rendimiento en la etapa de producción y eliminar cualquier sustancia no deseada el pretratamiento puede variar, pero las características principales que debe cumplir son las siguientes:

- a) Aumentar el área superficial del material.
- b) Eliminar las interferencias de sustancias que dificulten las etapas del proceso.
- c) Obtener el material en una concentración adecuada.
- d) Empleo de reactivos económicos y reutilizables.
- e) Consumo energético bajo.

Por su naturaleza, los pretratamientos se pueden dividir en dos grupos: físicos y químicos.

1.6.1. Pretratamiento físico

El pretratamiento físico consiste en modificar las condiciones físicas de los materiales con la finalidad de mejorar el proceso, tienen como objetivo reducir el tamaño de las partículas, disminuyendo el grado de polimerización de la celulosa, incrementando el área accesible para la hidrólisis y aumentar el área superficial.

Podemos encontrar los siguientes pretratamientos físicos (Harris, 2012):

- a) Secado: En esta etapa se elimina la mayor cantidad posible de agua, normalmente con aire caliente, Lo que se busca es preparar la materia para facilitar los procesos posteriores.
- b) Trituración: Consiste en una molienda que aumenta la superficie específica y la densidad aparente, facilitando el proceso de hidrólisis posterior, lo que depende del tamaño final de partícula y del tipo de material.
- c) Tamizado: Este método implica la separación de partículas de biomasa por su tamaño mediante el uso de tamices con aberturas.

1.6.2. Pretratamiento químico

El pretratamiento químico es una etapa de suma importancia, en este tipo de pretratamiento se utilizan diversos agentes químicos para alterar la estructura química y física de los materiales, consiste en la modificación de la composición del material con el fin de aislar o eliminar componentes que puedan afectar en los procesos posteriores, estos tratamientos actúan rompiendo la estructura de la celulosa, desestructurando la matriz lignocelulósica y aumentando el área superficial. Este efecto se combina con la hidrólisis de los enlaces de hidrógeno y éster entre los tres biopolímeros, causando que se solubilice la lignina y la hemicelulosa, incrementando el área accesible de las enzimas hidrolíticas sobre la celulosa. Sin embargo, el uso de elevadas temperaturas produce compuestos que inhiben la posterior fermentación. La formación de estos compuestos se incrementa en aquellos tratamientos con condiciones más severas, podemos encontrar los siguientes pretratamientos químicos (Bayona, 2021):

- a) Hidrólisis con álcalis: El tratamiento con hidróxido de sodio (NaOH) produce un aumento del volumen de la biomasa, lo que conduce a un aumento del área superficial interna, un descenso de la cristalinidad, una separación de las uniones estructurales entre la lignina y los carbohidratos y rotura de la estructura de la lignina.
- b) Oxidación húmeda: El material lignocelulósico se somete a la acción de agua a una elevada temperatura (160-180 °C) en presencia de un oxidante, como el oxígeno o el peróxido de hidrógeno, añadiéndolo en el reactor. Se provoca la rotura de los enlaces estructurales y se obtiene una fracción rica en celulosa y rica en azúcares.

1.7. Reactor

Los reactores químicos son equipos indispensables ya que en ellos se llevan a cabo las reacciones químicas controladas. Se define un reactor como cualquier porción del espacio donde la materia circula, se intercambia y se transforma, sin embargo, más específicamente se puede considerar al reactor como una unidad donde tienen lugar las reacciones con un objetivo principalmente de producción industrial. El reactor es el núcleo del proceso químico, ello es debido a que su comportamiento condiciona las operaciones de acondicionamiento y separación proporcionando un medio necesario de control preciso de variables como temperatura, presión, concentración de reactivos y tiempo de reacción.

La selección del tipo de reactor tiene por objeto maximizar el rendimiento material y energético de la planta. Para ello hay que considerar (Cunill e Iborra, 2010):

- a) Características de la reacción: Las reacciones químicas varían radicalmente según el número de las fases presentes, el mecanismo de reacción, la existencia de equilibrios, los efectos térmicos y la sensibilidad a las condiciones físicas (presión, temperatura y agitación). Estas características imponen serias dificultades en el diseño del reactor, principalmente cuando se quiere preservar la seguridad y el medio ambiente y optimizar el rendimiento y los costes
- b) Aspectos técnicos: Agresividad del medio y naturaleza de los materiales
- c) Aspectos económicos: Se consideran los materiales disponibles en el mercado, producción y costes de la energía.

1.7.1. Clasificación de los reactores

Los reactores pueden clasificarse según los diversos tipos como se muestra en la Figura 1.2, realizando agrupaciones en función de los objetivos de reacción y clasificándolos en función de ello (Ibáñez, 2019), Ibáñez clasifica los reactores según los siguientes criterios:

- a) Tipo de flujo: ideal al que tiende (mezcla perfecta, flujo en pistón) o real.
- b) Número de fases en contacto: Homogénea y heterogénea.
- c) Modo de operación: Continuo, semicontinuo, discontinuo.
- d) Evolución en el tiempo: Régimen estacionario y régimen no estacionario.
- e) Tipo de reacción química: Catalítica, bioquímica y esterificación.



Figura 1.2. Clasificación de reactores (Ibáñez, 2019).

1.7.1.1. Reactor discontinuo o batch

Son recipientes con agitación en el cual se cargan los reactivos y se descargan una vez la reacción ha finalizado, se caracterizan por no trabajar en condiciones estacionarias. Tanto la temperatura como las composiciones varían constantemente, su principal ventaja es la flexibilidad, es el tipo de reactor más utilizado en la industria, ya que ofrecen mayor facilidad para adaptarse a diferentes producciones o incorporaciones nuevas sin necesidad de implantar nuevas plantas ni realizar grandes cambios. Además, permiten un menor volumen de fabricación lo cual reduce el daño económico si se produjera alguna incidencia que afectase a la reacción.

Por lo contrario, suelen ser utilizados para la fabricación de reacciones de mayor complejidad y en especial para reacciones exotérmicas o de 2 fases (gas-liquido), se suelen utilizar operaciones de semi-continuidad en las cuales se carga un primer reactivo y se dosifica lentamente el resto de los reactivos para disponer de un mayor control sobre la reacción y una mayor seguridad.

1.7.1.2. Reactores continuos

Son recipientes con agitación en modo simple o en cascada, con tuberías de flujo de carga y descarga, es decir, en este tipo de sistema se introducen reactivos de forma continua y se descarga de la misma forma. Se caracterizan por trabajar en condiciones estacionarias, tanto la temperatura como las composiciones se mantienen constantes. Las principales ventajas y desventajas de este sistema se muestran en la Tabla 1.1, donde se resalta como ventajas su bajo costo, su uso en las fabricaciones a gran volumen y son fácilmente adaptados para fabricar otros productos de similares características. Además, requieren un menor espacio y un menor volumen de almacenaje (Rolón *et al.*, 2018).

Tabla 1.1. Ventajas y desventajas de los tipos de reactores.

Tipo de reactor	Ventajas	Desventajas
RFP (Reactor de flujo pistón)	Bajo inventario. Condiciones estacionarias	Dependencia del proceso. Posibles puntos calientes. Agitación presente solo en mezclas en línea. Difícil de diseñar.
Reactor continuo de mezcla completa	Condiciones estacionarias. Presenta herramientas de seguridad. El flujo puede ser diluido para ralentizar la reacción.	Gran inventario. Difícil de enfriar grandes masas. Problemas de precipitación. Bajo rendimiento
Reactor discontinuo	Presenta herramienta de seguridad.	Reacciones exotérmicas difíciles de controlar. Grandes inventarios. Todos los materiales presentes en el proceso.
Reactor semidiscontinuo	Velocidad de adición controlable. Reacción exotérmica controlable.	Temperatura de inicio crítica (si es muy baja, se acumulan reactivos). Problemas de precipitación.

Una vez elegido el reactor se realiza su diseño, determinando el parámetro básico del equipo que según el tipo de reacción puede ser, el volumen total, la masa de catalizador y altura.

Por último, es necesario realizar la ingeniería de detalle que abarca desde aspectos de distribución de volumen (relación altura diámetro), atendiendo a las pérdidas de carga permisibles, al consumo de energía de agitación, medidores (flujo, presión, temperaturas) y también el cálculo del área de transmisión de calor necesaria, hasta aspectos de ingeniería civil (Cunill e Iborra, 2010).

1.8. Agitadores

El agitador es un instrumento que provoca que un líquido circule a través de uno (McCabe *et al.*, 2007), este movimiento es llamado agitación.

La agitación se aplica con distintos propósitos como:

- a) Suspensión de partículas sólidas.
- b) Mezclado de líquidos miscibles, por ejemplo, alcohol metílico y agua.
- c) Dispersión de un gas a través de un líquido en forma de pequeñas burbujas.
- d) Dispersión de un segundo líquido, inmiscible con el primero, para formar una emulsión o suspensión de gotas finas.
- e) Promoción de la transferencia de calor entre el líquido, serpentín o enchaquetado.

Los agitadores de impulsor o rodete se dividen en dos clases. Los que generan corrientes paralelas al eje del impulsor se llaman impulsores de flujo axial y aquellos que generan corrientes en dirección radial o tangencial se llaman impulsores de flujo radial.

Los tres principales tipos de impulsores para líquidos de baja a moderada viscosidad son las hélices, turbinas e impulsores de alta eficiencia, cada uno de ellos, para líquidos muy viscosos, los impulsores más adecuados son los de hélice y agitadores de anclaje como se muestra en la Figura 1.3.

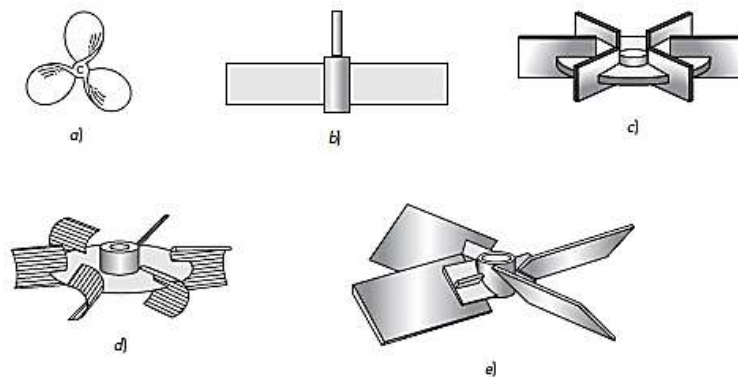


Figura 1.3. Agitadores para líquidos de viscosidad moderada: a) agitador marino de tres palas; b) turbina de pala recta; c) turbina de disco; d) agitador de pala cóncava e) turbina de pala inclinada.

1.9. Placas deflectoras

Cuando un fluido es agitado a altas velocidades, se forman vórtices que desfavorecen al mezclado. Los vórtices pueden evitarse colocando el agitador en posición descentrada o con la instalación de deflectores. Puesto que estos ayudan a cambiar la dirección del fluido creando un patrón de flujo desequilibrado. Considerando además que la viscosidad del fluido y el tamaño del tanque también afectan dicho patrón. En la Figura 1.4 se ilustran diferentes comportamientos del fluido: cuando se da la formación de vórtices con un agitador en el eje central, cuando no se tiene placas deflectoras, y agitadores radial y axial (turbina y hélice) (Coker, 2001).

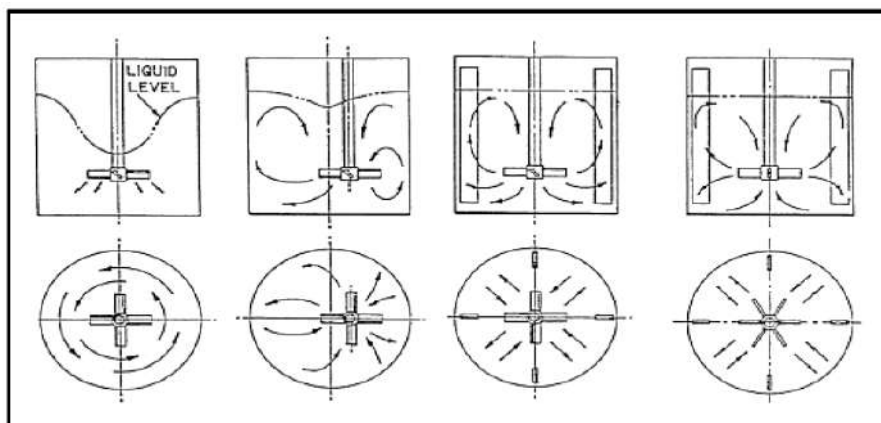


Figura 1.4. Formación de vórtices en tanques (Couper *et al.*, 2010)

1.10. Tanques agitados

Los líquidos se agitan en algún tipo de tanque o recipiente, por lo general de forma cilíndrica. La parte superior del tanque generalmente está cerrada y las proporciones del tanque varían dependiendo de la naturaleza y la agitación. Sin embargo, en muchas situaciones se utiliza un diseño estandarizado, el fondo del tanque es redondeado, no plano, para eliminar las esquinas o regiones agudas en las que no penetrarían las corrientes de fluido.

La mezcla y agitación son acciones distintas. La mezcla consiste en la distribución al azar, de dos fases individuales o que en un inicio se encontraban separadas y después lograr que ambas fases se distribuyan al azar entre sí. Por otro lado, la agitación se refiere a forzar un

fluido por medios mecánicos con movimiento generalmente circulatorio en el interior de un recipiente. La operación se utiliza para acelerar los procesos de transferencia de calor y masa (Mc Cabe *et al.*, 2007).

La operación unitaria de agitación se realiza con diversos fines dependiendo del tipo de proceso.

- a) Dilución de partículas sólidas
- b) Homogenización de líquidos miscibles
- c) Distribución de un gas en un líquido
- d) Formación de emulsiones con otro fluido no miscible
- e) Distribuir el calor brindado por serpentín o chaqueta

Un agitador consiste en un rodete montado en un eje y accionado por un motor eléctrico, es accionado a través de una caja reductora de velocidad. Por lo general también lleva incorporados accesorios tales como líneas de entrada y salida, serpentines, encamisados y pozo para termómetros u otros equipos de medición de la temperatura como se muestra en la Figura 1.5.

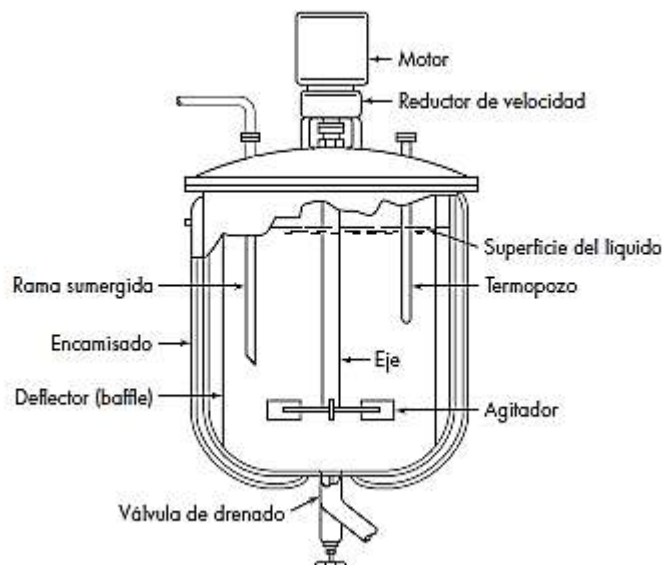


Figura 1.5. Tanque típico con agitación (Mc Cabe *et al.*, 2007).

La potencia necesaria que se requiere para mover el eje del agitador es designada por las relaciones empíricas para el diseño del reactor. La determinación de la potencia se basa en la definición del número de Reynolds y su aplicación en gráficas de método experimental, y depende de variables como dimensiones principales del tanque y de las paletas, propiedades físicas del fluido (viscosidad y densidad del fluido) y RPM del agitador.

1.10.1. Diseño estándar de una turbina para un tanque con agitación

El diseñador de un tanque agitado se muestra en la Figura 1.6, dispone de un gran e inusual número de elecciones sobre el tipo y localización del agitador, las proporciones del tanque, el número y las proporciones de los deflectores y otros factores, las proporciones típicas son las siguientes:

$$\frac{D_a}{D_t} = \frac{1}{3} \quad \frac{H}{D_t} = 1 \quad \frac{j}{D_t} = \frac{1}{12}$$

$$\frac{E}{D_t} = \frac{1}{3} \quad \frac{W}{D_a} = \frac{1}{5} \quad \frac{L}{D_a} = \frac{1}{4}$$

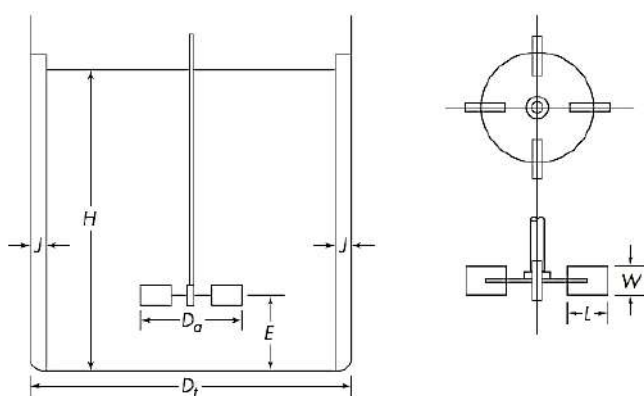


Figura 1.6. Dimensionamiento de un agitador (Mc Cabe *et al.*, 2007).

1.11. Simulación de procesos

La simulación de proceso se define como la utilización de recursos de software de computadora para desarrollar modelos matemáticos con el fin de construir un modelo exacto y representativo de un proceso químico con el fin de comprender su comportamiento actual durante la operación regular de la planta (Diwekar, 2005).

Los simuladores de proceso ofrecen la oportunidad de reducir el tiempo requerido para el desarrollo de proceso. Permiten realizar comparaciones de las alternativas de proceso, La

simulación integrada de procesos también permite el estudio de las interacciones que ocurren entre las etapas iniciales y finales del mismo (Rouf *et al.*, 2001).

Durante la etapa de desarrollo de proceso, los simuladores son empleados para facilitar las siguientes tareas: representar el proceso completo en la computadora, efectuar balances de masa y energía, estimar las dimensiones del equipamiento; calcular la demanda de mano de obra u servicios auxiliares en función del tiempo; estimar el ciclo de tiempo de proceso; efectuar análisis de costo; y evaluar el impacto medioambiental. La disponibilidad de un buen modelo de simulación mejora la comprensión del proceso completo por el ingeniero, y facilita la comunicación (Vázquez y Guerra, 2011).

Desde un punto de vista más general, el análisis y simulación de procesos industriales presentan las ventajas que se señalan a continuación.

- a) Experimentación económica. Es posible estudiar procesos existentes de una forma más rápida, económica y completa que en la planta real. La simulación puede aumentar o reducir el tiempo real de una forma análoga a como una cámara cinematográfica acelera o retarda las imágenes; de esta forma se puede observar más fácilmente la operación del sistema.
- b) Repetición de experimentos. La simulación permite estudiar el efecto de la modificación de las variables y parámetros con resultados reproducibles. En el modelo matemático se puede introducir o retirar a voluntad un error, lo cual no es posible en la planta real.
- c) Control de cálculo. La simulación constituye una importante ayuda material para el estudio de los sistemas de control con lazos abiertos y cerrados.
- d) Estudio de la estabilidad del sistema. Se puede examinar la estabilidad de sistemas y subsistemas frente a diferentes perturbaciones (Himmelblau y Bischoff, 2021).

1.12. Elemento finito

El elemento finito es un método numérico para la resolución de sistemas de ecuaciones en derivadas parciales, para la resolución aproximada de problemas continuos, estableciendo las ecuaciones de contorno y condiciones iniciales.

El método de elementos finitos (MEF) es utilizado para el análisis virtual del comportamiento de un equipo. El software subdivide la figura del equipo en partes pequeñas llamados elementos, los elementos se acoplan por puntos a los que se les denomina nodos, donde la precisión depende de la cantidad de nodos y elementos, del tamaño y tipo de la malla. Mientras sea menor el tamaño y mayor el número de elementos más precisos serán los resultados del análisis (Caicedo y Garavito, 2020).

El análisis en elemento finito consiste en la construcción de una figura en un programa CAD para poder construir una malla alrededor de la figura con algún polígono y denominar las interconexiones (nodos) que servirán para calcular el comportamiento de la simulación en cada uno de ellos determinando las propiedades de los materiales como se muestra en la Figura 1.7.



Figura 1.7. Figura mallada con triángulos.

2. Método

La Figura 2.1 muestra el diagrama del método para realizar el establecimiento de las condiciones de un reactor batch, para la obtención de azúcares reductores.

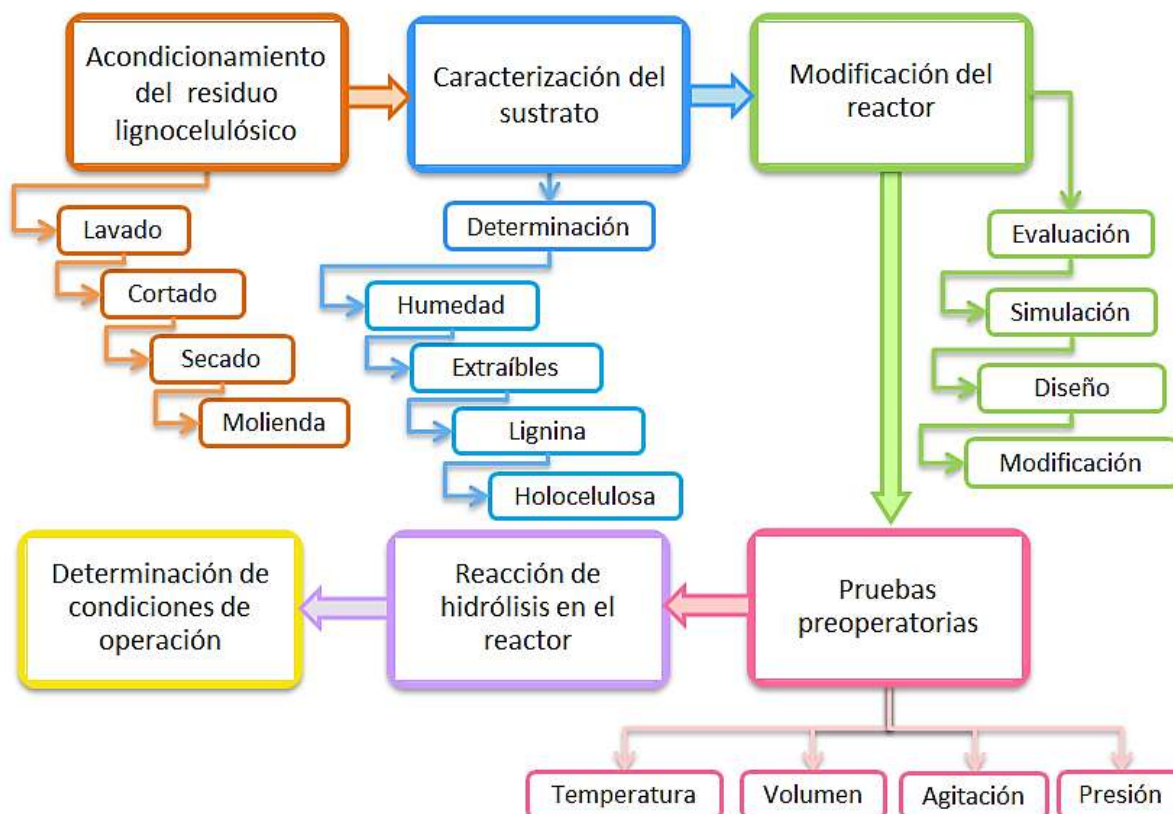


Figura 2.1. Diagrama del método.

2.1 Acondicionamiento del residuo lignocelulósico

El residuo se recolectó de mercados locales, se transportó en cajas de cartón al Laboratorio de Investigación en Ingeniería Ambiental (LIIA) del Instituto Tecnológico de Toluca (ITT) para lavarse con agua destilada y eliminar cualquier material extraño (basura, tierra y polvo), secarse a temperatura ambiente bajo la luz del sol por 8 hrs y cortarse en recuadros de 3x3 cm aproximadamente para deshidratarse en una estufa a una temperatura de 55 °C por 72 h.

Los trozos de coronilla de piña deshidratada se redujeron a partículas de un tamaño menor en un molino eléctrico pulverizador de 2,400 W y 25,000 RPM, el material pulverizado se hizo pasar por un tamiz para obtener partículas menores a 250 µm.

2.2 Caracterización de la materia prima

La caracterización de la materia prima implicó la evaluación de propiedades físicas y químicas de la coronilla de piña, determinando el porcentaje de humedad, extraíbles, holocelulosa y lignina para conocer la composición del material.

2.2.1 Determinación de humedad

La humedad en los materiales lignocelulósicos influye significativamente en el almacenamiento, manejo y procesamiento del material, así como en el proceso de hidrólisis.

Para la determinación de humedad, se tomó una cápsula con tapa y se secó en una estufa a 105 ± 2 °C por una hora y se enfrió en un desecador por 30 min, se pesó en la cápsula 5 g de muestra para secarse en la estufa a 105 ± 2 °C durante 4 horas, se enfrió en un desecador por 30 min y se pesó. Se repitió el procedimiento 3 veces para obtener peso constante, el porcentaje de humedad se obtuvo de acuerdo con la Ecuación 2.1 (Rengifo, 2018).

$$\% \text{ Humedad} = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} * 100 \quad \text{Ecuación 2.1}$$

Dónde

m_1 : Peso de la capsula con tapa.

m_2 : Peso de la capsula con tapa y muestra húmeda.

m_3 : Peso de la capsula con tapa y muestra seca.

2.2.2 Determinación de extraíbles

Se realizó la cuantificación de los extraíbles ya que son compuestos solubles que interfieren en la reacción de hidrólisis, el análisis se llevó a cabo en la coronilla de piña utilizando la

metodología TAPPI 204, se pesó 7.5 g de coronilla seca, molida y tamizada, depositándola en un cartucho de extracción dentro de un equipo soxhlet. Se utilizó como solvente una mezcla de 200 mL de hexano y 150 mL de etanol, se ajustó la temperatura de la parrilla de calentamiento para recircular la mezcla de solventes 3 veces por hora.

Después de 4 horas se transfirió la muestra sin extraíbles a una capsula a peso constante, dejando secar en la estufa a 105 °C durante 4 h, completando el tiempo se transfirió a un desecador por 30 min, se pesó y volvió a secar por 30 min a la misma temperatura hasta peso constante, se calculó el porcentaje de extraíbles usando la Ecuación 2.2.

$$\% \text{ Extraíbles} = \frac{\text{Peso seco de la muestra} - \text{Peso de la muestra sin extracto}}{\text{Peso de la muestra}} * 100$$

Ecuación 2.2

2.2.3 Determinación de lignina

La lignina actúa como una barrera que proporciona rigidez a las paredes de las células vegetales (Ríos *et al.*, 2023), por ello se midió la cantidad inicial de lignina presente en el material lignocelulósico.

2.2.3.1 Lignina insoluble en ácido

Se determinó el porcentaje de lignina insoluble en ácido siguiendo la metodología TAPPI T 222 om-02.

Se pesó 0.5 g de coronilla de piña seca, molida y tamizada por medio de una malla No. 40 y 45, libre de extraíbles y con humedad conocida.

La muestra se colocó en un vaso de precipitado y se agregaron 15mL de ácido sulfúrico al 72 % v/v en pequeños incrementos mientras se revolvía con un agitador magnético. El vaso de precipitado se mantuvo en un baño de agua a 2 ± 1 °C.

Se cubrió el vaso con un vidrio de reloj y se mantuvo en un baño a 20 ± 1 °C durante 2 h, para agregar agua destilada y se diluir hasta una concentración del 3 % v/v de ácido sulfúrico, se hirvió la solución por 4 h, se mantuvo un volumen constante adicionando agua caliente.

Se filtró la suspensión en papel filtro y se lavó con agua destilada hasta pH neutro, se secó el crisol con lignina en un horno a 105 ± 3 °C hasta peso constante, se enfrió en desecador por 30 min y se pesó. La masa obtenida se consideró como la lignina insoluble en ácido.

2.2.3.2 Lignina soluble en ácido

La solución filtrada de la prueba de lignina insoluble se utilizó para la determinación de lignina soluble en ácido, siguiendo la metodología LAP-004.

Se determinó la lignina mediante método espectrofotométrico, se configuró y calibró el espectrofotómetro a 205 nm, se usó una celda de 1 cm, se tomó como blanco de referencia una solución al 4 % de H₂SO₄ y se midió la absorbancia del hidrolizado.

Para calcular el porcentaje se utilizó la Ecuación 2.3:

$$\%LSA = \frac{\frac{A}{bxa} * df * V * \frac{L}{1000mL}}{\frac{W * T_{final}}{100}} \times 100 \quad \text{Ecuación 2.3}$$

A = absorbancia a 205 nm.

df = factor de dilución.

b = longitud de celda, 1 cm.

a = absortividad, igual a 110 L / g-cm

V = Volumen filtrado obtenido en la determinación de lignina insoluble en ácido en mL.

W = peso de la muestra de biomasa inicial en gramos.

T_{final} = % del contenido total de sólidos de la muestra de biomasa (Ecuación 2.4)

$$\% T_{final} = \frac{\text{Peso seco de la muestra mas papel filtro} - \text{Peso del papel filtro}}{\text{Peso de la muestra húmeda}} * 100$$

Ecuación 2.4

2.2.4 Determinación de holocelulosa

La holocelulosa se determinó de acuerdo a la metodología de la norma ASTM D1104.

Se pesaron 2.5 g de coronilla de piña seca, libre de extractivos, molida y tamizada. Se agregaron 80 mL de agua destilada a 75 °C, 0.5 mL de ácido acético y 1g de clorito de sodio al 80% (p/p). El matraz se mantuvo a 75 °C durante 60 min, se añadieron 0.5 mL de ácido acético y 1 g de clorito de sodio al 80 % (p/p) en ciclos de 60 minutos, repitiendo durante 4 hrs. Al final del período el matraz se enfrió con agua para detener la reacción. La mezcla se filtró usando un matraz de kitasato y una bomba de vacío, se secó a 105 °C hasta peso constante y el peso final es la holocelulosa, se calculó mediante la Ecuación 2.5.

$$\% \text{ holocelulosa} = \frac{\text{Peso de holocelulosa}}{\text{Peso seco de la muestra}} * 100$$

Ecuación 2.5

2.2.5 Determinación de celulosa y hemicelulosa

La celulosa se determinó siguiendo la metodología de la norma ASTM D1103-55 T, se pesó 1 g de holocelulosa del análisis de cuantificación de holocelulosa, se hizo reaccionar con 25 mL de hidróxido de sodio al 17.5 % (m/v) durante 45 minutos, luego se diluyó con 30 mL de agua destilada, se agitó y se dejó reposar. La suspensión se filtró a vacío, lavando con hidróxido de sodio al 17.5 % (m/v) y agua destilada. Se agregaron 15 mL de ácido acético al 10 % durante 5 min aplicando vacío, la α-celulosa se lavó con agua destilada. La muestra obtenida se llevó a secado a 105 °C por 4 h, se transfirió en un desecador por 30 minutos, se pesó y se consideró el peso final como celulosa, realizando el cálculo con la Ecuación 2.6.

$$\% \text{ Celulosa} = \frac{\text{Peso celulosa}}{\text{Peso seco de la muestra}} * 100$$

Ecuación 2.6

La cantidad de hemicelulosa se determinó a través de la diferencia entre la cantidad inicial de holocelulosa y la cantidad de celulosa, empleando la Ecuación 2.7.

$$\% \text{ Hemicelulosa} = \frac{\text{Peso de holocelulosa} - \text{peso de celulosa}}{\text{Peso seco de holocelulosa}} * 100$$

Ecuación 2.7

2.3 Modificación del reactor

Para modificar el reactor se realizó una prueba de operación en las condiciones iniciales de diseño, para llevar a cabo una evaluación donde se identificaron las principales variables que intervienen en la reacción de hidrólisis. Encontrando las más importantes, se desarrollaron los ajustes e implementaron las modificaciones necesarias al reactor para mantener las condiciones de operación constantes.

2.3.1 Evaluación del reactor

Se realizó una tabla comparativa como establece Rolón, Acevedo y Villamizar (2019), donde se evaluaron las ventajas y desventajas de cada una de las variables para identificar los cambios que mejorarán la operación del reactor con respecto a lo observado en el funcionamiento del reactor en su diseño original.

2.3.2 Simulación (Análisis dinámico MEF)

Después de identificar las variables y áreas de oportunidad del reactor se simuló su perfil dinámico en el software LS-DYNA V971_R8 para identificar deficiencias en la agitación. El

software necesitó un modelado en tercera dimensión en el software SolidWorks 2021 del cuerpo reactor, el modelado de la resistencia, un agitador de dos palas diseñado en base a las relaciones de dimensionamiento de Mc Cabe (Figura 1.7) y las propiedades de la mezcla como la densidad por método gravimétrico (Ecuación 2.8), viscosidad (determinada por viscosímetro Brookfield) a una concentración ácido-materia prima de 1 g/ 20 mL, además del tamaño de partícula y las revoluciones por minuto para poder simular el proceso.

$$Densidad = \frac{Peso\ matraz\ con\ mezcla\ (g) - peso\ matraz(g)}{100\ mL}$$

Ecuación 2.8

2.3.3 Modificación del reactor

De acuerdo con los resultados obtenidos en la simulación se rediseñó la resistencia para reducir la obstrucción de la agitación y se rediseñó la tapa en Auto CAD para la colocación del agitador, la obstrucción de los orificios de entrada de la resistencia en “U” y una llave de purga.

Con el modelo en tercera dimensión de la resistencia, agitador y las modificaciones de la tapa, el reactor se llevó a un taller de acero inoxidable para realizar las modificaciones.

2.4 Pruebas preoperatorias

Una vez realizadas las modificaciones, fue necesario comprender el comportamiento del reactor en términos de tiempo de calentamiento, presión del vapor, agitación y montaje.

Se realizó el montaje del equipo que consistió en la colocación de una estructura que le da soporte al reactor, rotor conectado al agitador y la conexión del controlador de temperatura digital. Se realizaron pruebas de calentamiento con agua para determinar el tiempo en que el reactor alcanza la temperatura de 110 °C y la presión que alcanza bajo estas condiciones.

2.4.1 Prueba de volumen

Se determinó la cantidad máxima de agua en la que puede trabajar el reactor manteniéndose estable sin sobre pasar la altura de los deflectores, agregando diferentes volúmenes conocidos de agua hasta llegar al volumen adecuado con una distancia de 2 cm por debajo de los deflectores.

2.4.2 Prueba de calentamiento y presión

Se instaló un controlador de temperatura electrónico directo a la resistencia para programar la temperatura a 110 °C. El reactor se llenó de agua hasta un volumen de 1,500 mL, se cerró y se accionó el controlador de temperatura, tomando un registro de la temperatura cada 5 min hasta llegar a la temperatura programada para calcular el tiempo en que tarda en calentar la resistencia. Durante la prueba de calentamiento se llevó un registro del mayor nivel de presión alcanzado a 110 °C.

2.4.3 Prueba de agitación

Se determinó la cantidad de revoluciones por minuto (RPM) a implementar en la agitación con un rotor electrónico con controlador digital, experimentando con las revoluciones establecidas en la simulación y a menores niveles de revoluciones hasta alcanzar una agitación regular y estable evitando desbordes, nivel del fluido por debajo de los deflectores y vibraciones bajas.

2.5 Reacción de hidrólisis

La reacción de hidrólisis ácida se realizó en el reactor a 110 °C, por 3 h a 250 RPM con una solución de ácido fosfórico 1 M y coronilla de piña en una concentración de 1 g/ 20 mL, tomando 10 mL de muestra cada 20 min.

2.6 Determinación de condiciones de operación

Se calculó la cantidad de azúcares reductores mediante el método del ácido 3-5 dinitro salicílico (DNS). El cálculo de la producción de azúcares que se acopló al modelo cinético de Saeman (1945) para determinar la concentración de monosacáridos en función del tiempo de reacción, de acuerdo con la Ecuación 2.9.

$$M = \alpha \left[\frac{k_1 P_0}{k_2 - k_1} \right] (e^{-tk_1} - e^{-tk_2}) \quad \text{Ecuación 2.9}$$

Cuando los datos experimentales no muestran la etapa de deshidratación térmica de los azúcares, el modelo de Saeman puede reducirse a la ecuación cinética de primer orden, la cual se muestra en la Ecuación 2.10.

$$M = P_0 (1 - e^{-k_1 t}) \quad \text{Ecuación 2.10}$$

En donde:

M: Concentración de azúcares reductores (g de azúcar/100 g de materia prima)

Po: Concentración inicial de holocelulosa (g de holocelulosa/100 g de materia prima)

t: Tiempo de contacto (min)

k: C constante cinética (min^{-1})

Los datos de la producción de azúcares obtenidos en cada uno de los experimentos se ajustaron a los modelos cinéticos descritos utilizando una regresión no lineal.

Las constantes de velocidad obtenidas a partir de los modelos cinéticos fueron utilizadas para calcular la relación de ambas (K_r), la cual muestra el efecto de la temperatura y puede utilizarse para determinar el tiempo óptimo de reacción para la producción de azúcares (Ecuación 2.11)

$$t_{op} = \frac{1}{k_2(k_r - 1)} \ln(k_r) \quad \text{Ecuación 2.11}$$

Con los cálculos cinéticos y las pruebas preoperatorias se determinaron las condiciones de operación del reactor.

3 RESULTADOS

A continuación, se presentan los resultados del rediseño del reactor, así como los resultados de los experimentos para la caracterización del material y la reacción de hidrólisis.

3.1 Acondicionamiento del residuo lignocelulósico

La tabla 3.1 presenta el contenido de agua en porcentaje de 10 muestras de coronas de piñas, después de ser deshojadas, lavadas y cortadas, dando un promedio de contenido de agua del 88.49 %.

Tabla 3.1. Porcentaje de agua removido de las coronas de piña.

No. Muestra	Hojas por corona (g)	Hojas secas (g)	% Agua eliminada
Promedio	165	19	88.49
Desviación estándar	27.02	3.71	1.24

Después moler la coronilla deshidratada en el molino eléctrico se obtuvo un polvo marrón como se observa en la Figura 3.1.

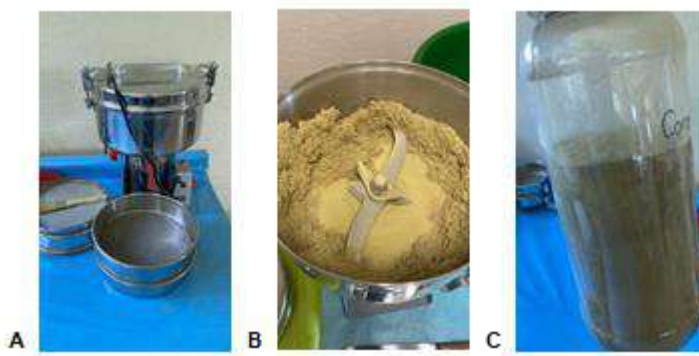


Figura 3.1. Acondicionamiento de la materia prima. A. Molino y tamiz, B. Hojas de piña secas pulverizadas, C. Materia prima.

3.2 Caracterización del material

La coronilla de piña molida fue caracterizada con las pruebas de humedad, extraíbles, lignina y holocelulosa dando como resultado la composición que se muestra en la Tabla 3.2.

Tabla 3.2. Caracterización del material.

Parámetro	Porcentaje %	Desviación estándar
Humedad	6.88	0.11
Extraíbles	10.19	0.10
Lignina	19.28	0.13
Holocelulosa	63.66	1.61

Como parte de la caracterización de la coronilla se determinó el porcentaje de lignina soluble e insoluble en ácido, celulosa y hemicelulosa, dando como resultado la composición que se muestra en la Tabla 3.3.

Tabla 3.3. Porcentaje de composición de lignina, celulosa y hemicelulosa.

Parámetro	Porcentaje %	Desviación estándar
Lignina insoluble en ácido	3.08	0.10
Lignina soluble en ácido	16.20	0.12
Celulosa	45.61	1.32
Hemicelulosa	18.03	1.58

3.3 Modificación del reactor

A continuación, se presentan la evaluación del reactor con las modificaciones necesarias para aumentar la eficiencia y mantener estables las variables del proceso como son la temperatura, la agitación y la presión.

3.3.1 Evaluación del reactor

Desacuerdo con los requerimientos de la reacción de hidrólisis se evaluó el reactor presentado la Tabla 3.4, donde se muestra el análisis de ventajas y desventajas del diseño inicial del reactor.

Tabla 3.4. Análisis de ventajas y desventajas del diseño inicial del reactor.

Variable	Ventajas	Desventajas
Agitación (Agitador magnético)	-La agitación permite mantener un sistema cerrado más eficiente. -Menor pérdida de energía calorífica.	-Menor suspensión de partículas. -Difícil control de revoluciones. -La barra magnética se desestabiliza.
Temperatura (Resistencia en “U”)	-Calentamiento rápido. -Mayor superficie de contacto con el fluido.	-Sobre calentamiento en la parte de la tapa llegando al rojo vivo. -Parte de la resistencia queda fuera del líquido.
Presión	-Sistema cerrado que evita pérdidas de masa en forma de vapor. -Estabilidad durante la operación.	-Alcanza mayor presión que puede llegar a ser peligroso o inestable.
Volumen	-Capacidad de hasta 2L sin agitar	-La agitación es débil después de los 400 mL.

El diseño del reactor pretende usar un agitador magnético y una barra magnética, permitiendo mantener un sistema cerrado que pueda mantenerse a presión, pero el agitador magnético no presentó una agitación potente, causando que durante la reacción presentara una mala suspensión de partículas, por lo que se consideró la adaptación de un agitador tipo flecha de dos palas por la parte superior del reactor.

La tapa del reactor incorpora una resistencia en forma de “U” que calienta la mezcla del ácido y la coronilla de piña rápidamente. Esta resistencia presentó como desventaja el sobre calentamiento de la tapa ya que durante las pruebas de funcionamiento inicial se elevó su temperatura alcanzando el rojo vivo. Como alternativa se decidió implementar una

resistencia sumergida en el fondo del reactor para mantener solo el calentamiento en la mezcla evitando el sobre calentamiento en el reactor.

El reactor puede alcanzar una buena presión, necesaria para elevar la temperatura requerida durante la reacción de hidrólisis, considerando la adaptación de una llave de purga en la tapa del reactor.

El volumen máximo alcanzado por el reactor con agitación magnética es de 0.5 L, cuando la capacidad del reactor es de 2 L, como la agitación dada por el agitador magnético es débil, el nivel requiere ser menor para realizar una agitación más eficiente, al elevar el volumen la agitación se volvía débil e inestable, por lo que se consideró el cambio de agitación para poder operar el reactor a un mayor volumen.

3.3.2 Simulación

La simulación se realizó en el programa LS-DYNA, para ello se construyó el cuerpo del reactor, con la resistencia en forma de "U" del diseño original como se muestra en la figura 3.2.

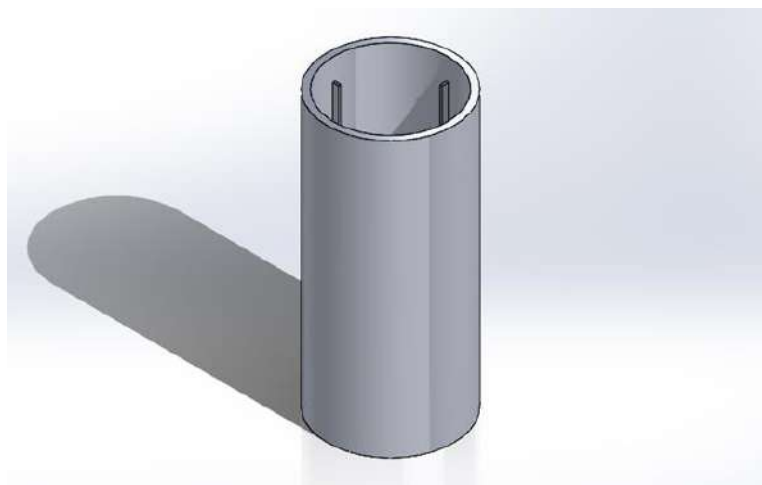


Figura 3.2. Cuerpo del reactor modelado en SOLIDWORKS.

Para el diseño del agitador de flecha de dos palas se necesitó realizar el dimensionamiento usando las ecuaciones de Mc. Cabe (Figura 3.2) dando las dimensiones de la Tabla 3.5.

Tabla 3.5. Dimensionamiento de la flecha de dos palas.

Simbología	Dimensión (cm)
DT	10.4
J	0.55
H	10.4
E	3.5
DA	3.5
W	0.7
L	0.7

Con el dimensionamiento de la tabla 3.5 se modelo el agitador en SOLIDWORKS para incluirlo en la simulación para comprender el movimiento de las partículas como se muestra en la Figura 3.3.



Figura 3.3. Diseño del agitador de doble pala.

Para la densidad se preparó la solución de ácido fosfórico 1M y materia prima con concentración de 1 g/ 20 mL por triplicado utilizando la ecuación 2.8 dando como resultado la tabla 3.6.

La determinación de la viscosidad se realizó por triplicado en el viscosímetro Brookfield con la aguja no.2, resumiendo los valores en la Tabla 3.6.

Tabla 3.6. Determinación de la densidad y viscosidad de la mezcla.

Variable	Valor	Desviación
Densidad	1.0041 g/mL	4×10^{-8}
Viscosidad	5.0 cP	5×10^{-3}

Con el modelado de los componentes del reactor, se realizó el discretizado utilizando hexaedros de 1mm.

Después de realizar el mallado de los componentes del reactor se modelaron el agua y el aire para los fluidos dentro del reactor y con ello se ingresaron las condiciones de frontera y las características del fluido; tamaño de partícula de 250 μm , volumen de 1700 mL y velocidad de agitación de 700 RPM.

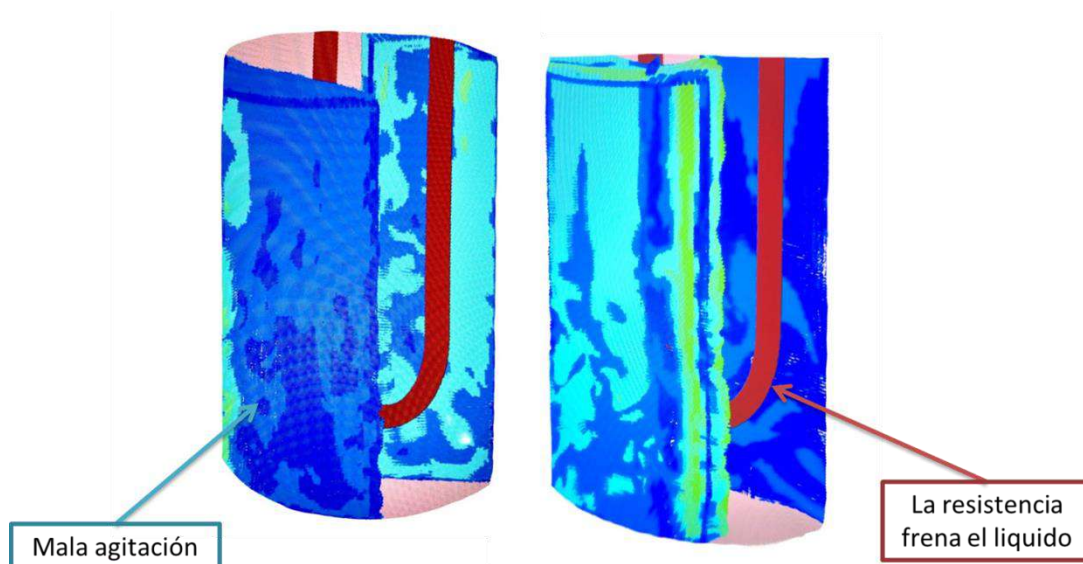


Figura 3.4. Simulación de la agitación en el reactor.

La simulación dinámica en la Figura 3.4 mostró que la resistencia en forma de “U” disminuye el flujo continuo de la mezcla durante la agitación. Tal y como se observa en la Figura 3.4, la

parte azul fuerte representa la disminución de la agitación provocada por el impacto del fluido con la resistencia. La sección en color azul claro representa una buena agitación a lo largo del cuerpo del reactor, por lo que será necesario incorporar el agitador de varilla y un nuevo tipo de resistencia que favorezca el perfil hidrodinámico de la mezcla.

3.3.3 Diseño

Con base a los resultados obtenidos en la simulación se optó por incorporar el agitador de flecha de dos palas en el centro del reactor, llave de purga en la tapa, clausura de los orificios de la resistencia de la tapa, adición de la resistencia en forma de lápiz y termo par en el fondo del reactor.

En la Figura 3.5 se observa el reactor original sin modificaciones, partiendo de el para el modelado en AutoCAD. Se realizaron modificaciones en la base del reactor para incluir 2 accesorios, el termopar y la resistencia que formarán parte del sistema de calentamiento. Se realizó un plano en AutoCAD como se muestra en la Figura 3.7 con las medidas de los dos orificios y su punto de colocación para realizarlos en el taller de acero inoxidable. El diseño de la resistencia consideró un diseño delgado de 1.0 cm de grosor y 17.0 cm de altura para no superar el nivel del fluido dentro del reactor como se muestra en la Figura 3.6.



Figura 3.5. Reactor original.

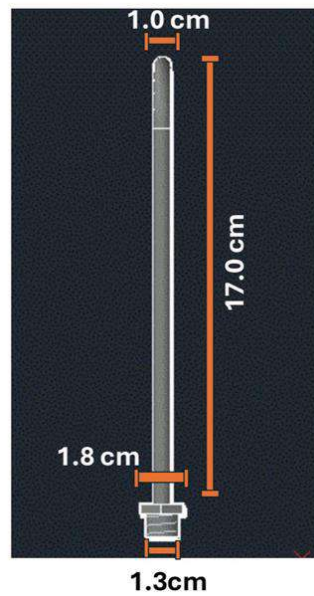


Figura 3.6. Diseño de la resistencia en forma de lápiz.

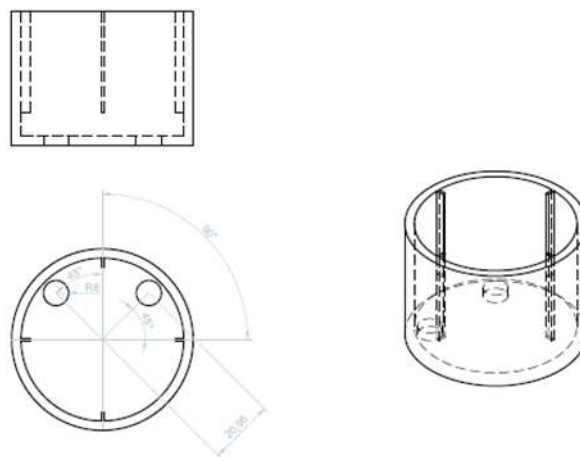


Figura 3.7. Diseño de las modificaciones del reactor en la base.

La parte superior del reactor también sufrió modificaciones para la implementación del nuevo sistema de agitación, se consideró la adaptación de un tubo central para la incorporación del agitador y la clausura de los dos orificios de la resistencia como se muestra en el dibujo en AutoCAD de la Figura 3.8.

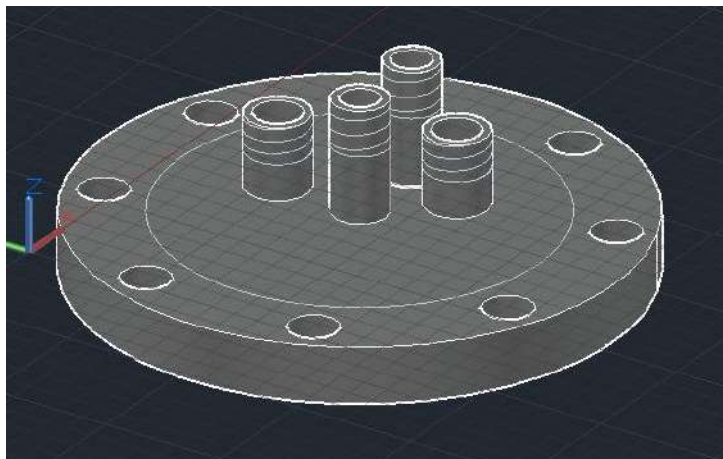


Figura 3.8. Diseño en AutoCAD de la modificación de la tapa.

3.3.4 Modificación

Se llevó el reactor a un taller de acero inoxidable para hacer las modificaciones diseñadas, en la base del reactor se realizaron las 2 perforaciones y la adaptación del termopar y la resistencia como se muestra en la Figura 3.9. Se fabricó la resistencia en forma de lápiz en acero inoxidable que llevará acabó el calentamiento como se muestra en la Figura 3.10.

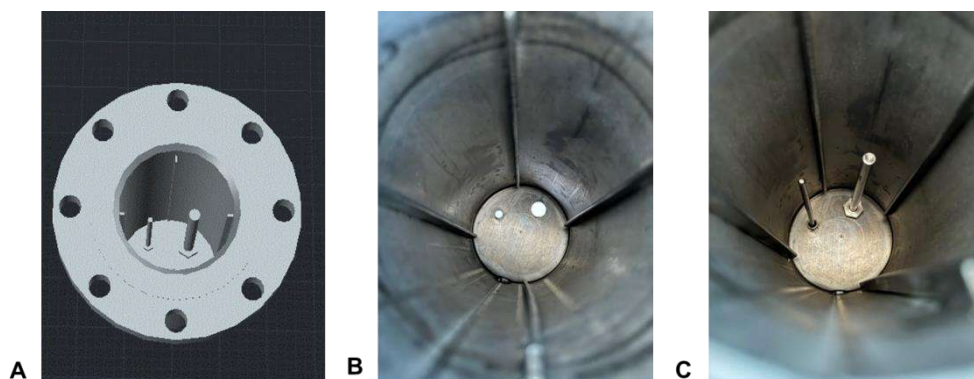


Figura 3.9. A. Diseño en AutoCAD de la base del reactor, B. Perforación para accesorios del reactor, C. Montaje de accesorios.

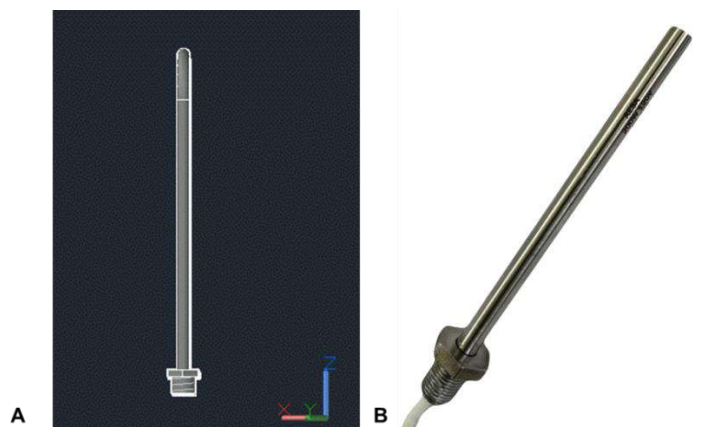


Figura 3.10. A. Diseño de la resistencia en AutoCAD, B. Resistencia fabricada en acero inoxidable.

La tapa del reactor fue modificada para la incorporación del agitador de dos palas que se muestra en la Figura 3.12, se incorporó un tubo con un balero que permitirá el movimiento del agitador y se clausuraron los dos orificios originales para evitar fracturas en la tapa.



Figura 3.11. Tapa del reactor modificada.



Figura 3.12. Agitador de dos palas fabricado en acero inoxidable.

3.4 Pruebas preoperatorias

Con las modificaciones completadas se montó el reactor con todos sus accesorios, incluido el rotor para la flecha, como se muestra en la Figura 3.13.



Figura 3.13. Montaje del reactor.

El montaje consistió en la colocación del reactor en su soporte, elevándolo para dar espacio a la conexión del regulador de temperatura que se conecta al termopar y a la resistencia, en la parte superior se colocó el agitador de flecha en la tapa conectando al rotor, el manómetro y la llave de purga, dando paso a las pruebas preoperatorias.

Las pruebas preoperatorias consistieron en echar a andar el reactor con agua para comprender su funcionamiento y el comportamiento de las variables de volumen, temperatura, agitación y presión.

3.4.1 Prueba de volumen

Se acciono el rotor a 700 RPM con diferentes volúmenes de agua para determinar el nivel óptimo que debe tener el reactor para su operación, considerando como variables el nivel del fluido durante la agitación y el cubrimiento de la resistencia, todos los datos experimentales se resumen en la Tabla 3.7.

Tabla 3.7. Experimentación del nivel de volumen de agua en el reactor.

Experimento	Volumen (L)	Descripción
1	1.9	La agitación causa desborde y sobre pasa los deflectores
2	1.8	La agitación es buena, permanece por debajo de los deflectores del reactor
3	1.7	La agitación es buena pero el nivel de agua está muy cerca de la resistencia

En los resultados de la Tabla 3.7 se observa que el volumen que presentó mejores condiciones de agitación y cubre perfectamente la resistencia es el experimento 2 a un volumen de 1.8 L que es el ideal para realizar la reacción de hidrólisis.

3.4.2 Prueba de calentamiento y presión

Se instaló un controlador de temperatura REX-C100 como se muestra en la Figura 3.14, conectando la resistencia y el termopar siguiendo el circuito como muestra la Figura 3.15.



Figura 3.14. Controlador de temperatura.

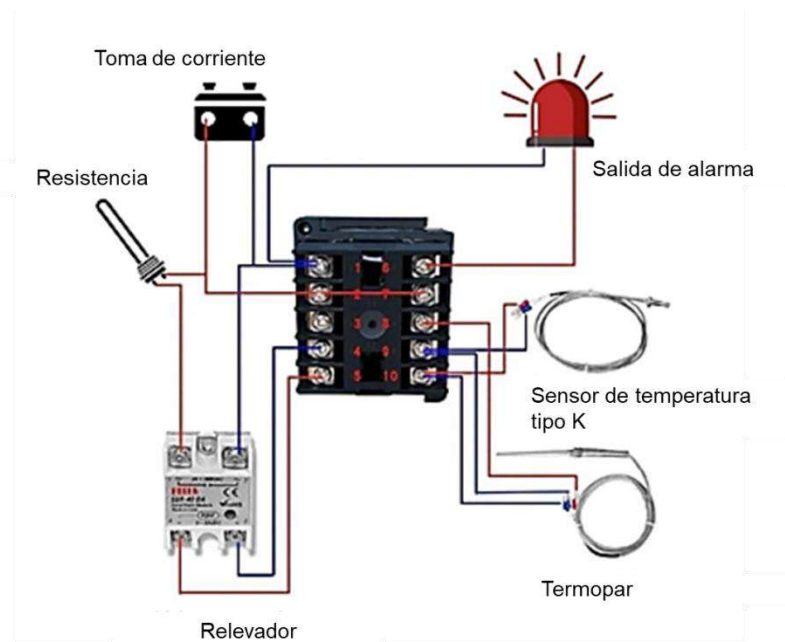


Figura 3.15. Diagrama de circuito para la conexión de accesorios.

Se realizaron dos experimentos para determinar el comportamiento del calor en el reactor al alcanzar una temperatura de 110 °C con 1.8 L de agua. En el primer experimento se calentó el reactor partiendo de una temperatura ambiente de 20 °C hasta alcanzar la temperatura de 110 °C como se observa en la Figura 3.16.

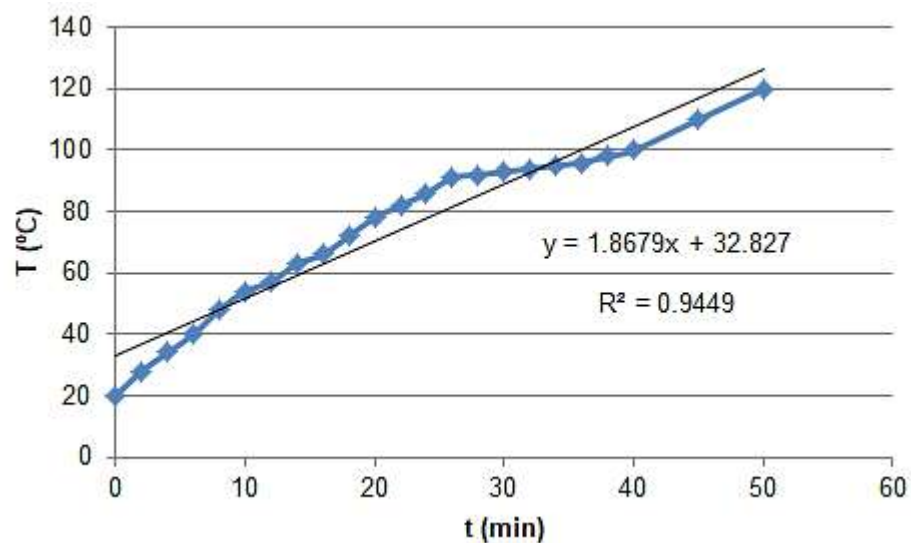


Figura 3.16. Gráfico del comportamiento de temperatura en el experimento 1.

En la Figura 3.16 se observa que el calentamiento tuvo un tiempo de 45 min y presentó como principal característica un intervalo de tiempo (min 25-35) donde la temperatura incrementó muy lento. La disminución en el incremento de la temperatura fue dada por el calentamiento de la tapa del reactor, al ser una tapa muy gruesa (1.5 in) requiere de mayor calor para llegar a un equilibrio con el agua en el interior del calor, causando la condensación del vapor dentro del reactor hasta que llega al equilibrio, después alcanzar la temperatura del resto del cuerpo del reactor, la temperatura sigue incrementando de forma constante.

Tomando en cuenta el intervalo donde disminuye el incremento de la temperatura se realizó un experimento donde se precalentó el reactor con 1.8 L de agua a 20 °C hasta 110 °C para calentar el cuerpo del reactor, posteriormente se vació el reactor e inmediatamente se colocó agua a 20 °C y se llevó hasta la temperatura de 110 °C como se muestra en la figura 3.17.

Al precalentar el cuerpo del reactor la temperatura se elevó inmediatamente a 40 °C y mantuvo un calentamiento uniforme hasta los 110 °C en un tiempo de 25 min, 20 minutos menor que el experimento 1, ya que el cuerpo del reactor no requiere calentamiento para alcanzar un equilibrio con el agua, el calentamiento es uniforme.

La reacción de hidrólisis requiere un calentamiento uniforme por lo que se estableció como factor de operación precalentar el reactor con agua, hasta alcanzar la temperatura de 120 °C antes de adicionar la mezcla de ácido-materia prima.

En ambos experimentos el reactor alcanzo una presión de 6psi por lo que es adecuado para la reacción y resistencia del reactor. El coeficiente R^2 cercano a la unidad 1 indica que los datos del experimento se ajustan a una línea, como el segundo experimento mostrado en la Figura 3.17 dio cercano a la unidad los datos se ajustaron mejor a la ecuación presentada a comparación del experimento 1 en la Figura 3.16.

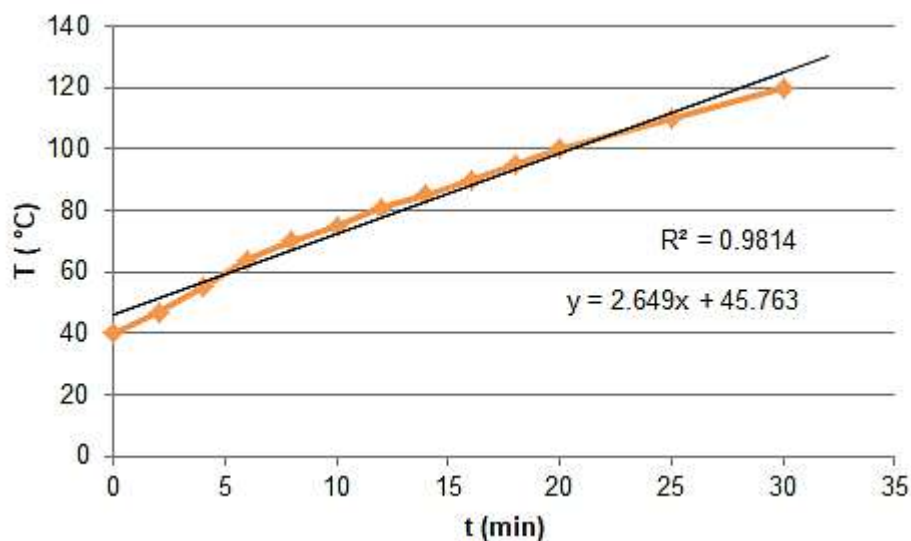


Figura 3.17. Segundo experimento con precalentamiento del reactor.

3.4.3 Prueba de agitación

Se realizó una prueba simulando las condiciones de reacción, volumen a 1.8 L de agua, reactor precalentado, controlador de temperatura programado para alcanzar y mantener la temperatura de 110 °C con una agitación a 700 RPM. Dicha prueba presentó vibración del reactor y su estructura por la alta velocidad de la agitación, por lo que se descartó realizar la reacción a esa velocidad.

Se corrieron dos pruebas más a diferentes velocidades (250 y 500 RPM) donde la prueba a 500 RPB presentó vibración moderada en el reactor y la prueba a 250 RPM presentó una agitación estable y sin vibración. De acuerdo a los resultados de las pruebas se estableció como condición de operación la agitación a 250 RPM.

3.5 Reacción de hidrólisis

La reacción de hidrólisis se realizó con una mezcla de ácido fosfórico 1 M y coronilla de piña a una concentración de 1 g/ 20 mL, programando la temperatura del controlador a 95 °C con el reactor precalentado y agitación a 250 RPM por 3 hrs.

3.6 Determinación de condiciones de operación

Durante la reacción de hidrólisis se tomaron 10 mL de muestra cada 20 min, para poder cuantificar los azúcares reductores por el método de ácido 3-5 dinitro salicílico (DNS), dando un total de 10 muestras a partir del segundo 0.

La producción de azúcares reductores a partir de la corona de piña obtuvo la gráfica de la Figura 3.18 donde se muestra la curva de producción de azúcares.

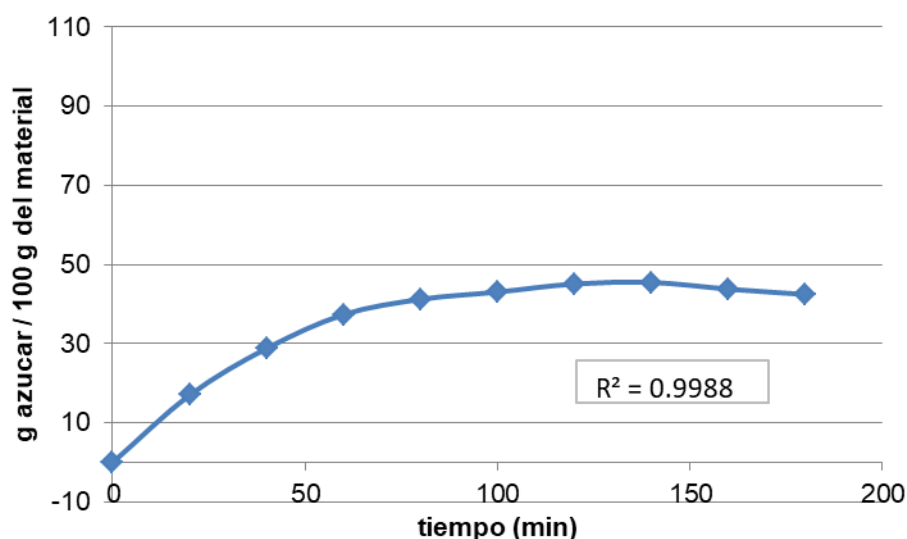


Figura 3.18. Producción de azúcares reductores en ácido nítrico a 110 °C.

Para el cálculo de concentración de azúcares reductores se utilizaron las Ecuaciones 2.9, 2.10 y 2.11, dando como resultados la Tabla 3.8.

Tabla 3.8. Parámetros cinéticos de la reacción de hidrólisis de la coronilla.

Condiciones de operación	Materia prima	q_e	k_1 (min^{-1})	r^2	t_{op}
H ₃ PO ₄ 1M, 95 °C	Coronilla de piña	23.9396	0.0235	0.9988	140 min

De acuerdo con el experimento y los cálculos realizados se puede determinar que el reactor tiene una producción máxima de azúcares reductores de 45.5045 g / 100 g de material en un tiempo de 140 min, el cual da un buen rendimiento del reactor en un tiempo considerable, ya

que si la reacción continua más del tiempo previsto comienza la degradación de los azúcares.

Las condiciones de operación propuestas para la reacción de hidrólisis en el reactor son de 95 °C de calentamiento, 250 RPM, ácido fosfórico 1M, concentración de 1 g/ 20 mL para la mezcla de ácido-materia prima y 140 min de reacción favorecieron a la producción de azúcares por encima de la descomposición de estos, considerando un precalentamiento del reactor por 25 min con una agua a una temperatura programada de 110 °C.

CONCLUSIONES

Se estableció el pretratamiento para mejorar el acceso a la celulosa de la coronilla de piña eliminando más del 80 % de agua del material y reduciendo su tamaño a 250 μm para mejorar la suspensión del material durante la agitación en el reactor.

La coronilla de piña presenta una mayor composición de holocelulosa, con un porcentaje superior al 60 % lo que lo hace un material potencial para la obtención de azúcares reductores.

Para llevar a cabo la reacción de hidrólisis se requieren condiciones de temperatura, concentración, agitación, presión y tiempo de reacción, para ello la simulación en el software LS-DYNA y el modelado en tercera dimensión en AutoCAD establecieron el comportamiento del reactor, aportando el establecimiento de las modificaciones en el agitador y sistema de calentamiento.

El rendimiento de los azúcares reductores se vio favorecido por las condiciones de operación del reactor durante la reacción al mantener las variables estables y constantes de 110 °C, 250 RPM, 1.8 L de volumen durante todo el tiempo de reacción, favoreciendo la producción de los azúcares reductores que su degradación, comparando con el diseño original del reactor que presentaba condiciones inestables durante la reacción.

REFERENCIAS

Almeida A. (2018). Obtención de aminoácidos libres a partir de quinua orgánica por hidrólisis y su aplicación en un suplemento alimenticio. Tesis de maestría. *Universidad Técnica de Ambato*.

Caicedo K. y Garavito L. (2020). Caracterización del comportamiento mecánico de un material compuesto de matriz epóxica con fibras de guadua angustifolia kunth mediante simulación a través del software Ansys. Tesis maestría. *Universidad Católica de Colombia*.

Couper J., Penney W., Fair J. y Walas S. (2010). Chemical Process Equipment: Selection and Design. *Elsevier Inc* (3th ed.). 281.

Cunill F. e Iborra M. (2010). Reactores químicos (Apuntes). *Universidad de Barcelona*.

DOF, (2003). Diario Oficial de la Federación. *Ley General para la Prevención y Gestión Integral de Residuos*.

Diwekar, U. (2005). Green process design, industrial ecology and sustainability: A systems analysis perspective. *Elsevier Inc*. 44(3), 215-235.

Flores J., Caballero C. y Moreira M. (2008). Una interpretación aproximada del concepto de hidrólisis en estructuras peptídicas en un curso de bioquímica de IPC en el contexto de la teoría de los campos conceptuales de vergnaud. *Revista de investigación (Instituto pedagógico de caracas)*. 32(64), 135-160.

Gañan P., Zuluaga R., Castro C., Restrepo A., Velásquez J., Osorio M., Montoya U., Vélez L., Álvarez C., Correa C., Molina C. (2017) Celulosa: un polímero de siempre con mucho futuro. *Revista colombiana de materiales*. (11), 1-4.

Gaviria G., Gil E., Dobrosz I. y Gómez M. (2016) Sensibilidad paramétrica y condiciones seguras de operación de la hidrólisis del anhídrido acético en un reactor batch. *Información Tecnológica*. 27(4), 83-92.

Harris R. (2012). Caracterización físico-química de residuos de eucalyptus globulus y populus canadensis para la producción de bioetanol. Tesis de maestría. *Universidad de Chile*.

Hernández G., Díaz A., Laca A., Laca A. y Díaz M. (2017). Obtención de bioetanol a partir de hidrolizados de residuos de fruta. *Congreso nacional de jóvenes investigadores en ciencia, ingeniería y tecnología de los alimentos España*. 115-116.

Himmelblau D. y Bischoff K. (2021). Análisis y simulación de procesos. *Reverté México*. (1º ed.). 3-5.

Ibáñez S. (2019). Sistemas de control “on line” de reactores químicos batch. Tesis de maestría. *Universidad politécnica de Catalunya*. 3-4.

Laverde J., Pino N., Escobar A. y Peñuela M. (2019). Productos de alto valor agregado a partir de la tusa de palma de aceite. *Palmas – Memorias de la XIX conferencia internacional sobre palma de aceite, Colombia*. 40(2), 119-128.

McCabe W., Smith J. & Harriott P. (2007). Operaciones unitarias en ingeniería química. *McGraw-Hill México*. 7, 260-264.

Ortíz C. (2011). Materiales lignocelulosicos como fuente de biocombustibles y productos químicos. *TECNO ESUFA Revista de tecnología España*. 16, 41-46.

Peso C., Lucas A., Rodríguez E. y Prieto P. (2012). Biomasa, biocombustibles y sostenibilidad. *Centro tecnológico agrario y agroalimentario España*. 1, 4-7.

Quintero M., Ortiz D., Murcia J., Villaseñor E. y Ardila A. (2022). Aprovechamiento de residuos agroindustriales de la piña. *Grupo de investigación Camer, Semillero sivare Colombia*. 1-4.

Rengifo D. (2018). Estudio fisicoquímico cualitativo preliminar y cuantificación de flavonoides y taninos del extracto etanólico de hojas de *Desmodium Vargasianum Schubert*. *Revista de la sociedad Química de Perú*. 84(2), 175-182.

Ríos D., Salmerón I., Quintero A., Pérez S. y Cisneros S. (2023). Producción y cuantificación de carbohidratos a partir de residuos lignocelulósicos por hongos del género *aspergillus*. *Journal of basic sciences*. 24. 15-27.

Rivas S. (2014). Valoración de hemicelulosas de biomasa vegetal. Tesis doctoral. *Universidad de Vigo España*. 19-24

Rodríguez R., Ruiz H., Cerqueira M., Silva H. (2013). Biorefinery valorization of autohydrolysis wheat straw hemicellulose to be applied in a polymer-blend film. *Carbohydrate Polymers. Elsevier Inc.* 92(2), 2154-2162.

Rolón H., Acevedo C., Villamizar Y. (2019). Análisis térmico, modelamiento matemático y simulación de un reactor de agitación discontinuo para volumen específico. *Revista UIS Ingenierías*. 18(1), 39-48.

Rouf S., Douglas P., Moo-Young M. & Scharer J. (2001). Computer simulation for large scale bioprocess design. *Biochemical engineering journal*. 8(3), 229-234.

Secretaría de Agricultura, Ganadería, Desarrollo Rural, Pesca y Alimentación. (2017). Planeación agrícola nacional, piña mexicana. *Subsecretaria de agricultura*.

Secretaría del Medio Ambiente y Recursos Naturales. (2012). Compendio de estadísticas ambientales indicadores clave y desempeño ambiental. *Informe de la situación del medio ambiente en México*.

Sigüencia J., Soler J., Menéndez M. (2018). Hidrólisis ácida de cascarilla de arroz para la generación de azúcares reductores. *Jornada de Jóvenes Investigadores del I3A*. 6, 2341-4790.

Vázquez M. & Guerra M. (2011). Computer simulation of microbial transglutaminase production from potato wastes. *Elsevier Inc.* 1, 736-741.