



UNIVERSIDAD NACIONAL DE RIO CUARTO
FACULTAD DE INGENIERIA



Informe Practica Profesional Supervisada

“Evaluación de la variación de la densidad de mosto de maíz en el tiempo, respecto de la temperatura y el porcentaje de sólidos totales, durante la etapa de licuefacción, enfriamiento post licuefacción y fermentación en ensayos de planta experimental”

Alumna: Chiappero, Naara Ivonne

Tutor UNRC: Bettera, Carlos

Tutor Bio4: Frola, Fabiana

Lugar de realización: Bioetanol Rio Cuarto S.A

Periodo de realización de la práctica: 21/08/2018 -30/10/2018

Fecha de presentación del informe: 20/12/2018

Resumen

En el presente informe se detallan las actividades realizadas en la industria Bioetanol Rio Cuarto S.A. en marco de la Practica Profesional Supervisada de la carrera Ingeniería Química.

Se desarrollaron tareas en la Planta Experimental de la empresa mencionada con el fin de cumplir el objetivo del plan de trabajo el cual fue, evaluar la variación de la densidad de mosto de maíz en el tiempo, respecto de la temperatura y el porcentaje de sólidos totales, durante la etapa de licuefacción, enfriamiento post licuefacción y fermentación en ensayos de Planta Piloto. Además de esto, se realizaron actividades para lograr una buena introducción en el ámbito laboral y desarrollar el rol del Ingeniero Químico en la industria.

En la sección de resultados del presente informe se muestra un análisis no solo de la variación de la densidad en las diferentes etapas del proceso sino también de la importancia de esta propiedad en el cálculo de eficiencia del proceso.

Como conclusión, la realización de esta experiencia se considera positiva ya que se logró cumplir con todos los objetivos planteados y además de esto, se tuvo crecimiento en cuanto a lo académico y personal.

Índice

Resumen	2
1 - OBJETIVOS	5
1.1 OBJETIVOS GENERALES	5
1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	5
1.3 OBJETIVOS ALCANZADOS	5
2 - DESCRIPCIÓN DE LA EMPRESA	6
2.1 PRESENTACIÓN	6
2.2 ÁREA DE LA EMPRESA EN DONDE SE DESARROLLA LA PRÁCTICA	6
2.3 BREVE DESCRIPCIÓN DEL PROCESO	7
2.3.1 Proceso planta Bio4	7
2.3.2 Proceso planta experimental	10
Diagrama de Bloques de proceso de planta experimental	11
2.3.3 Tecnología y equipamiento empleados en planta experimental	12
2.3.3 Tecnología y equipamiento empleados en el laboratorio	13
2.4 ORGANIGRAMAS	14
2.4.1 Organigrama general	14
2.4.2 Organigrama área de calidad	15
3 - DESCRIPCIÓN DE LAS ACTIVIDADES REALIZADAS	16
3.1 ACTIVIDAD 1: Inducción de ingreso a la planta	16
3.2 ACTIVIDAD 2: Estudio de normas que alcanzan al sistema de producción	17
3.3 ACTIVIDAD 3: Ensayos Piloto	17
3.4 ACTIVIDAD 4: Análisis de resultados	21
3.4.1. Etapa de licuefacción	21
3.4.1.1 Variación de la densidad con el tiempo	22
3.4.1.2 Efecto de la Temperatura	22
3.4.1.3 Efecto del porcentaje de sólidos totales	23
3.4.2 Etapa de fermentación	24
3.4.2.1 Efecto de la Temperatura	25
3.4.2.2 Efecto del porcentaje de sólidos	26
3.4.3 Sensibilidad de la eficiencia a la densidad	27

4 - CONCLUSIÓN	29
5 - BIBLIOGRAFÍA	30
ANEXO I – Características Equipos	31
Calentador eléctrico CL1701	31
Intercambiador de calor IC1701	32
Molino MG1701	32
Tanque licuefactor y fermentador TQ1701-TQ1702	33
Tolva de almacenamiento TA1701	34
Torre de enfriamiento TE1701	35
ANEXO II – Tablas de resultados de ensayos	36
ANEXO III – Ecuaciones empleadas para el análisis de sensibilidad	39

1 - OBJETIVOS

1.1 OBJETIVOS GENERALES

- ∉ Desarrollar habilidades prácticas propias de la actividad profesional en una planta industrial a escala piloto.
- ∉ Participar proactivamente en el ámbito laboral, procurando una buena comunicación con todo el personal de la planta.
- ∉ Analizar los procesos de licuefacción de mosto de maíz, enfriamiento post licuefacción y fermentación.
- ∉ Medir y determinar el comportamiento de la densidad de cada etapa respecto del tiempo, temperatura de la mezcla y porcentaje de sólidos totales.

1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- ∉ Reconocer la planta industrial de la empresa Bio4: el organigrama de la empresa, sus instalaciones, el proceso de producción de bioetanol de maíz y la tecnología empleada; y las normas que alcanzan al sistema de producción.
- ∉ Planificar los ensayos experimentales de fermentación a desarrollarse en planta experimental.
- ∉ Realizar los ensayos previamente planificados en planta piloto.
- ∉ Desarrollar habilidades para la redacción de documentos técnicos, protocolos y manuales de trabajo de plantas industriales.

1.3 OBJETIVOS ALCANZADOS

Durante el periodo que se realizó la Práctica Profesional, se cumplieron satisfactoriamente todos los objetivos planteados.

Además se logró un objetivo adicional con la ejecución de un ensayo de propagación. Éste se llevó a cabo para determinar cómo se ve afectado el recuento de levaduras por la adición de digestato durante la propagación.

2 - DESCRIPCIÓN DE LA EMPRESA

2.1 PRESENTACIÓN

Datos de la empresa:

- € Nombre: Bioetanol Río Cuarto S.A.
- € Domicilio: Avenida Godoy Cruz N°625, Río Cuarto, Córdoba.
- € Teléfono: (0358) 421 0620.

Bioetanol Río Cuarto S.A. es una empresa agroindustrial del tipo Sociedad Anónima, cuyos socios son productores agropecuarios de Río Cuarto y la zona.

El objetivo de Bio4 es darle valor agregado a los granos de maíz producidos en la región, transformándolos en energía y alimento.

El diseño permite contar con una capacidad instalada para procesar 210.000 toneladas de maíz por año, lo que permite producir su producto principal, 250 m³/día de alcohol anhidro (99,5% v/v), de los cuales 50 millones de litros anuales corresponden al cupo otorgado por la Secretaría de Energía de la Nación. Como subproductos se obtiene 550 ton/día de burlanda de maíz húmeda, que se comercializa como alimento para ganado, y 190 ton/día de CO₂. Este gas actualmente se vende, pero la empresa tiene proyectado utilizarlo en un invernadero.

2.2 ÁREA DE LA EMPRESA EN DONDE SE DESARROLLA LA PRÁCTICA

El área donde se realizó la Práctica Profesional Supervisada fue la planta experimental.

Este sector surgió en el año 2012 gracias a un proyecto presentado ante el Ministerio de Ciencia y Tecnología de la Nación conjuntamente con la Universidad Nacional de Río Cuarto, con el objetivo de realizar ensayos modificando variables y/o condiciones del proceso principal y evaluar cómo éstas afectan la eficiencia, productividad y otros parámetros del proceso. A comienzos de 2018 la planta experimental pasó a depender del área de Calidad de Bio4.

En el curso de la práctica, se evaluó el comportamiento de las densidades del mosto formulado con digestato (efluente de planta de biogás) en el proceso de fermentación alcohólica.

Para cumplir con los objetivos especificados se trabajó un total de 200 h, desde el 21 de Agosto al 30 de Octubre de 2018. Se cumplieron 20 horas semanales (de lunes a viernes), en el horario de 9 h a 13 h a excepción de las semanas de ensayo donde se cumplieron con 6 horas en horarios rotativos (6 h a 12 h, 12 h a 18 h o 16 h a 22 h).

2.3 BREVE DESCRIPCIÓN DEL PROCESO

2.3.1 Proceso planta Bio4

1) Recepción y acondicionamiento de la materia prima:

Esta es la primera etapa del proceso de producción de bioetanol. Aquí se le realiza un calado al camión que contiene el cereal para obtener una muestra representativa y luego por medio de análisis fisicoquímicos se define si el maíz cumple con la calidad adecuada. Solo si el grano está en condiciones se recibe a granel, se pesa, se descarga y se almacena en silos.

Antes de ser incorporado al proceso, el maíz pasa por separadores ciclónicos donde se elimina toda impureza que pueda contener.

2) Molienda:

El maíz limpio se envía por cintas transportadoras hasta un molino para reducir el tamaño de los granos y exponer los gránulos de almidón.

3) Pre licuefacción:

Luego de la molienda, la harina se envía a tanques denominados prelicuefactores, donde se adiciona alfa-amilasa y una *mezcla aguas* para obtener lo que se denomina mosto. La mezcla de aguas se conforma por diferentes porciones de agua de proceso, condensado, rechazo de osmosis y digestato, la proporción de cada una de ellas la determina la empresa.

En este punto se regula el pH a valores óptimos para la acción de la enzima.

4) Licuefacción y Post licuefacción:

El mosto prelicuificado se transporta a tanques denominados licuefactores, donde se mantiene a 85 °C durante 4 horas.

La licuefacción consta de dos etapas. En la primera ocurre la gelatinización, proceso por el cual el agua ingresa a la estructura del almidón haciendo que este se hinche, esto favorece la acción de la enzima. En la segunda etapa, se inicia la degradación de la estructura del almidón mediante su hidrólisis enzimática obteniendo cadenas menores llamadas dextrinas, las cuales finalmente se reducen a azúcares fermentables tales como la glucosa.

Una vez finalizada la licuefacción el mosto se enfría por medio de intercambiadores de calor y luego se envía a los tanques fermentadores.

5) Sacarificación y Fermentación (SSF):

La sacarificación es la etapa donde se produce la liberación de azúcares.

En este punto del proceso productivo se adiciona la enzima glucoamilasa, la cual trabaja sinérgicamente en la liberación de glucosa. Este azúcar simple luego es convertido a etanol mediante la acción de microorganismos (*Sacaromyces cereviceae*, cepa Ethanol Red) en la Fermentación.

Antes de dar comienzo a la etapa de SSF se realiza la hidratación y propagación de levaduras.

5.1) Hidratación de las levaduras: Las levaduras secas, compradas a un proveedor, se mezclan con agua para recuperar parte del agua estructural, y con ello, su capacidad para alimentarse y reproducirse.

5.2) Propagación: En este proceso las levaduras ya hidratadas se multiplican, obteniéndose lo que se denomina propagado. Se busca incrementar entre 5 a 15 veces la biomasa inicial de los microorganismos controlando adecuadamente la temperatura e

higiene dentro de los tanques, en esta etapa además se adiciona urea, antimicrobianos y se provee de oxígeno mediante aire comprimido.

5.3) Fermentación: El proceso fermentativo comienza cuando el mosto post licuificado se lleva a temperatura de fermentación y se mezcla con las levaduras propagadas. La fermentación tiene una duración de 60 h donde la temperatura debe mantenerse en 33 °C que es la de desarrollo óptimo de las levaduras. Durante esta etapa, se alimentan de los azúcares simples presentes en el mosto, como resultado la glucosa se convierte en etanol. La actividad de las levaduras libera calor, es por esto que debe controlarse adecuadamente la temperatura.

Cada fermentador se dosifica con urea, agente microbiano y glucoamilasa.

6) Destilación:

Terminada la etapa de fermentación, se bombea el mosto hacia la columna de destilación. Primero, la mezcla pasa por un desgasificador, donde el mosto se precalienta. Posteriormente, este se envía a la columna, donde se produce la evaporación del alcohol, alcanzando una concentración entre 65 °GL y 75 °GL. Luego el alcohol circula hacia las columnas de rectificación en las que se logra un mayor enriquecimiento de los vapores, produciéndose un grado alcohólico de 96 °GL.

Del producto de fondo se obtiene vinaza pesada, que tras un proceso de centrifugado, da lugar a dos subproductos denominados burlanda húmeda y vinaza liviana. La primera se destina a alimento para ganado, mientras que la segunda, actualmente, una porción se envía a evaporadores donde se obtiene por un lado, un jarabe enriquecido en grasas y proteínas y por otro, condensado el cual se lo recircula al proceso con el fin de minimizar el consumo de agua. El jarabe obtenido por evaporación se lo adiciona a la burlanda húmeda para aumentar su valor nutricional. La otra porción de vinaza liviana se envía a un digestor.

6) Deshidratación:

El alcohol de alta pureza proveniente de la destilación pasa por un sistema de filtros moleculares encargado de extraer el agua de la mezcla etanol-agua por medio de un

mecanismo de ósmosis inversa. De esta operación se obtiene alcohol con una pureza del 99,5% y un efluente denominado rechazo de osmosis inversa.

Al alcohol anhidro obtenido se le adiciona Benzoato de Denatonio para poder ser despachado como alcohol combustible.

7) Almacenamiento del etanol:

El alcohol se almacena en tanques hasta que se carga en camiones cisternas para su distribución.

2.3.2 Proceso planta experimental

1) Almacenamiento del cereal:

En un espacio delimitado se encuentran en bolsas de 25 kg el cereal que se utilizan en los ensayos. Las semillas se traen de la planta principal, por lo que cumplen con los estándares de calidad de Bio4.

2) Carga del cereal:

De acuerdo a la receta, previamente establecida para el ensayo, primero se pesa en una balanza la cantidad de cereal necesaria y luego se carga en la tolva (TA1701), haciendo uso del sinfín (RT1701).

3) Molienda:

Se hace pasar el cereal a través de un molino de martillos (MG1701) para obtener un polvo fino.

4) Licuefacción:

En el tanque licuefactor (TQ1701), se carga la *mezcla de aguas*. Las proporciones de líquido que constituyen la mezcla depende de la receta pautada por la empresa para el ensayo.

En caso que se utilice digestato en la mezcla, ésta se debe recircular durante 2 hs a una temperatura de 90 °C, con el fin de disminuir su carga microbiana.

Luego de lo mencionado, se da inicio a la licuefacción. Primero se adiciona al tanque la harina de maíz, utilizando el sinfín (RT1702). Una vez finalizada la carga se adiciona la enzima alfa-amilasa, se corrige el pH y se mantiene la mezcla a 85 °C por 4 h.

5) Fermentación:

Finalizado el proceso de licuefacción, el mosto se enfría hasta la temperatura óptima de fermentación, haciendo circular por un lado del intercambiador de espiral (IC 1701) el mosto caliente y por el otro agua proveniente de la torre de enfriamiento (TE1701). Luego, se realiza el trasvase del mosto desde el tanque licuefactor (TQ1701) al tanque fermentador (TQ1702) y se adiciona el propagado, la enzima glucoamilasa y urea. En esta etapa el mosto se debe mantener a 33 °C durante 60 h.

6) Despacho del mosto fermentado:

Después de las 60 h de fermentación, el mosto se despacha en bins y se llevan a la planta principal para ser destilado.

7) Limpieza y desinfección:

En esta última etapa del ensayo, se llevan a cabo actividades destinadas a eliminar los restos de sólidos adheridos a paredes de tanques, agitadores y cañerías, también limpieza de los envases de muestreo, y orden del lugar. Según lo establecido por las normas 5S que la empresa aplica.

Diagrama de Bloques de proceso de planta experimental

En la figura 1 se muestra el diagrama de bloques del proceso llevado a cabo para la producción de etanol en el área donde se desarrollo la práctica.

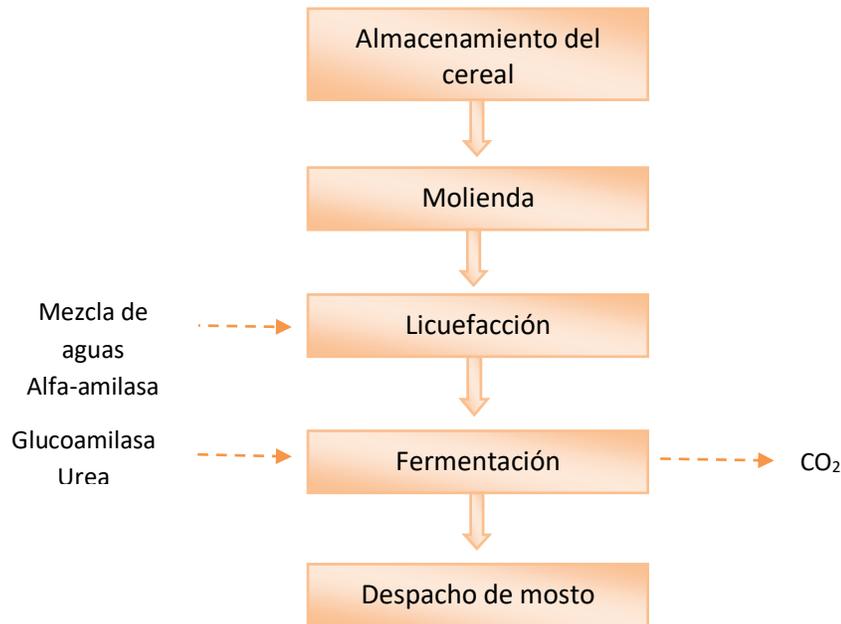


Figura 1 Proceso de producción de etanol en planta experimental

2.3.3 Tecnología y equipamiento empleados en planta experimental

El equipamiento con el que cuenta la planta experimental para el desarrollo de las experiencias son los que se detallan a continuación:

- € Sinfín (RT1701): Equipo encargado de transportar el cereal entero a la tolva de almacenamiento (TA1701).
- € Tolva de almacenamiento (TA1701): Tolva de forma trapezoidal. Almacena el grano entero, posee una clapeta en la parte inferior que con su apertura alimenta el molino (MG1701).
- € Molino (MG1701): Molino de martillos que recibe el grano entero, proveniente de la tolva de almacenamiento (TA1701), lo muele y descarga a un segundo sinfín (RT1702).
- € Sinfín (RT1702): Equipo encargado de transportar el cereal luego de la molienda hacia el tanque licuefactor (TQ1701).
- € Tanque licuefactor (TQ1701) y tanque fermentador (TQ1702): Tanques contenedores de mosto en las etapas de licuefacción y fermentación. Ambos poseen la misma forma y volumen, tienen dispositivos para el control de temperatura (PT100) y nivel (PLC), además están equipados con agitadores (AG1701-AG1702).

El fermentador, a diferencia del licuefactor, posee una camisa para remover el calor que se genera en esta etapa por la actividad de las levaduras. Estos están conectados por medio de cañerías, con la impulsión de la bomba centrífuga (BO1701) se puede trasvasar el mosto del TQ1701 al TQ1702.

- ∉ Intercambiador de calor (IC1701): Tipo espiral, por un conducto circula mosto y por el otro, según las necesidades del proceso, puede pasar agua caliente, proveniente del calentador eléctrico (CL1701) o agua fría, derivada de la torre de enfriamiento (TE1701).
- ∉ Calentador eléctrico (CL1701): Consta de un tanque con resistencias eléctricas, las cuales calientan el agua de servicio que se necesita para las etapas de tratamiento de térmico, licuefacción y desinfección de los equipos. Posee dos termostatos para setear las temperaturas máximas y mínimas, y además, está equipado con un manómetro, el cual está enlazado a un sistema de alarma que da aviso si el equipo entra en falla.
- ∉ Torre de enfriamiento (TE1701): Equipo encargado de proveer al proceso agua de servicio fría en la etapa de fermentación. Posee un ventilador (VE1701), el cual se enciende únicamente en los días calurosos.

En el Anexo I se presentan imágenes de los equipos mencionados junto con sus respectivas características.

2.3.3 Tecnología y equipamiento empleados en el laboratorio

Para analizar las muestras tomadas en las diferentes etapas del ensayo, se utilizaron los siguientes equipos, los cuales se encuentran en el laboratorio de calidad.

- ∉ NIR (Región espectral del infrarrojo cercano): En este equipo se determinan los parámetros de % ST¹, cantidad de glucosa, DP4² y etanol.

El NIR analiza las bandas de absorción de la muestra y por medio de una curva de calibración previamente cargada, arroja el resultado. Esta curva de calibración se selecciona en el equipo dependiendo de la etapa del ensayo que se va a analizar.

¹ Porcentaje de sólidos totales: contenido de sólidos en suspensión.

² Azúcares no fermentables.

- € pH-metro: Dispositivo sencillo, que consta de un electrodo, el cual por un método electroquímico mide el pH de la muestra. Además posee con un sensor de temperatura que permite corregir el resultado.
- € Termobalanza: Equipo empleado para determinar de manera exacta el porcentaje de sólidos totales. En esta balanza, se pesan 5 g de la muestra, y luego mediante un calentamiento a 105 °C durante unos 25-30 min, se obtiene el porcentaje de agua evaporada.
- € Balanza analítica y probeta: Elementos que se utilizan para obtener la masa de una determinada cantidad de volumen y de esta forma poder determinar la densidad.
- € Zonytest: Equipo vibrador integrado por una serie de tamices, mediante el cual se obtiene la distribución de tamaños del maíz molido para el análisis granulométrico.
- € Foss: Permite obtener datos de humedad porcentual, cantidad almidón, proteínas y grasas del maíz entero.
- € HPLC (Cromatografía líquida de alta eficiencia): Esta técnica se utiliza para la determinación de ácido láctico, ácido acético, y glicerol de manera exacta.
- € RAT: El recuento de aerobios totales se realiza para observar la cantidad de bacterias viables totales y así determinar si hay contaminación en la etapa analizada.

2.4 ORGANIGRAMAS

2.4.1 Organigrama general

En la figura 2 se exhibe el organigrama de la empresa Bioetanol Rio Cuarto S.A. Como se observa el tipo de estructura organizacional es lineal ya que entre el superior y los subordinados existen líneas directas y únicas de autoridad y responsabilidad.

La práctica profesional se realizó en el área de calidad de la empresa mencionada.

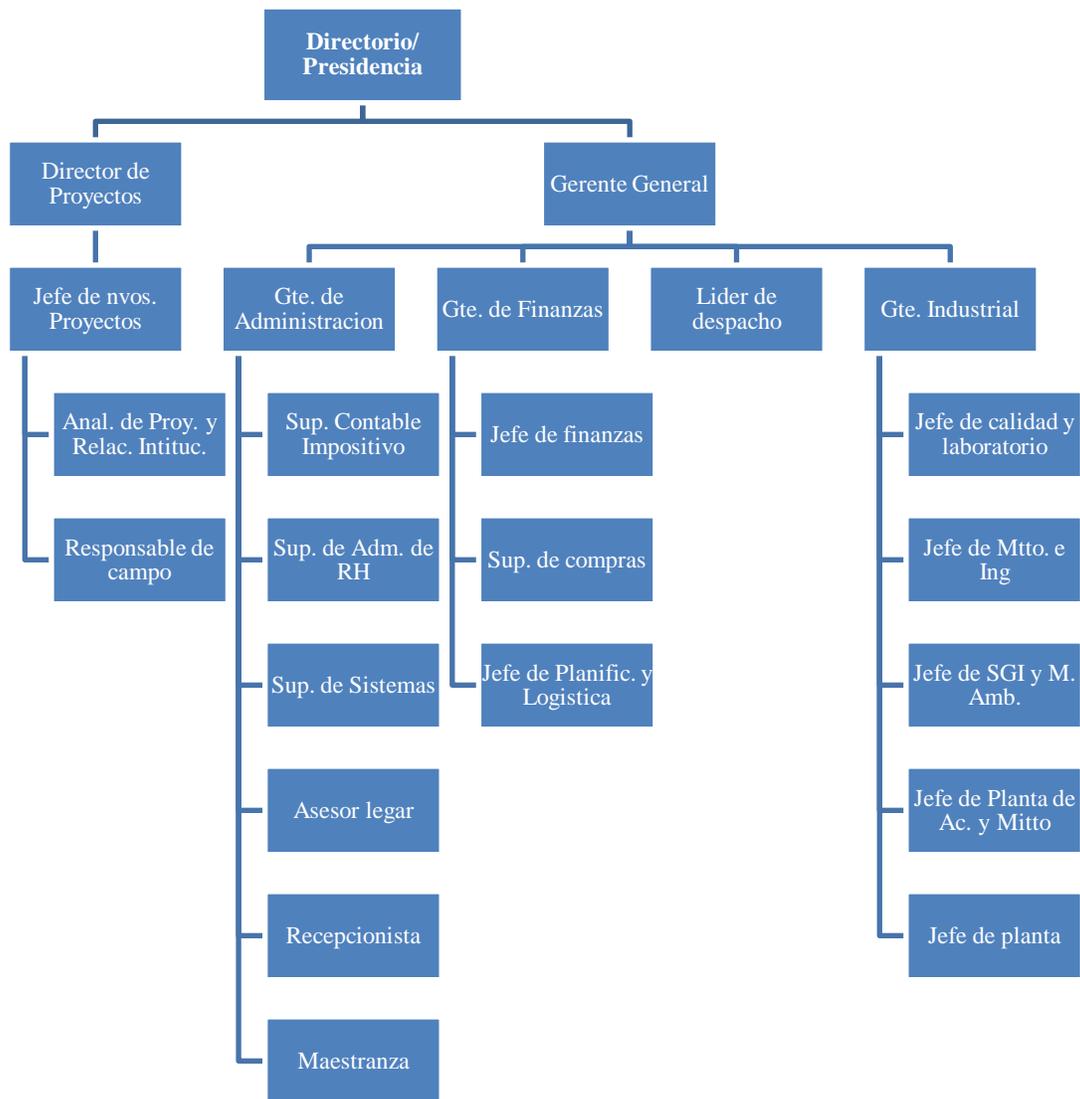


Figura 2 Organigrama General de la empresa

2.4.2 Organigrama área de calidad

En la figura 3 puede apreciarse la estructura organizacional del área específica donde se desarrollaron las actividades en marco de la práctica profesional.

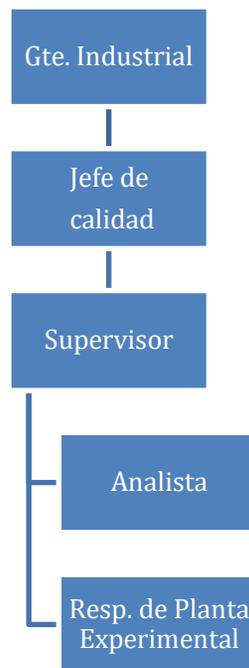


Figura 3 Organigrama del área de calidad

3 - DESCRIPCIÓN DE LAS ACTIVIDADES REALIZADAS

3.1 ACTIVIDAD 1: Inducción de ingreso a la planta

Antes de comenzar con las actividades planteadas, se recibió una capacitación de las normas de Higiene y Seguridad vigentes en Bio4, junto con ello se recibieron por parte de la empresa todos los elementos de protección personal: casco, zapatos de seguridad, protectores auditivos y gafas.

La primera actividad que se realizó en marco de la Práctica Profesional Supervisada fue relevamiento de las instalaciones tanto de la planta principal como de la planta experimental. En esta instancia se tomó conocimiento, a grandes rasgos, de todo el proceso de producción de etanol a partir de maíz y de las operaciones puestas en juego en cada área.

Otra de las tareas que se realizó en este punto, fue el estudio y análisis de los manuales, instrucciones operativas, y otras documentaciones de referencia del área donde se realizó la práctica. De esta manera se pudieron reconocer de mejor modo las diferentes etapas del proceso productivo y su seguimiento a la hora de realizar el ensayo.

Duración de la actividad: 32 h.

3.2 ACTIVIDAD 2: Estudio de normas que alcanzan al sistema de producción

En esta actividad se tomaron las siguientes capacitaciones:

1. **Técnicas de laboratorio para determinaciones analíticas:** Primero, se estudiaron las instrucciones operativas de cada una de las técnicas a realizar para el análisis de las muestras. Después de esto, se recibió la capacitación pertinente a cargo de la tutora de la práctica para la utilización de los equipos (NIR, Termobalanza, FOSS y Zonytest).
2. **Sistema 5S:** Se tomó conocimiento de lo que expresa esta norma y los pasos comunes de cada una de las etapas. Luego, se hizo un relevamiento del área para visualizar los sectores donde se aplica dicha norma.
Esta política establece una modalidad de trabajo para lograr su mejoramiento continuo. Cabe destacar que durante todo el periodo se operó aplicando el sistema 5S.
3. **Higiene y Seguridad:** Se recibió la capacitación correspondiente y se brindaron por parte de la empresa todos los elementos de seguridad necesarios.
4. **Sistema de Gestión Integrado (SGI):** Se capacitó acerca de la clasificación de residuos vigente en la empresa y se mencionó el compromiso adoptado.

Duración de la actividad: 8 h.

3.3 ACTIVIDAD 3: Ensayos Piloto

Se participó activamente desarrollando habilidades para la puesta en marcha y parada de equipos, muestreo y análisis de datos, registro de variables operativas y control de parámetros críticos.

Se ejecutaron en total cuatro ensayos de fermentación alcohólica.

El ensayo en sí estaba dividido en tres grandes etapas, la primera comprendía todas las tareas previas a la prueba, el ensayo propiamente dicho y finalmente las actividades de limpieza y desinfección de equipos.

Actividades previas al ensayo:

1. *“Check List”*: Días antes a la ejecución de cada prueba, se realizó el “check list” de la planta, donde se verificó que los tanques estuvieran limpios, todos los instrumentos necesarios (pHmetro, termómetro) estuvieran calibrados y en el lugar asignado, se aseguró tener “stock” de los insumos a usar (enzimas, guantes, barbijos), que no se encontraran vencidos los elementos del botiquín de primeros auxilios, etc.
2. *Carga de maíz a TA1701*: Se pesó la cantidad de maíz pautada en la receta y se cargó a la tolva TA1701 a través del sinfín RT1701.
3. *Carga de mezcla de aguas a TQ1701*: Se filtró y se cargó al tanque licuefactor la cantidad necesaria de digestato junto con agua de proceso y condensado.
4. *Preparación de envases para muestreo*: Se chequeó la disponibilidad de todos los recipientes para el muestreo, se desinfectaron con alcohol y se rotularon siguiendo una instrucción operativa.

Actividades en el ensayo:

1. *Tratamiento térmico de la mezcla de aguas*: En primer lugar se puso en marcha el sistema de calentamiento. Al alcanzar la temperatura requerida para el agua de calefacción, se comenzó a calentar la mezcla de aguas. Esta se llevó a 90 °C, haciéndola circular por el intercambiador de calor de espiral, donde, como fluido calefactor se utilizó agua proveniente del calentador eléctrico.
El tratamiento térmico tenía una duración de 2 h con agitación constante para lograr homogeneidad dentro del tanque. Se controló continuamente en esta etapa la temperatura.
Aquí se controlaron también la temperatura y presión del sistema de calefacción.

2. *Molienda* y generación de mosto: Una vez finalizado el *Tratamiento térmico de la mezcla de aguas*, se dió comienzo a la molienda del maíz. A la salida del molino se tomó una muestra para analizar la distribución de partículas mediante la técnica del Zonytest. La harina obtenida se transportó por medio de sinfín hacia el tanque licuefactor obteniéndose el mosto.

Cuando culminó la molienda, se tomó muestra del mosto para determinar el pH y corregirlo al valor óptimo mediante la adición de ácido sulfúrico al 98%. De esta tarea solo se encargó la tutora.

3. *Licuefacción*: Una vez obtenido el mosto, se llevó a la temperatura adecuada (85 °C) y se añadió la enzima alfa-amilasa.

Esta fase tenía una duración de 4 h, donde para la óptima actividad de la enzima, se tuvo un control estricto de la temperatura. Para mantenerla a 84-85 °C se manipuló una serie de válvulas que admitían el paso o no del mosto por el intercambiador.

Se tomaron muestras en la hora 0, 2 y 4 de licuefacción para realizarle los siguientes análisis:

- pH
- NIR
- Termobalanza
- RAT
- Densidad**

4. *Enfriamiento*: Alcanzada la hora 4 de licuefacción, el mosto se enfrió hasta 33-34 °C. Para ello, primero se paró el sistema de calefacción y luego se habilitó el paso de agua de servicio fría proveniente de la torre de enfriamiento al intercambiador.

Aquí se tomó una muestra para analizar la variación de la densidad con el descenso de temperatura.

5. *Carga de propagado y trasvase de mosto al tanque fermentador*: Se cargó el propagado proveniente de la planta principal al tanque fermentador, empleando una

bomba centrífuga portátil. Una vez que el mosto llegó a la temperatura de trabajo se trasvasó del tanque licuefactor al fermentado manipulando un conjunto de válvulas para tal fin. Finalizados ambos procedimientos se encendió el agitador y la bomba para comenzar a recircular y favorecer el mezclado.

6. *Fermentación:* Al comienzo de esta etapa se adicionaron las cantidades ya preparadas de urea y glucoamilasa. La fermentación tenía una duración de 60 h, donde se controló el nivel y que la temperatura no superara los 33 °C. Si la temperatura se elevaba, por la actividad de las levaduras, se encendía la bomba que alimentaba de agua fría a la camisa del fermentador.

Durante esta operación se tomaron muestras cada 6 h donde se realizaron las siguientes técnicas analíticas:

- pH
- NIR
- Termobalanza
- HPLC
- RAT
- Recuento
- Densidad**

7. *Despacho de mosto:* Dado que en la planta experimental el destilador se encontraba fuera de servicio, no fue posible realizar esta operación en los ensayos. Debido a esto, una vez finalizada la fermentación el mosto se trasvasó del tanque fermentador, manipulando un conjunto de válvulas, a un bin de despacho, el cual luego se llevó al área de destilación de la planta principal.

Actividades de Limpieza y desinfección:

En primer lugar, se enjuagaron con agua fría los tanques y cañerías puestos en juego en el proceso, aquí se trató de eliminar todos los restos sólidos adheridos. Luego de esto, se encendió el sistema de calentamiento y se hizo circular agua caliente (95 °C) por los

tanques e intercambiador para poder eliminar toda carga orgánica y microbiana que hayan podido contener.

Además de esto, se hizo una limpieza general del lugar, se eliminó el polvillo del molino y equipos cercanos a este con aire comprimido, también se desagotó y limpió la torre de enfriamiento.

Duración de la actividad: 100 h

3.4 ACTIVIDAD 4: Análisis de resultados

3.4.1. Etapa de licuefacción

En el gráfico 1 se observa que la densidad no sigue la misma tendencia en todos los ensayos. Esto se debe a algunos inconvenientes ocurridos durante las pruebas, donde se tuvo que adicionar maíz para alcanzar el % ST óptimo para el inicio de la fermentación.

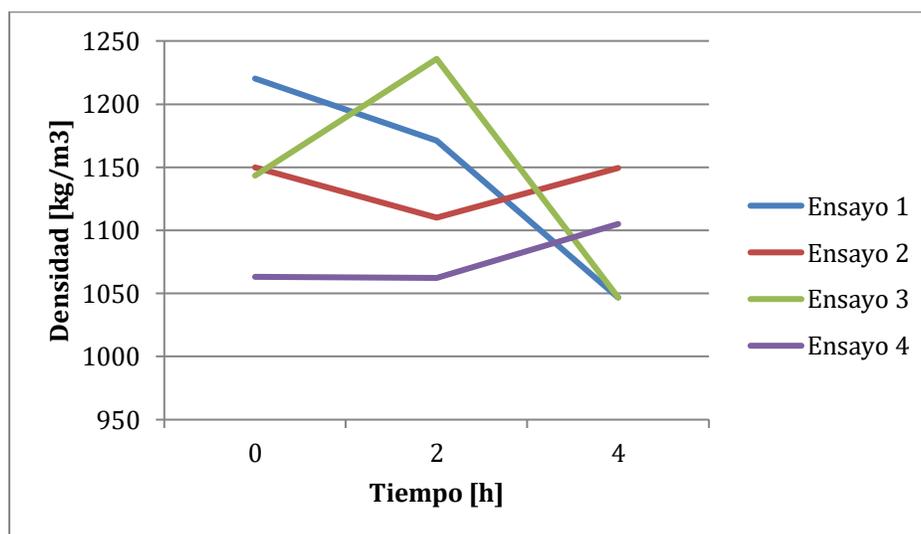


GRÁFICO 1 VARIACIÓN DE LA DENSIDAD EN CADA ENSAYO

El problema mencionado ocurrió en los ensayos 2 y 3, donde se adiciono cereal en las horas 4 y 2 respectivamente. En estos periodos puede visualizarse un aumento brusco en la propiedad analizada. Es por esto que ambos se descartan para el análisis siguiente, ya que estos ensayos no son representativos del proceso real.

Se tomaron los datos de los ensayos 1 y 4 y se promediaron para continuar con el análisis.

3.4.1.1 Variación de la densidad con el tiempo

En el gráfico 2 se presenta la variación de la densidad con respecto al tiempo.

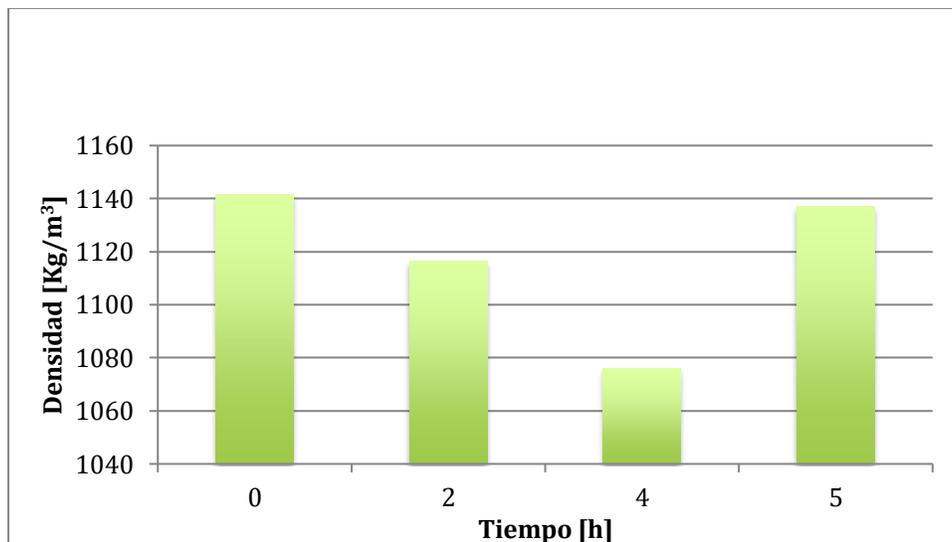


GRÁFICO 2 VARIACIÓN DE LA DENSIDAD EN LA LICUEFACCIÓN

La tendencia de la densidad con el tiempo es a disminuir desde 1142 kg/m^3 a 1075 kg/m^3 . El último punto (hora 5), de densidad 1137 kg/m^3 corresponde a la etapa de post licuefacción, donde el mosto se enfría desde $85 \text{ }^\circ\text{C}$ a $33 \text{ }^\circ\text{C}$.

3.4.1.2 Efecto de la Temperatura

En el gráfico 3 se muestra la variación de la temperatura con el tiempo, tanto de la muestra que se llevaba al laboratorio para su posterior análisis como del tanque licuefactor. Se plasman las dos en un mismo gráfico para analizar la desviación.

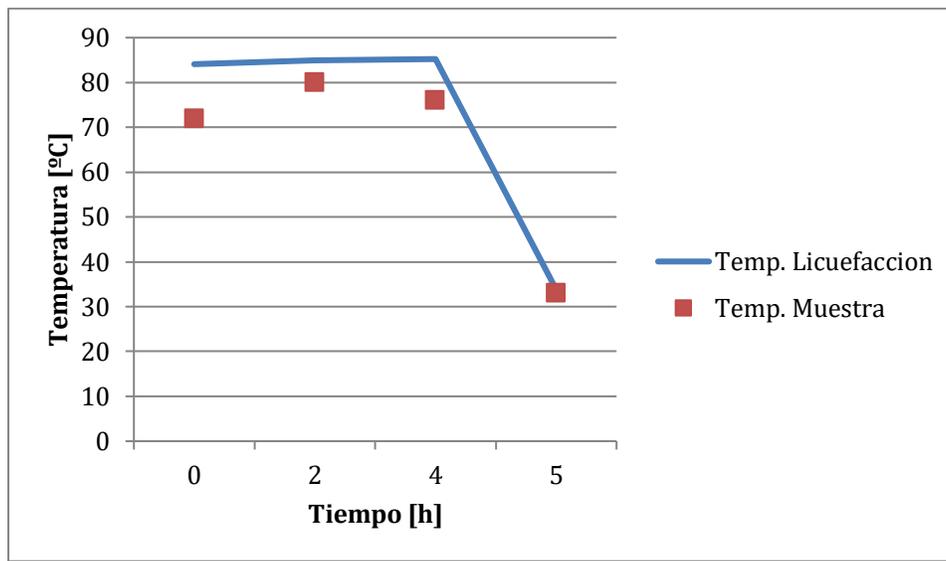


GRÁFICO 3 VARIACIÓN DE LA TEMPERATURA EN LA LICUEFACCIÓN

Como se observa, la temperatura de la muestra se mantuvo entre 72-80 °C por lo que no sufrió grandes desviaciones respecto a la del proceso.

La temperatura es una variable que afecta a la densidad. Como la fase de licuefacción es isotérmica, no puede atribuirse la disminución de la densidad observada en el gráfico 2 a esta variable.

En el caso de la etapa de post licuefacción (punto 5), la densidad si es influenciada por esta variable. Cómo se logra ver en el gráfico 2, la densidad aumenta desde 1075 kg/m³ a 1137 kg/m³ debido a la caída de 85 °C a 33 °C.

3.4.1.3 Efecto del porcentaje de sólidos totales

En el grafico 4 se representa el %ST en función del tiempo. Se puede ver que en la etapa analizada, este parámetro aumenta con el correr de las horas. Esto es debido a que se evapora cerca del 2% de la mezcla de aguas inicial.

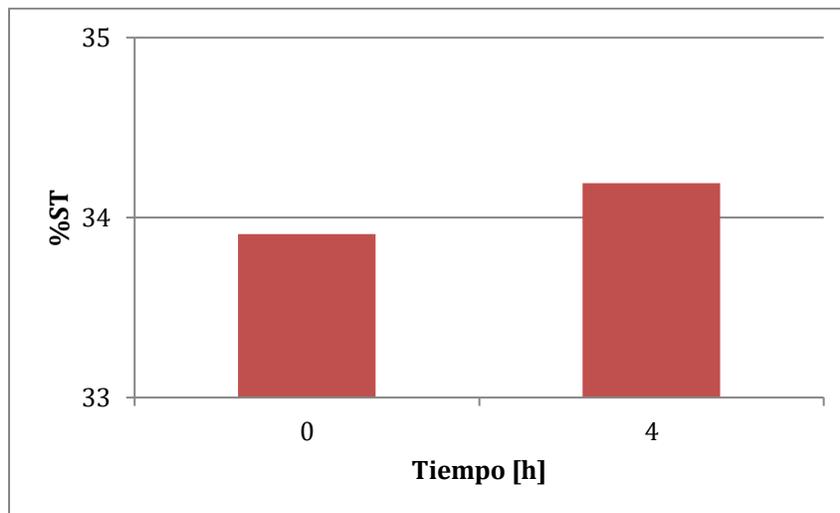


GRÁFICO 4 VARIACIÓN %ST EN LA LICUEFACCIÓN

Como se aprecia, el % ST aumenta de 33,91 a 34,19. Esto no se considera relevante, ya que el contenido de sólidos en suspensión que se busca obtener al fin de la licuefacción es 34% +/- 1. La disminución de la densidad en esta etapa tampoco se atribuye al porcentaje de sólidos totales.

En la licuefacción la densidad disminuye debido al proceso de “Gelatinización” donde el almidón, luego de estar un tiempo en contacto con el agua, comienza a absorberla, aumenta su volumen. Este aumento de volumen produce la alteración de su estructura. Cuando la temperatura llega a la adecuada (85 °C) el almidón alcanza estado gel.

La acción de la enzima alfa-amilasa es encargada de romper las grandes cadenas de azúcares en otras más pequeñas de menor peso molecular que son solubles, disminuyendo así nuevamente el volumen.

3.4.2 Etapa de fermentación

El gráfico 5 se realizó promediando la densidad de los diferentes ensayos a la misma hora de muestreo. Como se observa, la tendencia de la densidad en esta etapa es disminuir con el tiempo. Se comienza la fermentación con una densidad de 1110 kg/m³ y termina la fase con 1045 kg/m³.

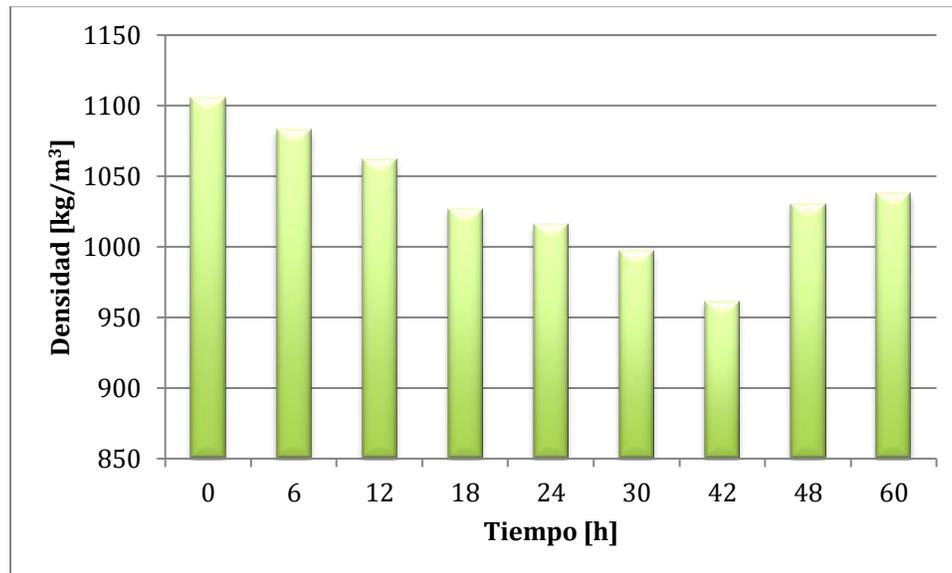


GRÁFICO 5 VARIACIÓN DE LA DENSIDAD EN LA FERMENTACIÓN

La disminución de la densidad se debe a la generación de alcohol a lo largo de la fermentación. El alcohol producido tiene una densidad de 780 kg/m^3 , menor a la del mosto al inicio de la fermentación.

3.4.2.1 Efecto de la Temperatura

En el gráfico 6 se representa con azul la variación de la temperatura en las distintas horas de fermentación en el tanque TQ1702 y con rojo las temperaturas de las muestras llevadas a laboratorio para la determinación de densidad.

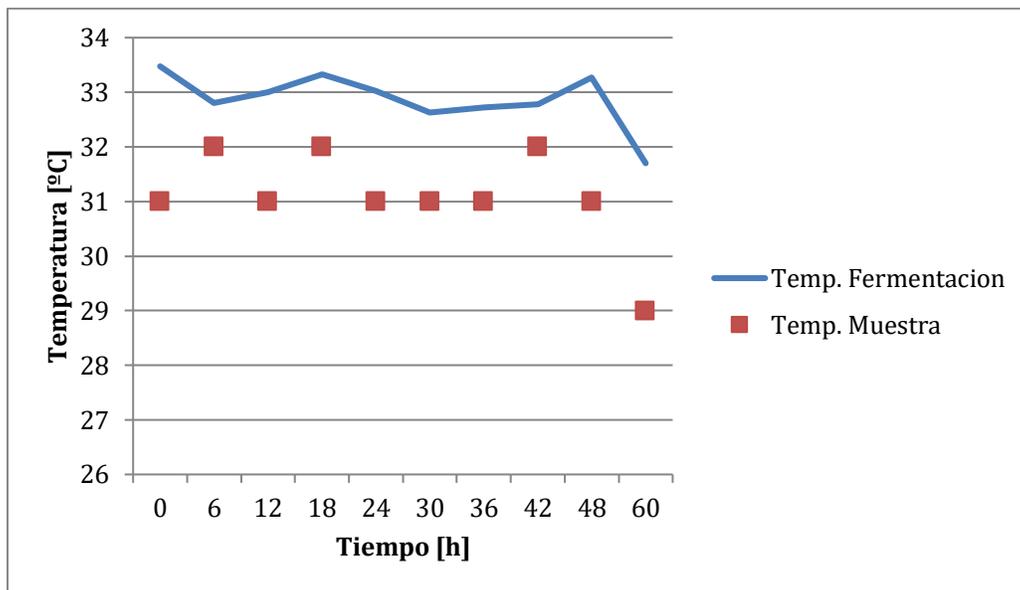


GRÁFICO 6 VARIACIÓN DE LA TEMPERATURA EN LA FERMENTACIÓN

Como se aprecia la temperatura no se desvió demasiado a la del proceso, a excepción de los últimos dos puntos, que debido a inconvenientes en el momento, se tardó en llevar la muestra al laboratorio y se tuvo una variación de 3 °C.

El aumento de densidad en la hora 48 y 60 que se observa en el gráfico 5 se debe a la desviación en la temperatura y por volatilización del alcohol.

3.4.2.2 Efecto del porcentaje de sólidos

En el gráfico 7 se representa como varían los sólidos en la etapa de fermentación. Se anexo en el mismo gráfico la variación de partículas en suspensión que se obtiene en los fermentadores de bio4, ya que fue una actividad que también se realizó en el periodo de Práctica. Se puede concluir que ambos poseen la misma tendencia a partir de la hora 6. En inicio de fermentación se tiene un desvío, ya que la manera de proceder en este punto no es la misma en la planta experimental que en Bio4 por lo que no son comparables.

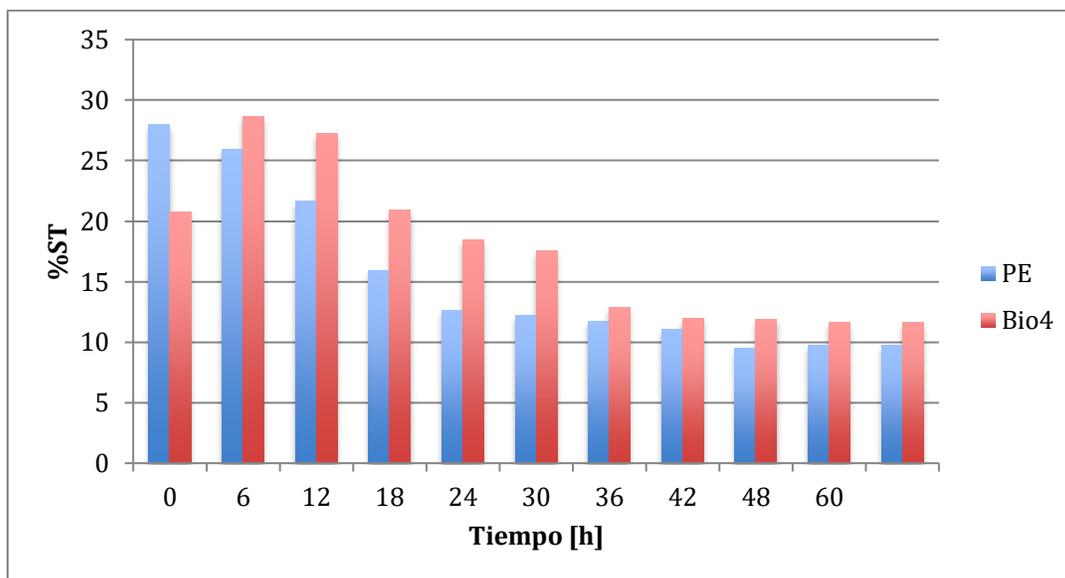


GRÁFICO 7 VARIACIÓN DE PORCENTAJE SÓLIDOS TOTALES EN LA FERMENTACIÓN

En los ensayos realizados en la planta experimental, el % ST disminuye desde el inicio al fin de fermentación. Esto se debe a la propia actividad de las levaduras, las cuales se alimentan del almidón degradado a glucosa, liberando calor, dióxido de carbono y alcohol, y reduciendo así la cantidad de sólidos.

3.4.3 Sensibilidad de la eficiencia a la densidad

El análisis de densidad se realizó con el fin de demostrar la importancia de tener un valor certero de esta propiedad en el inicio de la fermentación. Para esto se realizó un análisis de sensibilidad.

La densidad afecta de manera directa el $^{\circ}\text{GL}^3$ teórico que se debe alcanzar en cada ensayo y por lo tanto tiene efecto en la eficiencia del proceso. Cabe destacar que en cada ensayo debe lograrse una eficiencia igual o mayor al 91%. Las ecuaciones que muestran esta dependencia se detallan en el Anexo III.

De cada uno de los ensayos realizados se varió la densidad del mosto, se calculó el grado alcohólico teórico y con el dato del $^{\circ}\text{GL}$ obtenido una vez culminado el proceso

³ Grado alcohólico: es el volumen de alcohol contenido en 100 volúmenes de producto, medido a la temperatura de 20 °C.

fermentativo, se calculó la eficiencia. De cada ensayo, se realizó un promedio para obtener el gráfico de sensibilidad que se muestra a continuación en el gráfico 9. (Ver Anexo III)

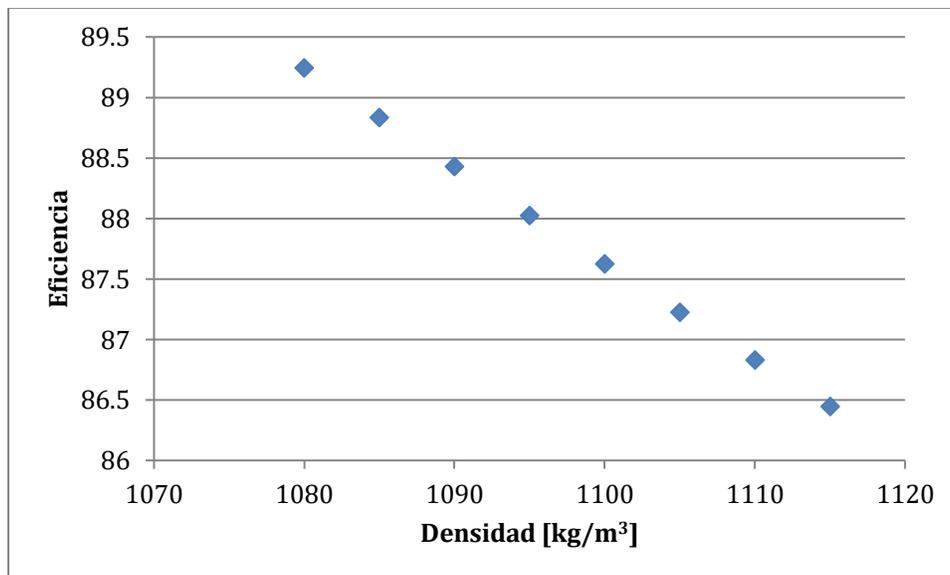


GRÁFICO 9 SENSIBILIDAD DE LA EFICIENCIA RESPECTO A LA DENSIDAD

La densidad graficada es la de comienzo de fermentación. Se analiza del gráfico, que a medida que esta propiedad aumenta, la eficiencia del proceso cae de manera significativa. Es por esto que es muy importante asegurar una buena etapa de licuefacción, donde se logre una buena gelatinización del almidón. De esta forma la densidad al comienzo de la fermentación será baja y no impactará de manera negativa en la eficiencia final.

Duración de la actividad: 60 h

4 - CONCLUSIÓN

Como conclusión, se puede afirmar que la experiencia fue beneficiosa tanto para la formación como futuro profesional como para el crecimiento personal.

Se pudieron cumplir de forma satisfactoria todos los objetivos planteados, tanto generales como específicos, al comienzo de la Práctica Profesional.

En cuanto al plan de trabajo desarrollado, fue posible realizar un análisis de la densidad en la etapa de licuefacción, post licuefacción y fermentación con respecto a la variación de sólidos totales y temperatura. Se llegó a las siguientes conclusiones: En la etapa de licuefacción la densidad se ve afectada debido al proceso de gelatinización y la acción de la enzima adicionada, en la post licuefacción, la propiedad analizada aumenta respecto a la etapa anterior debido a la disminución de la temperatura, en la última fase del proceso, la densidad se ve influenciada por la actividad de las levaduras y producción de etanol.

Cabe destacar que la eficiencia del proceso depende de manera directa de la densidad. Por esta razón, se concluye que se debería llevar un control de esta propiedad, principalmente en el comienzo de la fermentación. También se considera que la planta experimental debería estar equipada para poder realizar su determinación, sin tener que llevar la muestra al laboratorio.

Por otro lado, se participó activamente de los ensayos, donde se visualizaron situaciones problemáticas reales y se buscó arribar a soluciones inmediatas en conjunto, lo que contribuyó a incrementar la seguridad a la hora de tomar medidas y actuar frente a eventualidades. También, se desarrollaron habilidades prácticas en la puesta en marcha, operación y parada de equipos, de forma paralela se conocieron nuevas tecnologías y técnicas de laboratorio.

Por último, esta experiencia permitió introducirme en el ámbito laboral y desarrollar el rol del Ingeniero Químico en planta.

5 - BIBLIOGRAFÍA

- Manuales operativos e instructivos de **planta experimental**, Bioetanol Río Cuarto S.A.
- Manuales operativos e instructivos de **planta principal**, Bioetanol Río Cuarto S.A.
- Sitio Web Bio4, Bioetanol Río Cuarto S.A.: <http://www.bio4.com.ar>. Se accedió a esta página web en los meses de Noviembre-Diciembre de 2018.
- K.A. Jacques, T.P. Lyons, D.R. Kelsall. *The alcohol Texbook*. 4ª ed. Nottingham, 2003.

ANEXO I – Características Equipos

Calentador eléctrico CL1701

TABLA A1.1 CARACTERÍSTICAS CALENTADOR ELÉCTRICO (CL1701)

Características calentador (CL1701)		
Características Técnicas		
Consumo	126	Kw
Potencia efectiva	102.942	Kcal//h
Presión de trabajo	3	kg/cm2
Peso en operación	640	kg
Altura	2.200	mm
Diámetro	1050	mm
Conexión eléctrica	380	Volt
Características Constructivas		
Espesor Paredes (Ac. Inox.)	0,25	pulgadas
Potencia Resistencias	126	Kw
Espesor Aislación (Lana de vidrio)	2	pulgadas



ILUSTRACIÓN A1.1 CALENTADOR ELÉCTRICO (CL1701)

Intercambiador de calor IC1701

TABLA A1.2 CARACTERÍSTICAS INTERCAMBIADOR DE CALOR (IC1701)

Características del Intercambiador (IC1701)		
Tipo	Espiral	
Ancho	835	mm
Diámetro	600	mm
Capacidad fluido frio	0,5	m3/h
Capacidad fluido caliente	6,9	m3/h
Área de transferencia	4,2	m2



ILUSTRACIÓN A1.2 INTERCAMBIADOR DE CALOR (IC1701)

Molino MG1701

TABLA A1.3 CARACTERÍSTICAS MOLINO (MG1701)

Características Molino(MG1701)		
Tipo	Martillos	
Capacidad	2000	kg/h
Velocidad de giro	4200	rpm
Consumo	5,5	HP
Malla	2	mm
Cantidad de martillos	14	



ILUSTRACIÓN A1.3 MOLINO (MG1701)

Tanque licuefactor y fermentador TQ1701-TQ1702

TABLA A1.4 CARACTERÍSTICAS TANQUE LICUEFACTOR (TQ1701)

Características Tanque licue factor (TQ1701)		
Alto	2660	mm
Diámetro	1200	mm
Altura cono	0,38	m
Capacidad	1,8	m3

TABLA A1.5 CARACTERÍSTICAS TANQUE FERMENTADOR (TQ1702)

Características Fermentador TQ1702		
Material	Acero al carbono	
Alto	2660	mm
Diámetro	1365	mm
Capacidad	1,8	m3
Altura cono	0,38	m



ILUSTRACIÓN A1.4 TANQUE LICUEFACTOR Y FERMENTADOR (TQ1701-TQ1702)

Tolva de almacenamiento TA1701

TABLA A1.6 CARACTERÍSTICAS TOLVA DE ALMACENAMIENTO (TA1701)

Características Tolva TA1702		
Material	Acero al carbono	
Alto	2700	mm
Largo	1400	mm
Ancho	1400	mm
Capacidad	1076	kg



ILUSTRACIÓN A1.5 TOLVA DE ALMACENAMIENTO (TA1701)

Torre de enfriamiento TE1701

TABLA A1.7 CARACTERÍSTICAS TORRE DE ENFRIAMIENTO (TE1701)

Características torre TE1701		
Largo	1883	mm
Ancho	1883	mm
Alto	2703	mm
Peso vacía	300	kg
Peso en operación	660	kg
Características Ventilador VE1701		
Cantidad de palas	6	
Velocidad de giro	920	rpm
Consumo	2	Hp



ILUSTRACIÓN A1. 6 TORRE DE ENFRIAMIENTO (TE1701)

ANEXO II – Tablas de resultados de ensayos

Licuefacción:

- Variación de densidad respecto al tiempo:

Los datos de densidad de los ensayos a cada hora de licuefacción se encuentran en la tabla A2.1. Estos valores se utilizaron para la construcción del gráfico 1.

TABLA A2.1 DENSIDAD EN LICUEFACCIÓN DE CADA ENSAYO

Hora	Ensayo 1	Ensayo 2	Ensayo 3	Ensayo 4	
0	1220,2	1149,8	1143,3	1063,2	[Kg/m ³]
2	1170,9	1110,0	1235,8	1062,3	[Kg/m ³]
4	1046,7	1149,3	1046,8	1105,0	[Kg/m ³]

Como los ensayos 2 y 3 no se encontraban dentro del estándar, ya que se tuvo que agregar maíz, estos datos se descartaron para el análisis.

Para el análisis de Densidad vs. Tiempo (gráfico 2) se tomo un promedio de la primer y última prueba, ver tabla A2.2.

TABLA A2.2 PROMEDIO DE DENSIDAD

Licuefacción	
Hora	Promedio densidad [kg/m ³]
0	1141,7
2	1116,6
4	1075,8
Enfriamiento	1137,2

- Variación de temperatura:

Para corroborar que la temperatura de la muestra que se tomaba para densidad no se desvié de la del proceso se llevo un control de temperatura en el tanque licuefactor y además, se midió la temperatura de la muestra que se sacaba del TQ1701 en el laboratorio antes de realizar la técnica.

En la tabla A2.2 se exhibe el registro de lo mencionado anteriormente.

TABLA A2.3 VARIACIÓN DE TEMPERATURA

Hora	T° TQ1701 [°C]	T° Muestra [°C]
0	84,10	72
2	84,92	80
4	85,22	76
Enfriamiento	33,80	33

- Variación de porcentaje de sólidos totales (%ST):

El grafico 3 fue realizado con datos que se registran en la tabla A2.4. Los mismos se obtuvieron realizando termobalanzas en las diferentes horas de Licuefacción.

TABLA A2.4 VARIACIÓN DEL PORCENTAJE DE SÓLIDOS TOTALES

Hora	%ST
0	33,91
2	SD
4	34,19

Fermentación:

- Variación de densidad respecto al tiempo:

Para este análisis se tomó un promedio de la densidad obtenida en cada uno de los ensayos, ver tabla A2.5.

TABLA A2.5 VARIACIÓN DE LA DENSIDAD EN FERMENTACIÓN

Fermentación	
Hora	Densidad [Kg/m ³]
0	1105,75
6	1082,62
12	1062,22
18	1026,89
24	1015,83
30	997,00
42	961,28
48	1030,22
60	1037,83

□ Variación de la temperatura:

Se registró la temperatura en el tanque fermentador TQ1702 y la temperatura de la muestra llevada a laboratorio. Estos datos se muestran en la tabla A2.6.

TABLA A2.6 VARIACIÓN DE TEMPERATURA

Hora	Tº Muestra [°C]	Tº TQ1702 [°C]
0	31	33,47
6	32	32,80
12	31	33,00
18	32	33,32
24	31	33,02
30	31	32,62
36	31	32,72
42	32	32,77
48	31	33,27
60	29	31,70

□ Variación del porcentaje de sólidos totales (%ST):

Para el estudio de esta variación, se tomaron los datos de %ST brindados por el NIR en las diferentes horas de fermentación y se hizo un promedio de todos los ensayos, lo que se muestra en la tabla A2.7. En la misma se anexa la variación de los sólidos en Bio4.

TABLA A2.7 VARIACIÓN %ST

Hora	Promedio %ST PE	%ST Bio4
0	27,96	20,77
6	25,93	28,62
12	21,64	27,28
18	15,93	20,95
24	12,63	18,44
30	12,21	17,55
36	11,69	12,83
42	11,04	11,97
48	9,51	11,92
60	9,71	11,61

ANEXO III – Ecuaciones empleadas para el análisis de sensibilidad

El cálculo del rendimiento alcohólico que se debería lograr teóricamente se realiza con la Ec.1.

$$^{\circ}\text{GL}_{\text{teórico}} = \frac{\text{Vol}_{\text{ferm}} * \frac{\%ST_{\text{ferm}}}{100} * \frac{A_{\text{bsferm}}}{100} * \gamma * \beta * \frac{\rho_{\text{mosto}}}{\rho_{\text{etanol}}}}{\text{Vol}_{\text{ferm}} * \delta} \quad \text{Ec. 1}$$

Donde:

Vol_{ferm} = Volumen del fermentador en HS 0 de fermentación (m^3)

$\%ST_{\text{ferm}}$ = Porcentaje de sólidos totales corregido en HS 0 de fermentación ($\text{g}_{\text{sólido}}/\text{g}_{\text{mosto}}$).

A_{bsferm} = Almidón base seca en HS 0 de fermentación ($\text{g}_{\text{almidón}}/\text{g}_{\text{sólidoseco}}$).

γ = Hidrólisis del almidón a glucosa ($\text{g}_{\text{glucosa}}/\text{g}_{\text{almidón}}$).

β = Conversión de glucosa a etanol ($\text{g}_{\text{etanol}}/\text{g}_{\text{glucosa}}$).

ρ_{mosto} = Densidad del mosto en HS 0 de fermentación ($\text{kg}_{\text{mosto}}/\text{m}^3_{\text{mosto}}$).

ρ_{etanol} = Densidad del etanol ($\text{kg}_{\text{etanol}}/\text{m}^3_{\text{etanol}}$)

δ = Conversión a dióxido de carbono.

Considerando el rendimiento obtenido en cada uno de los ensayos y dividiendo dicho valor por el valor teórico calculado a partir de la Ecuación 2, es posible obtener la eficiencia total del proceso fermentativo.

$$\varepsilon = \frac{^{\circ}\text{GL}_{\text{real}}}{^{\circ}\text{GL}_{\text{teórico}}} \quad \text{Ec. 2}$$

De cada uno de los ensayos realizados se varió la densidad del mosto (desde el valor más alto obtenido en las pruebas hasta el estimativo que usan en PE), se calculó el grado alcohólico teórico utilizando la Ec. 1 y con el dato del °GL obtenido una vez culminado el proceso fermentativo se obtuvo el rendimiento a partir de la Ec. 2 para obtener el gráfico de sensibilidad (gráfico 9).

TABLA A3.1 DATOS GRÁFICO 9

Densidad [Kg/m ³]	Eficiencia Promedio de los Ensayos
1115	86,43
1100	87,42
1085	88,83
1070	90,07
1055	91,36
1040	92,67