

Artículo Original

**PLANES EXPERIMENTALES AL ESTUDIAR LA HIDRÓLISIS
ÁCIDA DE ASERRÍN DE PINO PARA PRODUCIR ETANOL**

**EXPERIMENTAL PLANS WHEN STUDYING THE ACID HYDROLYSIS OF
PINE SAW DUST TO PRODUCE ETHANOL**

Leyanis Mesa Garriga ¹ <https://orcid.org/0000-0003-4449-5239>
Erenio González Suárez ² <https://orcid.org/0000-0001-5741-8959>
Binko Mamady Toure ³ <https://orcid.org/0000-0002-0884-1109>
Nancy López Bello ² <https://orcid.org/0000-0002-9570-6983>
Roxana Cortés-Martínez ^{4*} <https://orcid.org/0000-0002-2040-6548>

¹Departamento de Bioproductos. Sede Central. Corporación Colombiana de Investigación Agropecuaria (Agrosavia) Mosquera, Colombia.

²Departamento de Ingeniería Química, Facultad de Química y Farmacia. Universidad Central "Marta Abreu" de Las Villas, Carretera a Camajuani, km 5 ½, Santa Clara, Villa Clara, Cuba.

³Departamento de Informática, Universidad de Conakri, República de Guinea.

⁴Departamento de Química, Universidad de Cienfuegos "Carlos Rafael Rodríguez". Cuatro Caminos, km 4 Carretera Rodas, Cienfuegos, Cuba.

Recibido: Octubre 2, 2020; Revisado: Octubre 16, 2020; Aceptado: Diciembre 11, 2020

RESUMEN

Introducción:

Es necesario estudiar las posibilidades de determinar con rapidez y exactitud la obtención de etanol de aserrín de madera de pino, minimizando los gastos experimentales y con ello los costos de investigación para evaluar alternativas en la producción de etanol de residuos lignocelulósicos.

Objetivo:

Verificar la factibilidad de aplicar los diseños experimentales para conocer las verdaderas potencialidades del aserrín de pino como materia prima para etanol de residuos lignocelulósicos.

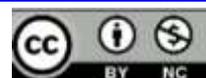
Materiales y Métodos:

La investigación se realizó utilizando diseños de experimentos en la etapa de hidrólisis ácida a nivel de laboratorio, que permitieron evaluar el uso de estos métodos midiendo el efecto de las variables del proceso en los resultados de diferentes azúcares obtenidos.



Este es un artículo de acceso abierto bajo una Licencia *Creative Commons* Atribución-No Comercial4.0 Internacional, lo que permite copiar, distribuir, exhibir y representar la obra y hacer obras derivadas para fines no comerciales.

* Autor para la correspondencia: Roxana Cortés, Email: rcortes@ucf.edu.cu



Resultados y Discusión:

El comportamiento no lineal del efecto de las variables independientes en la cantidad de glucosa obtenida, por masa seca inicial, en el líquido filtrado de la etapa de fracción ácida de aserrín de pino permite predecir que los mejores resultados de esta variable de respuesta se consiguen a valores altos del por ciento de ácido y de temperatura.

Conclusiones:

El uso de estrategias experimentales utilizando diseño de experimentos permite obtener resultados técnicos de proyección económica minimizando los gastos de la investigación.

Palabras clave: Aserrín de pino; diseño de experimento; etanol; hidrólisis; investigaciones.

ABSTRACT:

Introduction:

It is necessary to study the possibilities of determining with speed and accuracy ethanol from pine wood sawdust obtaining, minimizing experimental expenses and research costs to evaluate alternatives in ethanol production from lignocellulosic residues technological conditions.

Objective:

To verify the feasibility of applying the experimental designs to know the pine sawdust true potential as a raw material for ethanol from lignocellulosic residues.

Materials and methods:

The research was carried out using experimental designs in acid hydrolysis stage at laboratory level, which allowed evaluating these methods use by measuring process variables effect on the results of different obtained sugars.

Results and Discussion:

The non-linear behavior of the effect of the independent variables on the amount of glucose obtained, by initial dry mass; in the filtered liquid from the acid fraction stage of pine sawdust allows predicting that the best results of this response variable are achieved at high percent acid and temperature values.

Conclusions:

The use of experimental strategies by means of experiments design allows obtaining technical results of economic projection minimizing the expenses of the investigation.

Keywords: Pine sawdust; experiment design; ethanol; hydrolysis; research.

1. INTRODUCCIÓN

El desarrollo de la industria de procesos químicos se ha fundamentado en el uso intensivo de métodos experimentales. No obstante, lo avanzado, los nuevos desarrollos industriales, utilizando diferentes tipos y calidades de materias primas, reclaman, sobre todo en las condiciones del reto de la asimilación y adecuación de las nuevas tecnología a las condiciones específicas de cada país, que los centros de generación de conocimientos garanticen, con rapidez y precisión, información en sus laboratorios que sirvan de respaldo a las decisiones inversionistas, no solo para tecnologías propias, sino

también para las tecnologías foráneas que se propongan.

En la época actual, para acelerar los resultados de las investigaciones, los modernos métodos matemáticos se han convertido en una poderosa herramienta para soluciones actuales y prospectivas que posibilitan el desarrollo, no solo de los procesos sino de problemas en la dirección de estos con vista a mantenerlos siempre en los regímenes óptimos y las rutas deseadas.

Precisamente se ha reportado en la socialización científica de los métodos de investigación, que es factible minimizar los trabajos experimentales mediante una adecuada aplicación de las herramientas de investigación entre las cuales se destacan indudablemente los métodos de diseño de experimentos (Mamady et al., 2017). Así, por ejemplo, es muy ventajoso en la gestión de conocimientos la aplicación del diseño experimental de (Plackett y Búrman, 1964) combinándolo con otros ensayos experimentales (González et al., 2021) como los de (Box y Wilson, 1951) o de (Box y Hunter, 1961) o el uso de diseños de mezclas para estudiar las posibilidades de diferentes decisiones de composición de materias primas (de Armas et al., 2020). En adición, en la literatura especializada se reporta el incremento de los diseños factoriales parciales en las investigaciones (González et al., 2021).

Por otro lado, desechos no aprovechados de la industria forestal y residuos agroindustriales pueden ser utilizados como materias primas para la fabricación de etanol y coproductos de residuos lignocelulósicos.

Un obstáculo para la sustentabilidad de los bosques y las industrias forestales es el grado de desechos producidos tanto en los bosques como en las plantas procesadoras de aserrío. La comunidad científica internacional reconoce que la situación de los residuos es un problema global que requiere atención urgente.

En específico, ha sido un interés científico las diferentes tecnologías para el aprovechamiento de los residuos de la madera de pino como materia prima para la producción de bioetanol, tanto desde el punto de vista de su uso como materia prima (Castro et al., 2011), de los efectos inhibidores de la hidrólisis ácida en la fermentación alcohólica (Larsson et al., 1999), los azúcares fermentables obtenidos de la madera de pino (Rodríguez et al., 2017), la necesidad de la optimización de la etapa de hidrólisis (Iranmahboob et al., 2002), como con el estudio de alternativas para reducir los costos en la etapa de hidrólisis enzimática a través del reciclado de las enzimas (Maobing et al., 2009) o el uso de surfactantes (Maobing y Saddler, 2010) y el rendimiento de etanol obtenido según el pretratamiento (Gómez et al., 2013).

Por lo anterior se decidió como objetivo de la presente investigación verificar la factibilidad de aplicar los diseños experimentales para conocer las verdaderas potencialidades del aserrín de pino como materia prima para etanol de residuos lignocelulósicos.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1 Materias primas

La madera es un material complejo, con propiedades y características que dependen no sólo de su composición sino de su constitución y de la manera en que están colocados u orientados los diversos elementos que la forman. No es un material homogéneo, está formado por diversos tipos de células especializadas que forman tejidos, estos tejidos

sirven para realizar las funciones fundamentales del árbol; conducir la savia, transformar y almacenar los alimentos y por último formar la estructura resistente o portante del árbol. Estas propiedades y sus posibilidades de empleo son, en definitiva, consecuencia de los caracteres, organización y composición química que la constituyen y deben ser consideradas para su uso como materia prima. Está constituida esencialmente por Celulosa, Hemicelulosa y Lignina (Cunnigham y López, 2003).

Para la investigación se utilizó aserrín de pino de las instalaciones de procesamiento de madera de la provincia de Misiones, Argentina.

2.2. Planificación Experimental

La investigación se realizó iniciando las investigaciones mediante diseños de experimentos factoriales completos tipo 2^k y que fueron completados con Diseños Rotatorios Centrales, en la etapa de hidrólisis ácida a nivel de laboratorio, que permitieron evaluar el uso de estos métodos midiendo el efecto de las variables del proceso en los resultados de diferentes azúcares obtenidos.

2.2.1. Primer Plan Experimental. Diseño Factorial 2^k

Para el estudio experimental inicial se utilizó un diseño factorial considerando dos variables independientes, la temperatura de cocción ($^{\circ}\text{C}$) y el por ciento de ácido (%). En una primera aproximación se analizó una región experimental enmarcada en los rangos de las variables que se presentan en la Tabla 1. Los rangos de los niveles de las variables fueron considerados acorde con los resultados de investigaciones anteriores (Castro et al., 2011).

Tabla 1. Niveles de las variables independientes en el experimento inicial

<i>Variable Independiente</i>	<i>Nivel Bajo</i>	<i>Nivel cero</i>	<i>Nivel alto</i>
Temperatura de cocción (X_1), $^{\circ}\text{C}$	150	160	170
Por ciento de ácido masa seca (X_2), %	0,50	0,80	1,10

Este diseño permite alcanzar un modelo para cada parámetro de respuesta del tipo:

$$Y^i = b_0 + b_1^i X_1 + b_2^i X_2 + b_{12}^i X_1 X_2 \quad (1)$$

Los experimentos se realizaron en un reactor de laboratorio tipo Parr de un litro de capacidad a tiempos de cocción de 30 minutos y relación sólido líquido de 1/5, partiendo de la experiencia obtenida de investigaciones con otros materiales lignocelulósicos (Mesa, 2010).

La hidrólisis enzimática de los sólidos producto del fraccionamiento se realizó, durante 24 horas con 5 % en base masa seca de enzimas celulólicas en un equipo a escala de laboratorio como ha sido recomendado en investigaciones con otros materiales lignocelulósicos (Mesa et al., 2011)

Como parámetros de respuesta se consideraron los siguientes:

$Y1^1$, Rendimiento de glucosa en el licor filtrado de la hidrólisis ácida (g de glucosa/100 g de Aserrín base seca).

$Y2^1$, Rendimiento de manosa en el licor filtrado de la hidrólisis ácida (g de manosa /100 g de Aserrín base seca)

$Y3^1$, Rendimiento de Azúcares Totales en el licor filtrado de la hidrólisis ácida (g de

Azúcares /100 g de Aserrín base seca).

Y4¹, Rendimiento de masa seca después de la hidrólisis enzimática (% de masa seca /100 g de Aserrín base seca).

Y5¹, Rendimiento de glucosa después de la hidrólisis enzimática (g de glucosa/100 g de Aserrín base seca).

Para un segundo estudio experimental se utilizó un diseño Rotatorio Central (Akahnazarova y Kafarov, 1982), como se explica a continuación.

2.2.2. Plan Rotatorio Central

Considerando las dos variables independientes, la temperatura de cocción y el porcentaje de ácido, se analizó una región experimental enmarcada en los rangos de las variables que se presentan en la Tabla 2, en rangos seleccionados de las variables independientes de acuerdo a estudios similares desarrollados de esta etapa (Mesa et al., 2017).

Tabla 2. Niveles de las variables independientes en el segundo experimento

<i>Variable Independiente</i>	<i>Nivel Bajo</i>	<i>Nivel cero</i>	<i>Nivel alto</i>
Temperatura de cocción (X ₁), °C	150	170	190
Por ciento de ácido masa seca (X ₂), %	1,10	1,55	2,00

El diseño del Plan Experimental Rotatorio Central y los correspondientes resultados experimentales se representa en la Tabla 3 e incluye cuatro ensayos correspondientes al Factorial de base 2², otros cuatro de los valores extremos del Diseño Rotatorio y cinco experimentos en el centro que validan la varianza de los ensayos experimentales. Los experimentos se realizaron en los mismos equipos y condiciones de hidrólisis enzimática que los del primer Plan Experimental.

Tabla 3. Plan Rotatorio Central

<i>Ensayo</i>	<i>Temperatura , °C</i>	<i>% Ácido</i>	<i>Ensayo</i>	<i>Temperatura , °C</i>	<i>% Ácido</i>
1	150,00	1,1	8	190,00	1,1
2	150,00	2,0	9	170,00	0,91
3	170,00	1,55	10	170,00	1,55
4	170,00	1,55	11	198,00	1,55
5	170,00	1,55	12	190,00	2,0
6	141,72	1,55	13	170,00	2,19
7	170,00	1,55	-	-	-

Siendo los parámetros de respuesta los mismos considerados en la primera etapa experimental.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Primer Plan Experimental. Diseño Factorial 2^k

Los resultados experimentales para esta primera región de estudio se muestran en la Tabla 4.

Tabla 4. Plan experimental y los resultados de los parámetros de respuesta

N	X ₁	X ₂	Y ₁ ^I	S ²	Y ₂ ^I	S ²	Y ₃ ^I	S ²	Y ₄ ^I	S ²	Y ₅ ^I	S ²
1	(+)	(-)	1,273	1,18*10 ⁻³	3,22	0,087	8,36	0,225	85,14	2,29	2,554	0,069
2	(-)	(-)	0,414	10 ⁻⁴	0,39	10 ⁻⁴	2,13	0,002	94,07	4,28	2,530	0,003
3	(+)	(+)	1,983	2,45*10 ⁻³	5,47	0,0187	12,68	0,1	78,28	3,83	1,996	0,002
4	(-)	(+)	0,595	2,7*10 ⁻⁴	1,09	9*10 ⁻⁴	3,83	0,012	83,24	5,43	2,1975	0,004
$\sum_{i=1}^n s^2$				4,9*10 ⁻³		0,107		0,339		15,83		0,078
$S(y)^2 = \sum_{i=1}^n (s^2/N)$				1,2*10 ⁻³		0,0267		0,085		3,96		0,0195

S²: Varianza de los ensayos.

S(y)²: Varianza de reproductibilidad de los ensayos y N: número de ensayos y grados de libertad f₂ (Adler et al., 1975).

Los resultados experimentales demostraron que, en las condiciones de tratamiento, como las reportadas en los ensayos 1, 3 y 4, son superiores los niveles de azúcares totales que se obtienen en la región experimental en el filtrado de la hidrólisis ácida, que los obtenidos después de la hidrólisis enzimática de la masa sólida.

3.2 Determinación de la significación del efecto de las variables independientes

De estos resultados experimentales se obtuvieron los modelos que representan el efecto de las variables sobre los parámetros de respuesta considerados. Los modelos son los siguientes:

$$Y_1^{II} = 1,06625 + 0,56175X_1 + 0,22275X_2 + 0,13225X_1X_2 \quad (2)$$

$$Y_2^{II} = 2,5425 + 1,8025X_1 + 0,7375X_2 + 0,3875X_1X_2 \quad (3)$$

$$Y_3^{II} = 6,75 + 3,77X_1 + 1,505X_2 + 0,655X_1X_2 \quad (4)$$

$$Y_4^{II} = 85,1825 - 3,97254875X_1 - 4,4225X_2 + 0,9925X_1X_2 \quad (5)$$

$$Y_5^{II} = 2,319375 - 0,044375X_1 + 0,222625X_2 + 0,05375X_1X_2 \quad (6)$$

La significación de los coeficientes se determina de los errores experimentales mediante la varianza de los coeficientes de regresión S²{b_j} que se calcula con la siguiente expresión (Williams, 1970):

$$S^2\{b_j\} = \frac{S(y)^2}{N} \quad (7)$$

Una mirada a esta fórmula muestra que las varianzas de todos los coeficientes son iguales unas de otras, pues dependen solamente de del error del experimento y el número de ensayos.

El intervalo de confianza según (Adler et al., 1975) es:

$$\Delta b_j = \pm tS\{b_j\} \quad (8)$$

Aquí el valor del criterio de Student se determina de los grados de libertad con los cuales fue determinado S(y)² y la selección del nivel de significación, usualmente de 0,05 o 5%), siendo:

$$S\{b_j\} = \pm \sqrt{S^2\{b_j\}} \tag{9}$$

Un coeficiente será significativo si su valor absoluto es mayor que el intervalo de confianza (Adler et al., 1975). El intervalo de confianza y la significación de los coeficientes de los modelos se resume en la Tabla 5 para $t_{5,4} = 2,132$ (Juran, 1974).

Tabla 5. Intervalos e confianza y significación de los coeficientes para cada modelo

Parámetro de Respuesta	Δb_j	bo	b1	b2	b12
Y1 ^{II}	0,0369	Si	Si	Si	Si
Y2 ^{II}	0,1743	Si	Si	Si	Si
Y3 ^{II}	0,3108	Si	Si	Si	Si
Y4 ^{II}	2,1206	Si	Si	Si	No
Y5 ^{II}	0,0372	Si	Si	Si	Si

De la tabla 5 se concluye que con excepción del efecto de las interacciones de ambas variables independientes en el Rendimiento de masa seca después de la hidrólisis enzimática (% de masa seca/100 g de Aserrín BS), todos los coeficientes de los modelos son significativos, por lo que un análisis de su efecto en los parámetros de respuesta verifica la adecuación de los modelos obtenidos para cada parámetro de respuesta.

3.3. Verificación de la adecuación de los modelos obtenidos

La calidad predictiva de los modelos puede ser determinada mediante su verificación comparando estadísticamente los datos estimados de los modelos con los datos experimentales (Adler et al., 1975), como se representa en la Tabla 6.

Tabla 6. Resultados de los estimados de los modelos y los experimentos

N	X ₁	X ₂	Y ₁ ^I	Y ₁ ^{II}	Y ₂ ^I	Y ₂ ^{II}	Y ₃ ^I	Y ₃ ^{II}	Y ₄ ^I	Y ₄ ^{II}	Y ₅ ^I	Y ₅ ^{II}
1	(+)	(-)	1,27	1,27	3,22	3,22	8,36	8,36	85,14	84,43	2,554	2,554
2	(-)	(-)	0,414	0,414	0,39	0,39	2,13	2,13	94,07	94,57	2,530	2,530
3	(+)	(+)	1,983	1,983	5,47	5,47	12,68	12,68	78,28	78,46	1,996	1,996
4	(-)	(+)	0,595	0,595	1,09	1,09	3,83	3,83	83,24	83,74	2,197	2,197

La verificación de la adecuación de los modelos se establece cuando el valor tabulado del criterio de Fisher es menor que el estimado de la expresión (Adler et al., 1975) según los grados de libertad del numerador f_1 y los del denominador, f_2 :

$$F_{1,2} = \frac{S^2_{(ad)}}{S^2_{(y)}} \tag{10}$$

Siendo $S^2_{(ad)}$ la varianza de adecuación del modelo que se determina de la expresión (Adler et al., 1975):

$$S^2_{(ad)} = \sum_{i=1}^n \frac{(Y^I - Y^{II})^2}{f_1} \tag{11}$$

Donde: $f = N - (K + 1)$ siendo N el número de ensayos y K el número de variables, para este caso es 1.

De acuerdo con lo anterior, cuando se producen idénticos valores de predicción de los modelos en relación a los valores experimentales la varianza de adecuación es cero y los modelos son adecuados. Por lo anterior solo hay que verificar mediante cálculos específicos la adecuación del modelo correspondiente al parámetro de respuesta de Rendimiento de masa seca después de la hidrólisis enzimática (% de masa seca/100 g de Aserrín BS), para el cual la varianza de adecuación, $S(ad)^2$ se determinó de los datos experimentales como: 1,0365, por lo que siendo para los ensayos correspondientes $S(y)^2 = 3,96$ (Tabla 4), el criterio de Fisher la varianza de adecuación se estima en 0,2617424 lo que es menor que el valor tabulado de la prueba $F_{1,1} = 161,4$ para 5 % (Juran, 1974) por lo que este modelo también es adecuado.

Considerando la adecuación de los modelos y la significación de los coeficientes se puede analizar la incidencia de las variables en las respuestas del sistema.

3.4. Discusión de los resultados del primer Plan Experimental

Por un lado, las dos variables independientes consideradas inciden positivamente en los resultados de azúcares obtenidos en el filtrado del licor de la hidrólisis ácida siendo el efecto de la interacción de sus valores un efecto también positivo, por lo que por las relativas altas concentraciones de azúcares que se obtienen con relación a las obtenidas en la hidrólisis enzimática es aconsejable incrementar los valores de temperatura y por ciento de ácido para mejorar lo más posibles los azúcares (sobre todo de 6 átomos de carbono) que aquí se pueden obtener). Es de interés que la variable por ciento de ácido, X_2 tiene menor significación que la variable Temperatura, X_1 en todos los efectos sobre los azúcares en el filtrado de la etapa de hidrólisis ácida por lo que resulta atractivo estudiar el efecto de su incremento. Por otro lado, el efecto de estas variables independientes inciden negativamente en los valores de glucosa que se obtienen después de la hidrólisis enzimática, por lo que un incremento de sus valores puede perjudicar aún más lo ya pobres resultados obtenidos, sin embargo, el hecho de que la interacción del modelo tenga más significación que el efecto de la variable temperatura puede indicar que combinado valores bajos y altos de ácido y temperaturas se puedan alcanzar resultados más favorables en este último parámetro de respuesta.

Por todo lo anterior, se decidió mover la región experimental mediante un incremento de la extensión de los valores de temperatura y desplazando la región de variación de ácido a un rango de mayores valores y completándolo hasta un diseño Rotatorio Cuadrático Central.

3.5. Resultados del Plan Rotatorio Central

Los resultados experimentales del Diseño Rotatorio Central se muestran en la Tabla 7 para todas las variables de respuesta que se estudian.

Tabla 7. Plan Rotatorio Central

Ensayo	Temperatura, °C	% Ácido	Y_1^I	Y_2^I	Y_3^I	Y_4^I	Y_5^I
1	150,00	1,1	1,983	5,47	12,68	78,28	1,9960
2	150,00	2,0	2,425	6,95	14,51	70,15	1,6625
3	170,00	1,55	3,52	4,57	15,91	63,13	2,0442
4	170,00	1,55	3,59	5,19	16,32	60,23	1,8250
5	170,00	1,55	3,41	6,38	17,22	59,38	1,7730
6	141,72	1,55	1,76	4,40	12,80	72,50	1,4542
7	170,00	1,55	3,50	7,09	18,26	58,26	1,7302
8	190,00	1,1	2,47	3,74	9,60	77,68	3,4956
9	170,00	0,91	2,10	3,38	11,28	71,14	2,5281
10	170,00	1,55	3,60	7,17	19,34	56,43	1,9745
11	198,00	1,55	5,12	2,65	10,15	54,33	4,4930
12	190,00	2,0	5,46	4,31	13,53	57,95	3,4538
13	170,00	2,19	4,53	8,25	20,29	64,60	1,9961

Siendo los parámetros de respuesta los mismos considerados en la primera etapa experimental.

Los datos experimentales fueron procesados con apoyo del software *State – Ease Design Expert v7.0.0* con los siguientes resultados:

3.5.1. Modelos obtenidos

Del procesamiento estadístico de los resultados experimentales de la Tabla 7 se obtuvieron los modelos matemáticos no lineales para cada parámetro de respuesta, como se muestran a continuación:

$$Y_1^{II} = -3,86 + 0,0785X_1 - 6,521X_2 - 0,0004X_1^2 - 0,703X_2^2 + 0,061X_1X_2 \quad (12)$$

Con $R^2 = 0,9788$. Se representa en la Figura 1.

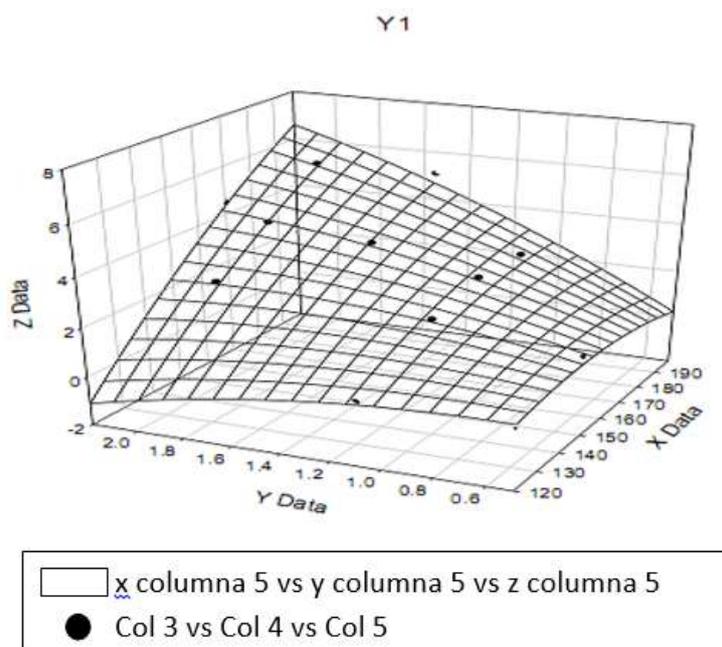


Figura 1. Representación de los valores de la glucosa en el licor filtrado de la hidrólisis ácida por 100 unidades de Aserrín de Pino en base seca

En la Figura 1 se visualiza la alta influencia de la temperatura en la obtención de glucosa en el licor filtrado inclinando los mejores resultados experimentales hacia un extremo de la región experimental de alta temperatura por ciento de ácido añadido.

$$Y_2^{\text{II}} = -64,77 + 0,8477X_1 + 2,530X_2 - 0,0077X_1^2 - 0,273X_2^2 + 0,004X_1X_2 \quad (13)$$

Con $R^2 = 0,9472$. Se representa en la Figura 2.

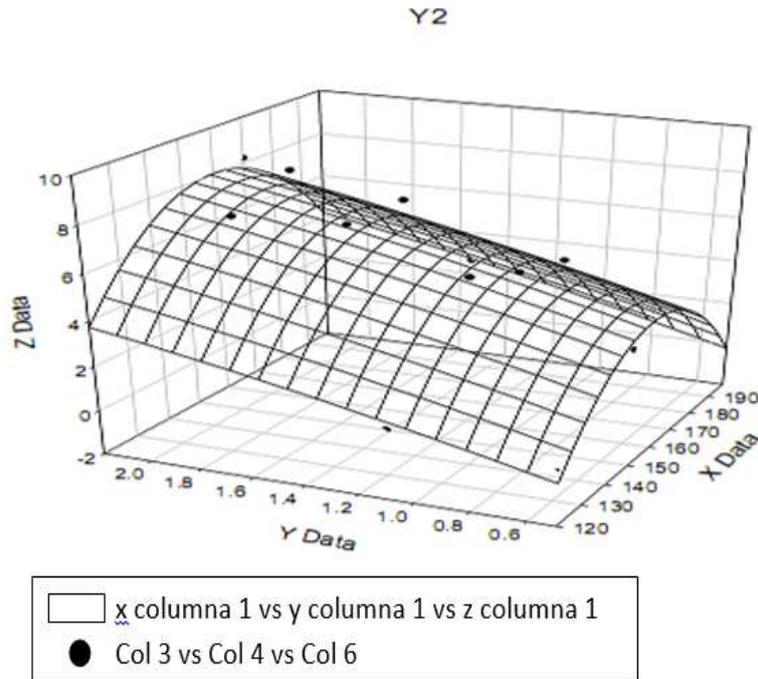


Figura 2. Representación de los valores de la manosa en el licor filtrado de la hidrólisis ácida por 100 unidades de Aserrín de Pino en base seca

En la Figura 2 se muestra la influencia de las dos variables independientes en los resultados de los valores de manosa, así como el efecto positivo de las interacciones de las dos variables.

$$Y_3^{\text{II}} = -146,43 + 1,9956X_1 - 5,436X_2 - 0,0067X_1^2 - 3,866X_2^2 + 0,130X_1X_2 \quad (14)$$

Con $R^2 = 0,9566$.

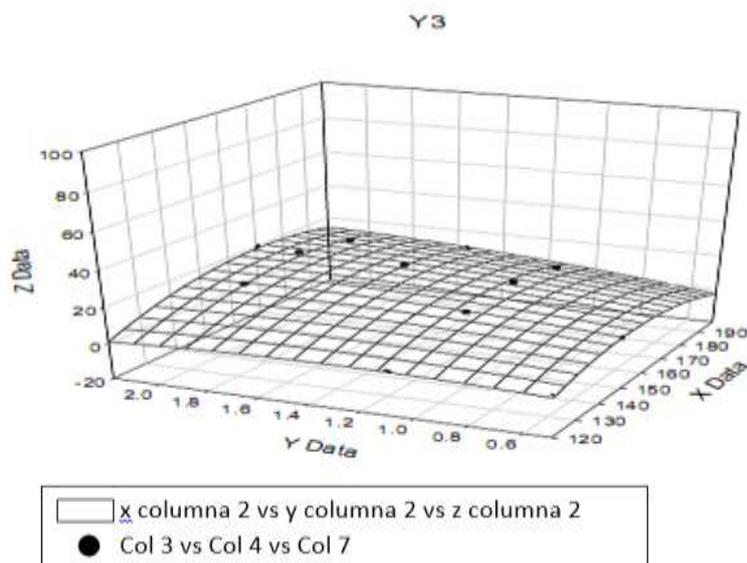


Figura 3. Representación de los valores de los azúcares totales en el licor filtrado de la hidrólisis ácida por 100 unidades de Aserrín de Pino en base seca

En la Figura 3 se observa que no hay gran variación de los azúcares totales presentes en las repuestas de toda la región experimental verificándose el efecto de las interacciones y de la disminución de los valores de respuesta al incrementar el por ciento de ácido utilizado.

$$Y_4^{\text{II}} = 147,95 - 0,3743X_1 - 27,44X_2 + 0,0004X_1^2 + 10,28X_2^2 - 0,061X_1X_2 \quad (15)$$

Con $R^2 = 0,9671$.

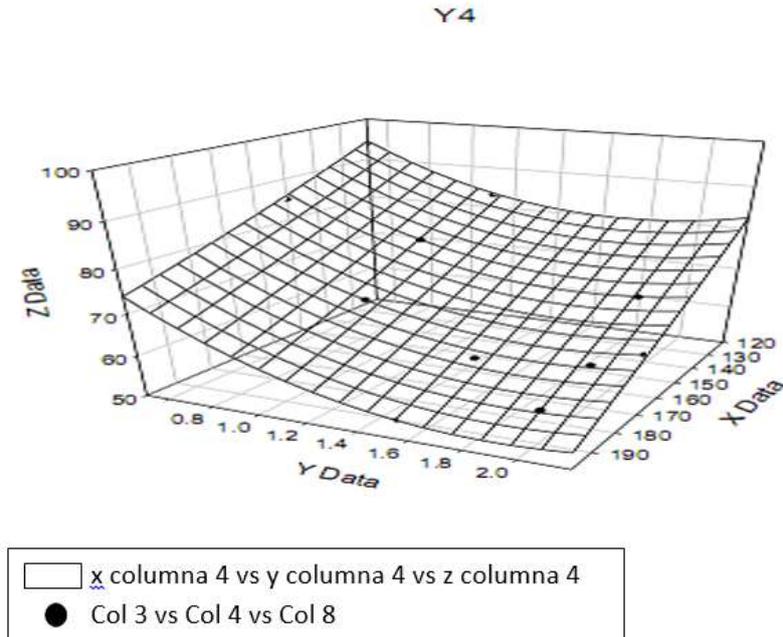


Figura 4. Representación de los valores de la masa solida a hidrolizar por vía enzimática por 100 unidades de Aserrín de Pino en base seca

En la Figura 4 se visualiza que los mayores valores de masa sólida a hidrolizar se encuentran en la región de baja temperatura y por ciento de ácido.

$$Y_5^{\text{II}} = 22,40 - 0,2772X_1 - 0,90X_2 + 0,001X_1^2 + 0,6301X_2^2 - 0,0082X_1X_2 \quad (16)$$

Con $R^2 = 0,9361$.

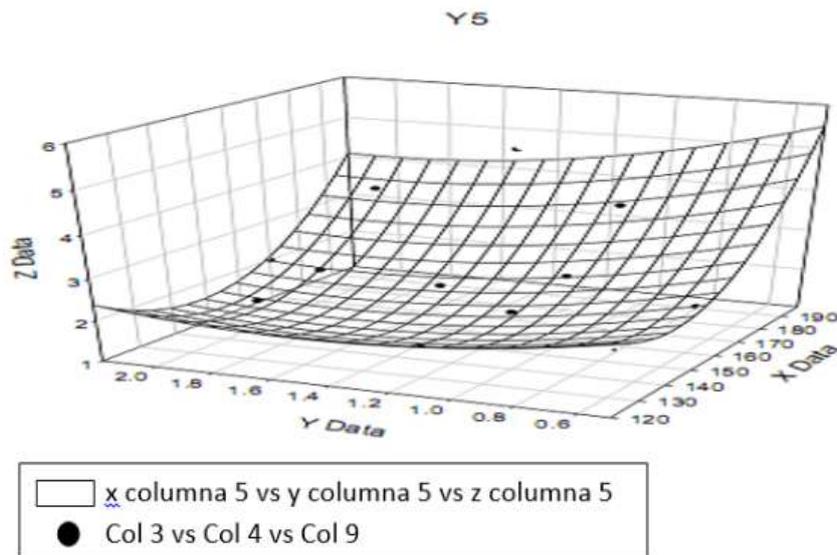


Figura 5. Representación de los valores de la glucosa después de la hidrólisis enzimática por 100 unidades de Aserrín de Pino en base seca

En la Figura 5 se muestra que el desplazamiento de las mejores condiciones de respuesta hacia la región e altas temperaturas con bajos por ciento de ácido añadido, aunque se observan valores de interés también a bajas temperatura debido a los efectos cuadráticos de las variables

Como se desprende de los valores de R^2 para cada uno de los modelos su valor de predicción es bueno, por lo que de ellos se pueden extraer los siguientes resultados.

3.6. Discusión de los resultados

El comportamiento no lineal del efecto de las variables independientes en la cantidad de glucosa obtenida, por masa seca inicial en el líquido filtrado de la etapa de fracción ácida de aserrín de pino permite predecir que los mejores resultados de esta variable de respuesta se consiguen a valores de 2 por ciento de ácido y 190 °C de temperatura. Sin embargo, aunque la manosa obtenida se favorece también con el incremento del por ciento de ácido en valores altos, los mejores resultados se logran a temperaturas entre 160 °C y 170 °C lo que representa un comportamiento similar para los azúcares totales obtenidos en el filtrado del hidrolizado ácido, por lo que a los efectos de incrementar los azúcares en el hidrolizado ácido lo más conveniente es trabajar en rangos de temperatura entre 160 °C y 170 °C. Por otra parte, aunque el rendimiento de masa sólida para el hidrolizado disminuye con el incremento de la temperatura y el por ciento de ácido, los valores de rendimiento de glucosa cantidad de aserrín inicial se favorecen sensiblemente en los extremos más altos de temperatura y bajo por ciento de ácido, de lo que puede proponerse dedicar una etapa para incrementar la recuperación de azúcares provenientes de la hemicelulosa con altos porcentos de ácido temperaturas y otra para obtener mejores resultados de glucosa en la hidrólisis enzimática a altas temperaturas.

4. CONCLUSIONES

1. El comportamiento del rendimiento de azúcares por masa seca de aserrín de pino en el licor filtrado después de un fraccionamiento ácido está influenciado de forma no lineal por las variables temperatura y porcentaje de ácido en base seca, debiendo explorarse su valor óptimo en el intervalo de 160 °C a 170 °C.
2. Los valores de rendimiento de glucosa por masa seca de aserrín después de la hidrólisis enzimática son relativamente pobres para valores inferiores de temperatura de 180 °C, por lo que si se quiere lograr buenos resultados en este parámetro de respuesta es aconsejable incrementar la región experimental hasta valores superiores a los 200 °C y adicionalmente explorar los porcentos de adición de ácido pues su incremento no favorecen este parámetro de respuesta.
3. Debido a la posibilidad de obtener, del aserrín de pino, relativamente buenos rendimientos de azúcares de 6 átomos de carbono en el filtrado de la hidrólisis ácida es aconsejable estudiar en detalle la fermentabilidad, con levaduras *Saccharomices Cerviceae*, de estos licores como una alternativa viable para la producción de etanol.
4. Debe estudiarse la posibilidad de fraccionar el aserrín de pino en dos etapas una a concentraciones de ácido del 2 % y temperaturas entre 160 °C a 170 °C para maximizar la obtención de azúcares de 6 átomos de carbono en el licor filtrado y

una segunda etapa sin ácido o con bajos niveles de ácido (alrededor del 0,5 %) y temperaturas superiores a los 200 °C.

REFERENCIAS

- Adler, Y., Markova, E.V., Granovsky, Y.V. The Design of Experiments to find optimal conditions. Editorial MIR, Moscow, 1975, pp. 1- 287.
- Akahnazarova, S. y Kafarov V. Experiment optimization in chemistry and chemical engineering., Editorial MIR, Moscow, 1982, pp. 1- 312.
- Box, G.E.P., & Hunter, J.S., The 2^{k-p} fractional, Factorial Designs., Technometrics, Vol. 3, No. 3, 1961, pp. 311-351.
- Box, G.E.P. & Wilson, K.B., On the experimental design attainment of optimum Condition., Journal Rev. Stat. Soc., No. 13, 1951, pp. 1-35.
- Castro, E., Acosta, D., Cara, C., Mesa, L., Moya, M., González, E., Study on pine sawdust as raw material for ethanol production., TP2.A3, ISAF: International Symposium on Alcohol Fuels, Verona, Italy, October 10th-14th, 2011.
- Cuningham, R y López, G., Estanol de lignocelulósicos., CYTED, Buenos Aires, 2003.
- de Armas, A.C., Lamas, Y., Albriza, M.T., y González, E. Posibilidades de utilización del jugo de los filtros en una fábrica de azúcar con destilería., El Directivo al Día, Vol. 20, No. 2, abril -junio, 2020, pp. 27-36.
- Gómez, E.A., Ríos, L.A., Peña, J.D., Efecto del pretratamiento de biomasa maderera en el rendimiento a Etanol., Inf. Tecnol. La Serena, Vol. 24, No. 5, 2013, pp. 15-25.
- González, E., Concepción, D.N., Pérez, A., Cerda, V.R., Miño, J.E. Gestión del conocimiento en la industria de procesos con apoyo de herramientas matemáticas. Editorial Samuel Feijóo, 2021, pp. 1-196.
- Iranmahboob, J., Nadim, F., Monemi, S., Optimizing acid hydrolysis: a critical step for production of ethanol from mixed wood chips., Biomass Bioenergy, Vol. 22, No. 5, 2002, pp. 401-404.
- Juran, J.M., Quality Control Handbook., McGraw –Hill Book Company, 1974, pp. 1-1774.
- Larsson, S., Palmqvist, E., Tengborg, B.H.-H., Stenberg, C.K., Zacchi, G., The generation of fermentation inhibitors during dilute acid hydrolysis of softwood., Enzyme Microb Technol, Vol. 24, 1999, pp. 151-159.
- Mamady, B., González, E., Curbelo, A., Peralta, L.M., Miño, J.E., Herramientas de investigación para incrementar el impacto de la ciencia en la industria química., Revista Científica de la UCSA, Vol. 4, No 2, 2017, pp. 58-67.
- Maobing, T., Zhang, X., Paice, M., McFarlane and P., Saddler, J.N., The potential of enzyme recycling during the hydrolysis of a mixed softwood feedstock., Bioresource Technology, Vol. 100, 2009, pp. 6407-6415.
- Maobing, T., Saddler, J.N., Potential Enzyme Cost Reduction with the addition of surfactant during the Hydrolysis of Pretreated Softwood., Appl Biochem Biothechnol, Vol. 161, 2010, pp. 274 – 287.
- Mesa, L., Estrategia investigativa para la tecnología de obtención de etanol y coproductos del bagazo de la caña de azúcar., Tesis presentada en opción al Grado Científico de Doctor en Ciencias Técnicas, Universidad Central “Marta Abreu” de

- Las Villas, Cuba, 2010.
- Mesa, L., González, E., Cara, C., González, M., Castro, E., & Mussatto, S.I., The effect of organosolv pretreatment variables on enzymatic hydrolysis of sugarcane bagasse., *Chemical Engineering Journal*, Vol. 168, 2011, pp. 1157–1162.
- Mesa, L., Martínez, Y., Barrio, E., González, E., Desirability function for optimization of Dilute Acid pretreatment of sugarcane straw for ethanol production and preliminary economic analysis based in three fermentation configurations., *Applied Energy*, Vol. 198, 2017, pp. 299-311.
- Plackett, R.L., & Burman, J.P., The design of optimum multifactorial experiments. *Biometrika*, No. 33, 1964, pp. 305-325.
- Rodríguez, M.D., Castrillo, M. L., Velázquez, J. E., Kramer, G.R., Sedler, C., Zapata, P.D., Villalba, L., Fermentable sugars obtained from Pine Saw dust pretreated sequentially with acid-base., *Revista Internacional de Contaminación Ambiental*, Vol. 33, No. 2, 2017, pp. 58-69.
- Williams, E.J., *Regression Analysis by Statistical Methods.*, Wiley and Sons, New York, 1970, pp. 1- 234.

CONFLICTO DE INTERÉS

Los autores declaran que no existen conflictos de interés.

CONTRIBUCIONES DE LOS AUTORES

- Dra.C. Leyanis Mesa Garriga. Ejecutó el trabajo experimental y calculó los modelos.
- Dr.Sc. Erenio González Suárez. Coordinó el trabajo de investigación y el uso de los diseños experimentales. Realizó la escritura del borrador del trabajo final.
- Dr.C. Binko Mamady Toure. Contribuyó al procesamiento estadístico de los resultados experimentales.
- Dra.C. Nancy López Bello. Colaboró con los trabajos experimentales.
- M.Sc. Roxana Cortés Martínez. Colaboró en el procesamiento de los resultados experimentales.