

**BENEMÉRITA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE
PUEBLA**

**FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
COLEGIO DE INGENIERÍA QUÍMICA**

**“Caracterización de los Subproductos Obtenidos a Partir del
Tratamiento Físicoquímico de Vinaza Resultante de la
Producción de Mezcal”**

TESIS

Para obtener el grado de:

LICENCIATURA EN INGENIERÍA QUÍMICA

Presenta:

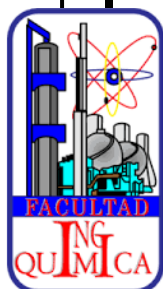
ESTEFANÍA MASTRANZO MELCHOR

Director de Tesis :

DR. MANUEL SÁNCHEZ CANTÚ

Codirector de Tesis:

M.I.Q. FEDERICO MANUEL REYES CRUZ



H. Puebla de Z.

Enero de 2023.



BUAP

Oficio No. FIQ/AC/080/2023
Asunto: Registro de Tema de Tesis

C. ESTEFANÍA MASTRANZO MELCHOR
PASANTE DE LA LICENCIATURA EN
INGENIERÍA QUÍMICA
P R E S E N T E:

Por medio del presente me permito informarle, de la aprobación del Registro de Tema de Tesis de la Licenciatura en Ingeniería Química cuyo título es el siguiente:

"CARACTERIZACIÓN DE LOS SUBPRODUCTOS OBTENIDOS A PARTIR DEL TRATAMIENTO FÍSICOQUÍMICO DE VINAZA RESULTANTE DE LA PRODUCCIÓN DE MEZCAL"

Con el siguiente contenido:

INTRODUCCIÓN

CAPÍTULO 1	ANTECEDENTES
CAPÍTULO 2	METODOLOGÍA
CAPÍTULO 3	RESULTADOS Y DISCUSIÓN

CONCLUSIONES
BIBLIOGRAFÍA

Director de Tesis: Dr. Manuel Sánchez Cantú
Co-Director de Tesis: M.I.Q. Federico Manuel Reyes Cruz.

Lo cual me permito comunicarle para su conocimiento y fines consiguientes aclarando que la vigencia de este tema será **UNICAMENTE POR UN AÑO**

Atentamente,
"Pensar Bien. Para Vivir Mejor."
H. Puebla de Zaragoza, 31 de Mayo de 2023

Dra. Valeria Jordana González Coronel
Secretaria Académica

C.c.p. Director de Tesis: Dr. Manuel Sánchez Cantú
C.c.p. Co-Director de Tesis: M.I.Q. Federico Manuel Reyes Cruz.
C.c.p. Archivo.

Facultad
de Ingeniería
Química.

Av. San Claudio s/n, Col. San
Manuel, Ciudad Universitaria,
Puebla, Pue. C. P. 72590
01 (222) 229 55 00
Ext. 7256 y 7251.

Agradecimientos

Quiero expresar mi más profundo agradecimiento a todas las personas que han sido parte fundamental de mi trayecto académico y personal, el cual culmina con esta tesis.

En primer lugar, quiero dedicar un especial agradecimiento a mis padres. A mi padre, aunque ya no estés físicamente presente, sé que su orgullo y confianza en mí me han acompañado en cada paso de este camino. Me enseñaste la importancia de perseguir mis sueños y esforzarme al máximo me han guiado en todo momento. Te extraño mucho y valoro cada momento compartido. A mi madre, gracias por tu apoyo incondicional. Tu constante cuidado, escucha y motivación han sido fundamentales en mi éxito personal académico.

A mis hermanos, Silver y Jesús, les agradezco por estar siempre a mi lado, brindándome su apoyo inquebrantable. A Ada, te has convertido en una hermana para mí, gracias por tu apoyo constante y tus valiosos consejos que me han ayudado a crecer como hermana, hija, tía y, sobre todo, como persona. A Minos, quien llegó a mi vida como un rayo de luz, aún eres muy pequeño, pero espero que algún día leas estas palabras y sientas el orgullo que tengo de ser tu tía.

Este logro académico no habría sido posible sin el Dr. Manuel Sánchez Cantú, quien tuve la fortuna de conocer casi al final de mi trayecto en la FIQ, gracias por enseñarme otro lado de esta profesión, ver que no todo es teoría, y qué, aunque en todos lados podemos encontrar problemas, siempre podemos encontrar una solución que viene con ellos. Gracias por abrirme las puertas de su laboratorio, por confiar en mí y darme la oportunidad de seguir aprendiendo y conocer como es el mundo de la investigación. Le agradezco el haberme motivado en cada paso que he dado, desde que lo conocí en aquella clase de proyectos I+D, hasta el momento en el que se está culminando esta tesis. Agradezco su guía, consejos y asesoramiento, sin usted no habría conocido un tema del que he logrado apasionarme. .

Mi profundo agradecimiento también se extiende al M.I.Q. y futuro Dr. Federico (Fede), por su inestimable apoyo en la realización de esta tesis. Gracias por revisar, corregir y aconsejar en cada etapa del proceso. Además, agradezco por los momentos compartidos dentro y fuera del laboratorio y por ser un apoyo no solo en los buenos momentos, sino también en los momentos difíciles.

Agradezco a mis sinodales, la Dra. Juana Deisy Santamaría Juárez y la Dra. María Elena Ramos Cassellis, por sus valiosas observaciones y contribuciones que han enriquecido este trabajo de investigación. Asimismo, reconozco la labor de todos los profesores que han contribuido a mi formación durante mi tiempo en la universidad.

Quiero expresar mi gratitud a mis amigos y compañeros del laboratorio de biocombustibles: Sandy, Pau, Fati, Ari, Evander, Ulises, Francisco. Gracias por los días compartidos, las anécdotas y los recuerdos que siempre atesorare.

Agradezco a Raúl Tauro por la oportunidad de trabajar con él y su equipo en Morelia, y permitirme conocer a personas con la misma pasión por la ciencia que yo. A Angie, Ere, Dharma, Jorge, Erick y a todos los miembros que conocí en el IIES-UNAM gracias por recibirme y acompañarme en esta experiencia.

A mis amigos de la FIQ y |aquellos que conocí durante mi estancia en la universidad: Lu, Ale, Alo, Mari, Adri, Pablo, Chris, Moy, Raúl, Odeth, Miriam, Viaany y a todas las personas que no mencioné aquí, les agradezco por ser parte de mi vida universitaria.

Agradezco a todas las personas que forman parte de DC DancEri Club por enseñarme que el baile es una forma de expresión que me permitió conocer personas maravillosas como Diego, Ana, Brau, Sandy, Zul, Orlando, Lalo, Diego, Ale, Diana, Max, Damián, Rush y Hernán. Gracias por todos los momentos de risas dentro y fuera de los ensayos.

No puedo olvidar mi paso por el E.S.M. y a todas las personas que formaron parte de esa etapa de mi vida. A Paola, Pollo, Thelma, Iván, Lesly, Andy, Moni, Luis, Santi y a todos, gracias por ser mi otra familia y enseñarme valores como la abnegación, la resiliencia y la lealtad.

Finalmente, a Isaac, Alonso, Katy y Dennis, mis mejores amigos de la prepa, a pesar de que nuestras vidas han tomado caminos distintos, sé que siempre estaremos juntos en las buenas y en las malas, compartiendo risas y lágrimas.

Su apoyo y amistad han sido invaluable en este viaje hacia la culminación de mi licenciatura. Gracias a todos por ser parte de mi historia.

Índice Temático

Agradecimientos	2
Índice Temático	4
Índice de Figuras	7
Índice de Tablas	8
Resumen	9
Objetivos.....	10
Hipótesis	10
Introducción.....	11
Capítulo I Antecedentes.....	13
1.1 El mezcal.....	14
1.2 Proceso de producción del mezcal.....	15
1.2.1 Selección y corte de agave.....	15
1.2.2 Cocción de las cabezas de agave.....	17
1.2.3 Molienda.....	18
1.2.4 Fermentación	18
1.2.5 Destilación	19
1.2.6 Envasado del producto.....	20
1.2.7 Variedades de mezcal	20
1.3 Generación de residuos	21
1.3.1 Bagazo de agave	21
1.3.2 Vinazas	22
1.4 Tratamiento de las vinazas.....	23
1.4.1 Tratamientos biológicos	23
1.4.2 Tratamientos químicos	24

1.4.2.1	Ozonación.....	24
1.4.2.2	Precipitación química.....	24
1.4.3	Tratamientos físicos.....	25
1.4.3.1	Sedimentación.....	26
1.4.3.2	Filtración.....	26
1.4.3.3	Adsorción.....	26
1.4.4	Tratamientos combinados.....	27
1.5	Bibliografía.....	28
Capítulo II Metodología.....		35
2.1	Reactivos, materiales y equipos.....	36
2.2	Recolección de vinaza, medición de parámetros y determinación del contenido de sólidos.....	36
2.3	Tratamiento fisicoquímico por etapas.....	37
2.3.1	Precipitación alcalina.....	37
2.3.2	Precipitación ácida.....	39
2.3.3	Evaluación con carbón activado.....	40
2.4	Técnicas de caracterización.....	41
2.4.1	Determinación de grados Brix (°Bx) y valor de pH.....	41
2.4.2	Difracción de Rayos X.....	42
2.4.3	Microscopía electrónica de Barrido (MEB) y Espectroscopia de Energía de Dispersión (EED).....	43
2.5	Bibliografía.....	44
Capítulo III Resultados y Discusión.....		45
3.1	Caracterización de la materia prima.....	47
3.2	Tratamiento alcalino.....	50
3.3	Tratamiento ácido.....	56

3.4	Microscopías del tratamiento fisicoquímico.....	60
3.5	Rendimiento en el tratamiento fisicoquímico.....	61
3.6	Evaluación con carbón activado	64
3.7	Bibliografía	68
Capítulo IV Conclusiones.....		71

Índice de Figuras

Capítulo I. Antecedentes

Figura 1.1 Proceso de producción del mezcal	15
Figura 1.2 Elementos que constituyen la planta de agave.....	16
Figura 1.3 Reacción de hidrólisis de la inulina para la obtención de azúcares reductores..	18
Figura 1.4 Etapa de la destilación artesanal del mosto muerto	19

Capítulo II. Metodología

Figura 2.1 Precipitación alcalina de la vinaza con óxido de calcio a a) 23°C y b) 80°C.	38
Figura 2.2 Esquema de precipitación alcalina en vinaza.....	38
Figura 2.3 Precipitación ácida con ácido sulfúrico a 23°C	39
Figura 2.4 Esquema de precipitación ácida en vinaza.....	40
Figura 2.5 Esquema para la adsorción con carbón activado	41
Figura 2.6 a) densímetro, b) potenciómetro.	42
Figura 2.7 Difractómetro de Rayos X.	42
Figura 2.8 a) Microscopio Electrónico de Barrido JEOL JSM-6610 LV, b) Detector INCA x-act Penta F6T precisión	43

Capítulo III. Resultados y discusión

Figura 3.1 Ruta propuesta para el tratamiento fisicoquímico de la vinaza de mezcal.	46
Figura 3.2 Patrón de DRX muestra de vinaza original (VO)	49
Figura 3.3 Patrón de DRX de la lignina, la celulosa y la hemicelulosa	49
Figura 3.4 Precipitado alcalino a) PV23 y b) PV80	50
Figura 3.5 Patrón de DRX precipitación alcalina a 80°C y 23°C	53
Figura 3.6 Patrón de DRX correspondiente a Ca(OH) ₂ (PDF 72-0156).....	53
Figura 3.7 Patrón de DRX correspondiente a CaCO ₃ (calcita) (PDF 72-1652).....	54
Figura 3.8 Patrón de DRX correspondiente a CaCO ₃ (aragonita) (PDF 05-0453)	54
Figura 3.9 Precipitado ácido a)PAV23 y b)PAV80	56
Figura 3.10 Patrón de DRX precipitación ácida de las muestras PAV23 y PAV80	58

Figura 3.11 Patrón de DRX correspondiente a $\text{Ca}(\text{SO}_4) \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (PDF 06-0046).....	58
Figura 3.12 Patrón de DRX correspondiente a $\text{Ca}(\text{SO}_4) (\text{H}_2\text{O})_2$ (PDF 72-0596).....	59
Figura 3.13 Micrografía PV23	60
Figura 3.14 Micrografía PV80	60
Figura 3.15 Balance de masa para a) precipitación alcalina a 23°C, b) Precipitación alcalina a 80°C, c) precipitación ácida a 23°C y d) precipitación ácida a 80°C	62
Figura 3.16 a) vinaza acidificada con H_2SO_4 a 23°C, b) vinaza con 0.1% de carbón activada, c) vinaza con 0.25% de carbón activado, d) vinaza con 0.5% de carbón activado	65
Figura 3.17 Muestras de vinaza diluidas al 50% a) vinaza original, b) vinaza alcalinizada a 23°C, c) vinaza acidificada a 23°C, d) vinaza con 0.1% de carbón activada, e) vinaza con 0.25% de carbón activado, f) vinaza con 0.5% de carbón activado	66

Índice de Tablas

Capítulo I. Antecedentes

Tabla 1.1 Principales plantas de agave utilizadas en la producción de mezcal.	17
Tabla 1.2 Categorías del mezcal a partir de los equipos utilizados.	20

Capítulo III. Resultados

Tabla 3.1 Características de vinazas de mezcal provenientes de diversas fuentes	48
Tabla 3.2 Análisis elemental de precipitados alcalinos	51
Tabla 3.3 Parámetros de la vinaza después del tratamiento alcalino.....	55
Tabla 3.4 Análisis elemental de precipitados ácidos	57
Tabla 3.5 Parámetros de la vinaza después del tratamiento ácido.....	59
Tabla 3.6 Parámetros de la vinaza en el proceso de adsorción.....	64

Resumen

En este trabajo de investigación se realizó el tratamiento fisicoquímico de la vinaza de mezcal mediante tres etapas de manera secuenciada. Se comenzó con el tratamiento alcalino utilizando óxido de calcio (CaO), seguido del tratamiento ácido empleando ácido sulfúrico (H_2SO_4), y por último se utilizó carbón activado comercial de la marca Clarimex. Los sólidos generados en el tratamiento alcalino y ácido se caracterizaron mediante Espectroscopía de Energía Dispersada (EED), Difracción de Rayos X (DRX) y Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) para conocer su naturaleza.

El tratamiento alcalino se realizó a 23°C y 80°C , lo que resultó en la obtención de los sólidos etiquetados como PV23 y PV80, respectivamente. Los resultados generados revelaron que la temperatura influye en la formación y precipitación de los sólidos. Mediante el análisis de EED se observó que los sólidos recuperados después de la precipitación eran ricos en carbono, oxígeno y calcio. Mientras que por DRX se identificó que la muestra PV23, la fase predominante fue carbonato de calcio (CaCO_3) en su fase calcita y en la muestra PV80 se obtuvo una mezcla de fases encontrándose hidróxido de calcio (CaOH), y carbonato de calcio (CaCO_3) en sus fases calcita y aragonita, respectivamente.

Debido a que se logró un rendimiento similar en la recuperación de sólidos en ambas temperaturas, se realizó el tratamiento ácido a la vinaza alcalinizada a 23°C . Este proceso se llevó a cabo bajo dos condiciones de temperatura, 23°C y 80°C , dando como resultados los sólidos PAV23 y PAV80, respectivamente. Con el análisis de EED se observó que los sólidos recuperados PAV23 y PAV80 eran ricos en carbono, oxígeno, calcio y azufre. Y el análisis por DRX demostró que la temperatura no tuvo un efecto en la formación de distintas especies cristalinas, ya que en ambos casos se obtuvo sulfato de calcio (CaSO_4) en la fase yeso.

Dado que el rendimiento de los sólidos de las muestras PAV23 y PAV80 fue similar, en la última etapa del proceso en la evaluación con carbón activo se utilizó la vinaza acidificada a 23°C , la cual se evaluó al 0.1%, 0.25% y 0.5%. Cualitativamente, se observó que a medida que se aumentaba la cantidad de carbón activado, se lograba una mayor reducción en el color, olor y turbidez de la vinaza.

Objetivos

Objetivo general

Caracterizar los residuos generados durante la implementación de un tratamiento fisicoquímico por etapas en vinazas provenientes de la producción de Mezcal.

Objetivos específicos

- Obtener muestra de vinaza de un productor de mezcal del Estado de Puebla.
- Caracterizar la vinaza (pH y grados Brix).
- Llevar a cabo la precipitación alcalina y precipitación ácida en la vinaza.
- Utilizar carbón activado como adsorbente en la vinaza.
- Caracterizar por difracción de rayos X y análisis elemental los precipitados generados.
- Determinar la influencia de los tratamientos en los grados Brix de la vinaza.

Hipótesis

La caracterización de los residuos generados en la precipitación alcalina/ácida permitirá conocer la naturaleza y morfología de estos para generar alternativas para su uso o disposición.

Introducción

El mezcal es una bebida alcohólica emblemática de la tradición y cultura mexicana, y a lo largo de los años se ha convertido en una bebida que junto con el tequila ha trascendido fronteras hasta convertirse en un ícono global. Su producción inicia con la cosecha de las plantas de agave y las piñas cosechadas se cuecen usualmente en hornos de piedra, lo cual otorga el característico sabor ahumado. A continuación, las piñas cocidas se trituran para extraer el jugo rico en azúcares, el cual se fermenta en tinajas que suelen ser de madera. El proceso de obtención del mezcal culmina con la destilación y el envasado del producto. Las características que refleja este destilado como aroma, color y sabor son reflejo de la región donde fue cultivado el maguey, el método de elaboración utilizado y el tipo de envasado después de la destilación.

En la actualidad, la elaboración del mezcal se enfrenta a desafíos significativos como la industrialización ya que a incremento la demanda de este producto. En este sentido, a pesar de que son buenas noticias para los productores no se cuenta con procesos para el manejo y gestión de los residuos generados. Los principales residuos que se generan durante la elaboración de mezcal son el bagazo y la vinaza. El bagazo, es el residuo sólido derivado del proceso de trituración y fermentación de las piñas de agave. Y la vinaza, es el líquido que se genera tras destilar el mosto de agave. En particular, la generación de vinaza plantea un riesgo ambiental considerable si no se maneja de manera adecuada.

El problema con la vinaza radica en su capacidad para contaminar cuerpos de agua y suelos si se vierte sin tratamiento, lo que puede afectar negativamente la vida acuática y la agricultura. Por lo tanto, surge la imperante necesidad de implementar prácticas sostenibles para el manejo de este residuo con el fin de reducir el impacto ambiental y promover la sostenibilidad a largo plazo en la industria mezcalera.

Actualmente en México, la disposición de la vinaza de mezcal carece de regulaciones específicas para su tratamiento. Esto es un problema importante debido a que la mayoría de los productores carecen sistemas para el tratamiento de sus residuos.

En este contexto, en este trabajo de investigación se realizó el tratamiento fisicoquímico por etapas a la vinaza de mezcal mediante un proceso de sedimentación

empleando óxido de calcio (CaO), ácido sulfúrico (H₂SO₄) y carbón activado con el objetivo de recuperar los lodos generados durante las diferentes etapas del tratamiento e identificar su naturaleza.

Capítulo I

Antecedentes

*"Nada en la vida debe ser temido,
solamente comprendido. Ahora es el
momento de comprender más para
temer menos".*

-Marie Curie



1 Antecedentes

1.1 El mezcal.

El agave también conocido como maguey es una planta nativa de América, se caracteriza por tener una piña grande rodeada en espiral por hojas largas, la cual crece en climas áridos y semiáridos [1]. El aprovechamiento de esta planta se ha dado desde las culturas prehispánicas con el fin de satisfacer diversas necesidades, por ejemplo: en la construcción utilizaban sus hojas como techos; en la producción de indumentaria fabricaban agujas, sogas o ayates; y en la elaboración de alimentos y bebidas utilizaban las hojas y la piña, respectivamente [2].

En la actualidad, el agave es empleado para la obtención de fibras textiles [3], producción de biopolímeros [4] y en la elaboración de alimentos [5]. Sin embargo, el uso principal del agave es destinado a la elaboración de bebidas alcohólicas. Este proceso consiste en la cocción y la molienda de las piñas de agave. Los trozos de agave cocido se dejan reposar por algunos días y posteriormente estos se fermentan y después se destilan para obtener el contenido alcohólico.

En México existe una gran variedad de especies de agave que se encuentran protegidas bajo la llamada “denominación de origen” [6] y, dependiendo de la región y especie del agave, se pueden elaborar destilados. De acuerdo con la Secretaría de Agricultura, Ganadería, Desarrollo Rural, Pesca y Alimentación (SAGARPA) los destilados de agave más producidos son [7], el tequila que proviene de los estados de Jalisco, Guanajuato, Nayarit, Tamaulipas y Michoacán, y el mezcal elaborado en los estados de Oaxaca, Zacatecas, Durango, Puebla, Michoacán, Guerrero, San Luis Potosí, Tamaulipas y Guanajuato.

En la actualidad, la producción del tequila es mayor que la del mezcal; sin embargo, la elaboración de mezcal ha tenido un crecimiento importante durante los últimos años debido al aumento en el número de exportaciones del destilado, por lo que se espera que el nivel de producción de esta bebida aumente en los próximos años [8].

El mezcal se define como una bebida alcohólica destilada de agave de origen mexicano y su producción está regulada por la Norma Oficial Mexicana 070 de la Secretaría de Comercio y Fomento Industrial (SCFI) [9]. El aroma y sabor dependerán de la especie de

agave empleado, así como del proceso de elaboración; diversificando sus cualidades organolépticas por factores como el tipo de suelo, topografía y clima.

1.2 Proceso de producción del mezcal

La NOM-070-SCFI-2016 [6] describe que la producción de mezcal debe cumplir con 6 etapas: selección y corte del agave, cocción de las piñas de agave, molienda, fermentación, destilado y, por último, el envasado del producto. Estas etapas se ilustran en la Figura 1.1.

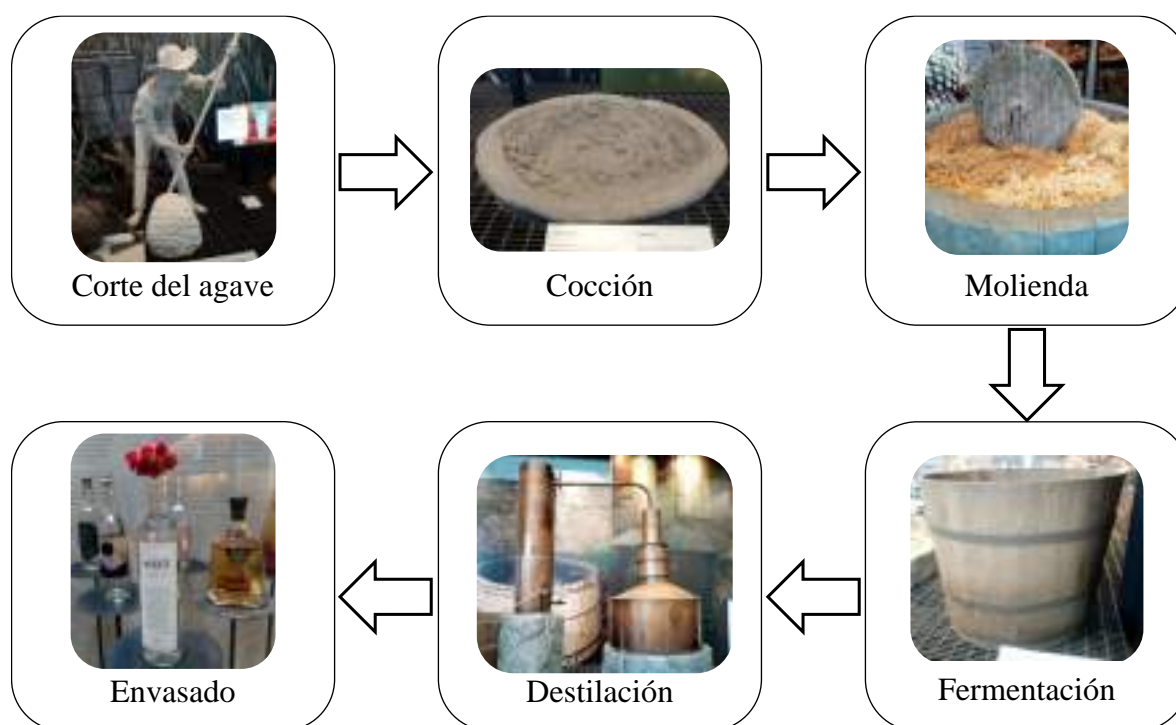


Figura 1.1 Proceso de producción del mezcal

1.2.1 Selección y corte de agave

El agave es una planta que se constituye por dos elementos: la penca, que son hojas largas y fibrosas de forma lanceolada de color verde azulado y la piña o cabeza, que es la base de las hojas [10] como se muestra en la **Figura 1.2**.

La piña es la parte de la planta del agave que se utiliza para la producción del mezcal. El tipo de terreno donde se siembra es fundamental para el crecimiento de la planta, por

ejemplo, el pH del suelo debe ser mayor a 5 ya que si las plantas crecen en suelos ácidos pueden sufrir desbalances nutritivos [2], afectando las características organolépticas del producto final. El clima es otro factor importante para el desarrollo de la planta, por ejemplo, para disminuir la pérdida de agua y evitar la deshidratación de la planta, durante la noche es preferible que el clima se encuentre entre los 11 y 21°C.

El tiempo de maduración de la planta puede variar dependiendo de la especie de agave y de la región en donde se sembró, en promedio la maduración de la planta oscila entre los siete y diez años [10]. Una vez que la planta de agave se encuentra madura, la piña se debe de jimar, es decir, las hojas del agave se deben cortar para dejar la piña limpia para obtener el mezcal.

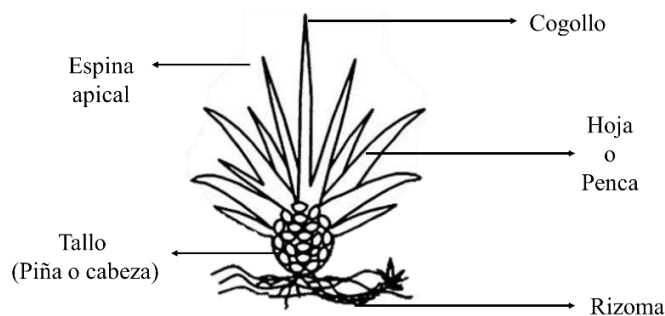


Figura 1.2 Elementos que constituyen la planta de agave.

De acuerdo con la NOM-070-SCFI-2016 [9] y con el Consejo Mexicano Regulador de la Calidad del Mezcal (COMERCAM) [11], existen más de 80 variedades de agave para producir el mezcal. Sin embargo, en la Tabla 1.1 se muestran las principales variedades de agave utilizadas para la producción de mezcal.

Tabla 1.1 Principales plantas de agave utilizadas en la producción de mezcal.

Nombre Común	Especie	% de Producción
Maguey espadín	<i>Agave Angustifolia Haw</i>	88.11
Maguey cenizo	<i>Agave Duranguensis</i>	2.26
Maguey verde	<i>Agave Salmiana</i>	1.90
Maguey papalote	<i>Agave Cupreata</i>	1.29
Maguey tobalá	<i>Agave Potatorum</i>	1.20
Maguey azul	<i>Agave Tequilana</i>	0.86
Maguey cuishe	<i>Agave Karwinskii</i>	0.39
Maguey manso Sahuayo	<i>Agave Salmiana Otto</i>	0.34
Otros (86 Agaves diferentes)		3.62

1.2.2 Cocción de las cabezas de agave.

La cocción de las cabezas de agave se realiza con la finalidad de llevar a cabo una hidrólisis. La hidrólisis es el método por el cual, moléculas de gran tamaño son reducidas, en sustancias más simples por acción del agua [12]. En el caso de la producción de mezcal la hidrólisis se encarga de transformar los carbohidratos en azúcares reductores [13]. El proceso de la hidrólisis requiere en promedio 72 horas y depende de factores como la temperatura, el pH y el tipo de horno, que puede ser de piedra, mampostería o acero inoxidable [10].

En el agave la principal fuente energética se conoce como fructanos, estos son polímeros formados y apilados por “n” unidades de fructosa y una base de glucosa [14]. Ejemplo de fructanos en el agave son las moléculas de agavina e inulina [10]. En la Figura 1.3 se muestra la hidrólisis de la Inulina para formar moléculas de fructuosa y glucosa [15,16].

Durante la etapa de la hidrólisis se generan compuestos orgánicos importantes que dan las notas características de ahumado al mezcal; por ejemplo, el furfural, 2-acetilfurfural y 5 metil furfural, entre otros [10].

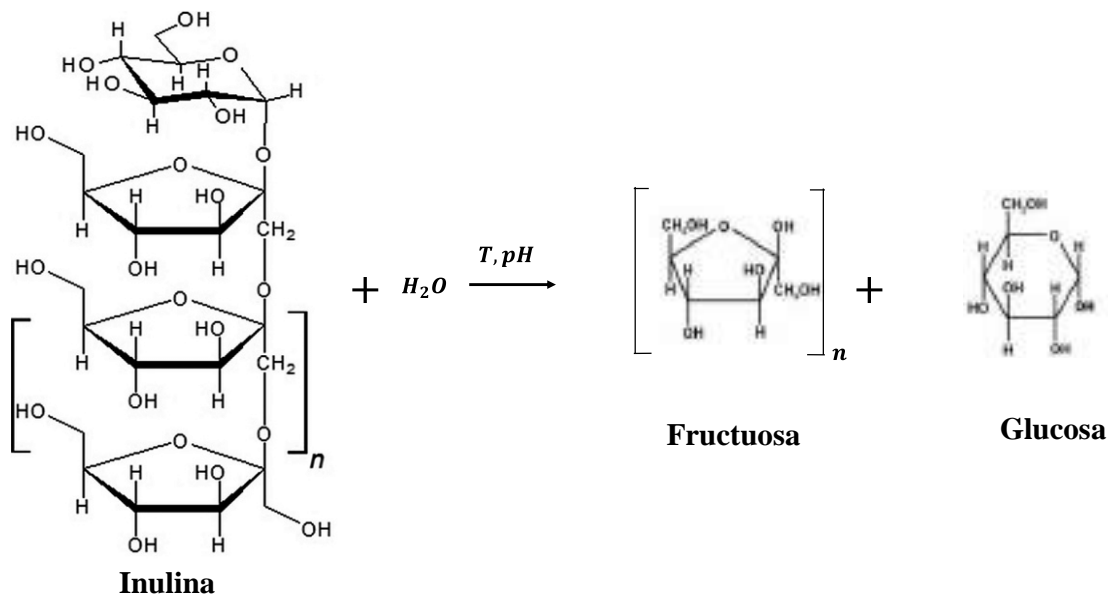


Figura 1.3 Reacción de hidrólisis de la inulina para la obtención de azúcares reductores

1.2.3 Molienda

La etapa de la molienda consiste en disminuir el tamaño del agave cocido para facilitar la recuperación de mieles o jugos ricos en azúcares producidas en el proceso de la hidrólisis, estos jugos se conocen como mosto y junto con el agave molido son trasladados a tinas para realizar la fermentación [17].

1.2.4 Fermentación

La fermentación es la etapa clave en la producción de mezcal. El agave cocido y molido se introduce en tinas de fermentación, en donde se adiciona agua y levaduras para transformar los azúcares en alcohol. La temperatura, la relación materia prima: levadura y el tiempo de fermentación son las variables de proceso que se deben considerar para lograr una adecuada fermentación. De acuerdo con la literatura este proceso se puede prolongar hasta 9 días para finalizar la transformación de los azúcares en etanol [18].

Al inicio del proceso, los mostos suelen contener alrededor de 15 grados Brix ($^{\circ}\text{Bx}$), los grados Brix son una medida que indica la cantidad de azúcares presentes en el mosto. Sin embargo, al finalizar la fermentación, los mostos suelen presentar valores menores o iguales a 6°Bx lo cual evidencia la transformación de los azúcares en etanol [10]. En la fermentación se encuentran reportado el uso de diversas tipos de cepa; sin embargo, cepas como la *Torulaspóra delbrueckii*, *Zygosaccharomyces bisporus*, *Candida ethanólica*, and *two Kluyveromyces marxianu* [18] y *Saccharomyces cerevisiae* [19] son algunas de las más reportadas.

Además de etanol, también se pueden generar otro tipo de compuestos como el acetaldehído, acetato de etilo, 1-propanol, isobutanol y alcohol amílico por mencionar algunos [18]. Y compuestos característicos que dan aromas particulares a los destilados de agave como lo son: los ácidos octanoico, decanoico, dodecanoico, tetradecanoico; alcohol iso-amílico, 2-fenetílico, tetradecanol; decanoato de étilo, éster del ácido carbámico, lactato de etilo, acetato de fenetilo, dietil acetal, a-terpi-eol, monoacetato de 1,3 bencenodiol [20].

1.2.5 Destilación

La destilación es la operación que se emplea para separar y concentrar el etanol generado durante la fermentación de los componentes indeseables al aprovechar los distintos puntos de ebullición. En la Figura 1.4 se muestra el esquema general de la destilación artesanal, en donde el mosto muerto producido durante la fermentación entra a alambiques de cobre generando dos productos: el mezcal que sale por la parte alta del alambique y posteriormente se condensa y la vinaza que se recupera en el fondo del alambique [21].



Figura 1.4 Etapa de la destilación artesanal del mosto muerto

1.2.6 *Envasado del producto*

El envasado es la última etapa en el proceso de producción de mezcal, aquí se realiza el ajuste del grado de alcohol en conformidad con la NOM-070-SCFI-2016 [9], el cual debe de estar entre el 36 y 55 % de volumen de alcohol. En esta etapa el mezcal puede ser abocado, es decir, se le pueden adicionar otros ingredientes que aporten sabor a la bebida o puede ser madurado en barricas [9].

1.2.7 *Variedades de mezcal*

De acuerdo con la NOM-070-SCFI-2016 [9] el mezcal se puede clasificar tomando en cuenta distintos criterios. Por ejemplo, se puede categorizar a partir de los equipos utilizados durante la hidrólisis, molienda, fermentación y destilación o de acuerdo con el proceso posterior a la destilación (envasado), como mezcal blanco o joven, madurado, reposado, añejo y abocado, entre otras. En la Tabla 1.2 se presenta un ejemplo de la clasificación mediante equipos cuyos destilados se catalogan por las denominaciones: mezcal ancestral, mezcal artesanal y mezcal.

Tabla 1.2 Categorías del mezcal a partir de los equipos utilizados.

	Mezcal ancestral	Mezcal artesanal	Mezcal
Cocción	Hornos de pozo.	Hornos de pozo o elevados de mampostería.	Hornos de pozo, mampostería o autoclave
Molienda	Mazo, tahona, molino chileno o egipcio.	Mazo, tahona, molino chileno o egipcio, trapiche o desgarradora.	Tahona, molino chileno o egipcio, trapiche, desgarradora, tren de molinos o difusor.
Fermentación	Oquedades en piedra, suelo o tronco, piletas de mampostería, recipientes de madera o barro, pieles de animal, cuyo proceso puede incluir la fibra del agave	Oquedades en piedra, suelo o tronco, piletas de mampostería, recipientes de madera o barro, pieles de animal, cuyo proceso puede incluir la fibra del agave	Recipientes de madera, piletas de mampostería o tanques de acero inoxidable.

Destilación	Fuego directo en olla de barro y montera de barro o madera; cuyo proceso puede incluir la fibra del agave	Fuego directo en alambiques de caldera de cobre u olla de barro y montera de barro, madera, cobre o acero inoxidable; cuyo proceso puede incluir la fibra del agave	Alambiques, destiladores continuos o columnas de cobre o acero inoxidable.
-------------	---	---	--

1.3 Generación de residuos

En la actualidad todos los procesos ya sean de bienes o servicios, generan desechos de tipo sólido, líquido y gaseoso [22]. En este sentido, la industria mezcalera genera toneladas de residuos anualmente, donde el bagazo y la vinaza son los principales.

1.3.1 Bagazo de agave

El bagazo es el subproducto sólido generado en la producción de mezcal. Éste se obtiene después de que las piñas de agave son troceadas, cocidas, enjuagadas y exprimidas para extraer los azúcares fermentables para la elaboración de los mostos de agave [23]. En promedio, por cada litro de mezcal producido se generan alrededor de 1.5 kg de bagazo base húmeda [24] y de acuerdo con el Consejo Mexicano Regulador de la Calidad de Mezcal (COMERCAM) en el año 2022 se generaron alrededor de 12,149,386 kg de bagazo proveniente de esta industria [11].

El bagazo representa alrededor del 40% del peso total del agave utilizado en el proceso y está formado por celulosa (38-80%), hemicelulosa (23-32%) y lignina (15-25%) [25]. También puede contener otras sustancias generadas durante la hidrólisis como las pectinas y azúcares residuales. El bagazo del agave suele presentar un valor de pH alrededor de 5.4 [24].

La lignina tiene la función de proveer rigidez a la planta haciendo que los tejidos vegetales se mantengan unidos y protegiendo a la celulosa y hemicelulosa durante la hidrólisis. Debido a esta característica, la degradación natural del bagazo no es un proceso sencillo por lo que se considera como un compuesto recalcitrante [22], es decir, que son compuestos que persisten en la naturaleza por mucho tiempo y es resistente a la degradación.

El bagazo puede tener consecuencias negativas en el medio ambiente ya que se genera en forma desmedida acumulándose y ocasionando la generación de hongos, levaduras, bacterias y plagas animales indeseables como las cucarachas, larvas de mosca u otro tipo de insectos [26].

En la actualidad, se están investigando alternativas para el aprovechamiento del bagazo, y entre las posibles alternativas se encuentra su uso en la producción de enzimas [25], biocombustibles [27], o como composta [28].

1.3.2 *Vinazas*

Las vinazas provienen de los fondos de los alambiques o de las columnas utilizadas en la destilación. Por cada litro de mezcal se generan de 8 a 15 litros de vinaza [29], de acuerdo con la SAGRAPA para el año 2021 se generaron alrededor de 96 millones de litros de vinaza [8]. Las vinazas se caracterizan por ser ácidas ya que presentan valores de pH entre 3 y 5. Las vinazas son de color marrón oscuro y contienen sólidos suspendidos y disueltos, azúcares [30], cenizas y melanoidinas, entre otros [31].

Debido a la alta cantidad de materia orgánica presente en la vinaza, esta refleja valores elevados de DQO (demanda química de oxígeno) y DBO (demanda bioquímica de oxígeno) que puede ir de entre 100,000-150,000 mgO₂/L y 35,000-50,000 mgO₂/L [29], respectivamente. Las vinazas contienen en promedio entre 85-90% de agua, 13-15% de materia orgánica y 1-2% de sales [32], generando una alta conductividad eléctrica (2.6-4.2 mS cm⁻¹) [33].

En la actualidad existe un grave problema de este residuo, ya que no existe normatividad que regule específicamente la descarga de los efluentes provenientes de la industria del agave. Aunque es posible aplicar la NMX-001-SEMARNAT-2021 que establece los límites permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en cuerpos receptores propiedad de la nación [34], los contaminantes presentes en las vinazas superan los límites establecidos de la norma por lo que es necesario dar un tratamiento previo a este efluente antes de ser descargado en los cuerpos de agua tiene reportado que un litro de vinaza tiene la capacidad de contaminar hasta 700 litros de agua [35].

Otro de los problemas que generan las vinazas sobre los cuerpos de agua está relacionado con la temperatura ya que las vinazas son descargadas entre 80 y 90°C [36], lo cual implica la disminución del oxígeno disuelto en los cuerpos de agua [37], aceleración de la eutrofización [38] y la muerte de la flora y fauna acuática.

Por último, en el suelo, las vinazas tienen la capacidad de inhibir la germinación de semillas por poseer un pH ácido [39]. Y sustancias como el ácido acético, ácido láctico, fenoles y nitrógeno amoniacal presentes en la vinaza pueden provocar problemas de fitotoxicidad o la disminución de la fertilidad y muerte del suelo [40-42].

1.4 Tratamiento de las vinazas

Como se mencionó previamente, en la actualidad no existe normatividad para el tratamiento de este residuo. Sin embargo, surge la necesidad de implementar sistemas de tratamiento que, pueden ser de tipo físico, químico o biológico o tratamientos combinados para poder tratar correctamente estos efluentes. A continuación, se presentan algunos de los tratamientos encontrados en la literatura.

1.4.1 Tratamientos biológicos

El tratamiento biológico se encarga de descomponer la materia orgánica y algunos compuestos inorgánicos por la acción de los microorganismos. Dichos microorganismos actúan por la presencia (aerobios) o ausencia de oxígeno (anaerobios).

Para el caso de las vinazas, los tratamientos biológicos son los mayormente reportados en la literatura. En el tratamiento aerobio, se requiere de un flujo adecuado de aire y mantener un pH neutro para preservar la actividad microbiana [43]. Este tipo de tratamiento a logrado disminuir hasta en un 84% la cantidad de materia orgánica presente en la vinaza [44] generando lodos ricos en nutrientes y dióxido de carbono como productos finales [29,45,46]. Algunas de las desventajas que se pueden mencionar de este tratamiento, residen en un alto costo energético, transferencia limitada de oxígeno, generación de grandes cantidades de lodos y mantenimiento constante de los sistemas [29].

En contraste con el tratamiento aerobio, el tratamiento anaerobio posee mayores ventajas. Se pueden mencionar un menor requerimiento energético y una menor generación de lodos [47]. Los productos generados durante este tratamiento son biogás [48] y materia

orgánica que se puede utilizar como fertilizante [29]. En el caso de las vinazas, se encuentra reportado el uso de cepas como la *Trametes hirsuta* y *Phanerochaete chrysosporium* [49,50]. La desventaja de este tipo de tratamiento recae en el inconveniente de tiempos largos de adaptación, los microorganismos son sensibles al cambio de pH y temperatura [51] y compuestos clorados o metales pesados pueden matar la colonia de microorganismos; además se generan olores que pueden llegar a ser desagradables [47].

1.4.2 *Tratamientos químicos*

En la actualidad, los tratamientos químicos para las vinazas no se encuentran del todo estudiados ya que la información en la literatura es escasa. Como su nombre lo dice, este tipo de tratamientos involucra el uso de sustancias químicas como los coagulantes, floculantes y oxidantes que permiten disminuir la carga orgánica presente. En esta sección se describen algunos de los tratamientos químicos existentes para el tratamiento de vinazas que provienen de la producción de etanol de caña (PEC).

1.4.2.1 *Ozonación*

La ozonación es un proceso de oxidación de la materia orgánica por acción del ozono (O_3). El ozono se caracteriza por ser un oxidante fuerte capaz de oxidar contaminantes recalcitrantes como colorantes, productos farmacéuticos, productos de cuidado personal o pesticidas [52]. El tratamiento consiste en hacer pasar una corriente continua de ozono a través del efluente a tratar durante cierto tiempo [53].

Se encuentra reportado que el uso de ozono en vinazas de la PEC para oxidar compuestos fenólicos y remover compuestos que generan color [53]. Aunque el ozono es un oxidante fuerte, presenta diversas desventajas para su implementación. Por ejemplo: costo elevado para la generación de O_3 [54], las reacciones de oxidación son selectivas y se requieren de tiempos largos de contacto entre el ozono y el efluente [52].

1.4.2.2 *Precipitación química*

La precipitación química en el tratamiento de aguas residuales se define como la adición de un agente químico o agente precipitante el cual se encuentra en estado sólido o en solución encargado de cambiar el estado físico de los sólidos disueltos o suspendidos para su remoción por medio de técnicas físicas como la sedimentación y la filtración [58]. Además,

es una técnica que depende del pH por lo que su monitoreo es necesario para lograr su cometido.

La precipitación con hidróxidos es la más utilizada en el tratamiento de aguas residuales, aplicando óxido de calcio, hidróxido de calcio o hidróxido de sodio como precipitante debido a su bajo costo [55,56].

En el caso de vinazas de la PEC, se encuentra reportado el uso de hidróxido de calcio, en este proceso se realizó el ajuste del valor de pH a 11 logrando disminuir la DQO en 51%, magnesio en 91%, nitrógeno en 74%, potasio en 37%, fosforo en 95% y sodio en 20% [57].

En la precipitación con sulfuros se suele utilizar ácido sulfúrico como agente precipitante, tiene una alta eficiencia en la remoción de especies metálicas y genera una menor cantidad de lodos que la precipitación con hidróxidos [55].

La precipitación con sulfuros se ha implementado en vinaza de la PEC usando ácido sulfúrico como precipitante, se encuentra reportado la reducción de la DQO en 15%, eliminación de color y la disminución de distintos metales (calcio, magnesio, fosforo, potasio y sodio) en más del 36% [46].

Algunas de las desventajas de la precipitación química son el alto uso de reactivos químicos y la generación de una gran cantidad de lodos que representan un problema debido a su manejo y tratamiento [52].

1.4.3 Tratamientos físicos

En el tratamiento de aguas residuales, los tratamientos físicos son aquellas operaciones en las cuales no se llevan a cabo cambios químicos o biológicos para separar y remover aquellos componentes indeseables presentes en el agua contaminada. Por ejemplo, se puede mencionar a la sedimentación, la filtración o la adsorción física [45]. En esta sección se describen algunos de los tratamientos físicos encontrados en la literatura para el tratamiento de vinazas de la PEC.

1.4.3.1 Sedimentación.

La sedimentación es un método efectivo para separar partículas sólidas aprovechando la gravedad. Este proceso se puede llevar a cabo en tanques de sedimentación que normalmente cuentan con trampas de lodo para las partículas más pesadas que el agua. La sedimentación al ser una operación que no requiere de equipo sofisticado se ha implementado en sistemas de tratamiento de vinazas provenientes de la industria tequilera para separar parte de los sólidos suspendidos [22].

1.4.3.2 Filtración

La filtración tiene la finalidad de separar compuestos sólidos de diversos tamaños empleando medios filtrantes. Los medios filtrantes están fabricados de distintos materiales y tamaños entre los cuales se pueden encontrar el papel filtro, las mallas de metal y las mallas de textiles, entre otros [58].

Existen distintos métodos de filtración que se pueden llevar a cabo dependiendo del tipo de compuestos que se pretendan eliminar, las cuales son la filtración con membrana, microfiltración, ultrafiltración y nanofiltración. Estos métodos de filtración no se encuentran del todo estudiados en el tratamiento de vinazas ya que la información en la literatura es aún escasa.

La microfiltración es el método que se ha utilizado en el tratamiento de vinazas para concentrar los sólidos de la vinaza de caña [59]; sin embargo, una de las mayores desventajas de esta técnica radica en la disminución del flujo, requiere de limpieza y mantenimiento constante y reemplazar las membranas tiene un alto costo [60].

1.4.3.3 Adsorción

La adsorción es la adhesión de átomos, iones o moléculas presentes en un fluido (adsorbato) a una superficie sólida de un material que contiene sitios activos y es conocido como adsorbente. [61]. La adsorción se puede dividir en adsorción física (fisisorción) y adsorción química (quimisorción) [52]. En la fisisorción para que se lleve a cabo la unión entre adsorbato y adsorbente se requiere de una energía del orden de las fuerzas de Van der Waals; mientras que, en la quimisorción, la cantidad de energía que se requiere se encuentra

en el orden de los enlaces químicos. En el caso de vinaza de la PEC, se encuentra reportado el uso de carbón activado para reducir la concentración de polifenoles en un 70.2% [62].

1.4.4 Tratamientos combinados

Los tratamientos combinados surgen al observar que los tratamientos físicos, químicos o biológicos no son capaces de eliminar la carga de contaminante de las vinazas por si solos [52]. Por lo que se suele emplear una combinación de tratamientos de forma secuenciada para disminuir la concentración de los contaminantes presentes en el efluente y estos se ajusten a los parámetros establecidos en la normatividad.

La implementación de sistemas combinados o trenes de tratamiento se ha estudiado para el tratamiento de vinazas provenientes de la industria tequilera, al incorporar tratamientos, físicos químicos y biológicos. Con lo cual se ha demostrado que el tratamiento fisicoquímico por etapas da como resultado efluentes con una reducción de más del 85% de DBO y DQO y reducción del 85% al 90% de sólidos suspendidos y sólidos sedimentables [22].

1.5 Bibliografía

- [1] A. Delgado-Lemus, I. Torres, J. Blancas, y A. Casas, “Vulnerability and risk management of Agave species in the Tehuacán Valley, México”, *J. Ethnobiol. Ethnomedicine*, vol. 10, no. 1, pp. 1–15, 2014.
- [2] J. I. del Real Laborde, “Agave materia prima del Tequila”, en *Manual Técnico Tequilero, Consejo Regulador del Tequila*, 1a ed. Guadalajara, Jalisco, México: Consejo regulador del Tequila, pp. 128–157, 2019.
- [3] S. Msahli, S. Faouzi, y J.-Y. Drean, “Study of textile potential of fibers extracted from Tunisian Agave Americana L.”, *ARJ*, vol. 6, no. 1, pp. 9–13, 2006.
- [4] R. E. Martínez-Herrera, O. M. Rutiaga-Quñones, y M. E. Alemán-Huerta, “Integration of Agave plants into the polyhydroxybutyrate (PHB) production: A gift of the ancient Aztecs to the current bioworld”, *Ind Crops Prod*, vol. 174, p. 114188, 2021.
- [5] H. Espinosa-Andrews, J. E. Urías-Silvas, y N. Morales-Hernández, “The role of agave fructans in health and food applications: A review”, *Trends Food Sci Technol*, vol. 114, pp. 585–598, 2021.
- [6] L. A. Carrillo Trueba, “Los destilados de agave en México y su denominación de origen”, *Cs*, vol. 87, pp. 40–49, 2007.
- [7] Secretaría de Agricultura y Desarrollo Rural, “Denominaciones de Origen, reconocimiento al campo mexicano”, Gobierno de México, el 10 de septiembre de 2021.
- [8] Secretaría de Agricultura, Ganadería, Desarrollo Rural, y Pesca y Alimentación (SAGRPA)., “Planeación Agrícola Nacional 2017-2030. Agave Tequilero y Mezcalero Mexicano.”, 2017.
- [9] Secretaría de Comercio y Fomento Industrial, Norma Oficial Mexicana NOM-070-SCFI-2016. Bebidas alcohólicas-Mezcal Especificaciones. 2016.
- [10] G. Spedding, “Mezcal and Tequila”, en *Distilled Spirits*, 1a ed. Kentucky, Estados Unidos: Academic Press, pp. 173–228, 2023.

- [11] Consejo Mexicano Regulador de la Calidad del Mezcal (COMERCAM), “INFORME ESTADÍSTICO”, 2022.
- [12] B. García Durán, “Hidrólisis de la inulina contenida en el agave de la Especie Tequila Weber variedad azul”, en *Manual Técnico Tequilero*, 1a ed., Guadalajara, Jalisco, México: Consejo Regulador del Tequila, pp. 171–186, 2019.
- [13] B. P. Jain, S. K. Goswami, y S. Pandey, “Carbohydrate”, en *Protocols in Biochemistry and Clinical Biochemistry*, 1a ed., Motihari, India: Academic Press, pp. 5–22, 2021.
- [14] R. V. Stick y S. J. Williams, “Disaccharides, Oligosaccharides and Polysaccharides”, en *Carbohydrates: The Essential Molecules of Life*, 1a ed., Australia: Elsevier, pp. 321–341, 2009.
- [15] P. R. Gibson, E. Newnham, J. S. Barrett, S. J. Shepherd, y J. G. Muir, “Review article: Fructose malabsorption and the bigger picture”, *Aliment. Pharmacol. Ther.*, vol. 25, no. 4, pp. 349–363, 2007.
- [16] A. W. Heinen, J. A. Peters, y H. Van Bekkum, “The combined hydrolysis and hydrogenation of inulin catalyzed by bifunctional Ru/C”, *Carbohydr. Res.*, vol. 330, no. 3, pp 381-390, 2001.
- [17] C. J. Bahre y D. E. Bradbury, “Manufacture of mescal in Sonora, Mexico”, *Econ. Bot.*, vol. 34, no. 4, pp. 391–400, 1980.
- [18] M. Alcazar-Valle, A. Gschaedler, H. Gutierrez-Pulido, A. Arana-Sanchez, y M. Arellano-Plaza, “Fermentative capabilities of native yeast strains grown on juices from different Agave species used for tequila and mezcal production”, *Braz. J. Microbiol.*, vol. 50, no. 2, pp. 379–388, 2019.
- [19] D. M. Díaz-Montaño, M. L. Délia, M. Estarrón-Espinosa, y P. Strehaiano, “Fermentative capability and aroma compound production by yeast strains isolated from Agave tequilana Weber juice”, *Enzyme Microb. Technol.*, vol. 42, no. 7, pp. 608–616, 2008.

- [20] M. E. Estarrón Espinoza, “Identificación de los principales compuestos volátiles que caracterizan al Tequila 100% de agave.”, Tesis de maestría en Procesos Biotecnológicos, Universidad de Guadalajara, Guadalajara Jalisco, 1997.
- [21] J. Villafaña Rojas, “Principios de operación en la destilación del Tequila”, en *Manual Técnico Tequilero*, 1a ed. Guadalajara, Jalisco, México: Consejo Regulador del Tequila, pp. 260–288, 2019.
- [22] A. C. Gschaedler Mathis, B. Rodríguez Garay, R. Prado Ramírez, y J. L. Flores Montaña, “Tratamiento de Efluentes y Aprovechamiento de Residuos”, en *Ciencia y Tecnología del Tequila. Avances y Perspectivas.*, 2a ed. México: CIATEJ, pp. 343–373, 2015.
- [23] P. A. Flores-Ríos, C. Robles, y E. Castañeda-Hidalgo, “Generación y caracterización básica de bagazos de la agroindustria del mezcal en Oaxaca”, *Rev. Mex. Cienc. Agric.*, vol. 11, no. 6, pp. 1437–1445, 2020.
- [24] Iñiguez Covarrubias, “Opciones sustentables de manejo y aprovechamiento del bagazo de agave y vinazas”, en *Manual Técnico Tequilero*, 1a ed. Guadalajara, Jalisco, México: Consejo Regulador del Tequila, pp. 525–551, 2019.
- [25] M. G. Contreras-Hernández et al., “Effect of ultrasound pre-treatment on the physicochemical composition of Agave durangensis leaves and potential enzyme production”, *Bioresour. Technol.*, vol. 249, pp. 439–446, 2018.
- [26] J. Toral Paz, A. Martínez Palacios, J. Herrera Camacho, y N. Sánchez Vargas, “Prospectiva estratégica para el aprovechamiento del bagazo residual de agave generado al producir mezcal en Michoacán”, en *La empresa de Clase Mundial Palanca del Desarrollo Económico*, 1a ed. Morelia: Ilustre Academia Iberoamericana de Doctores, pp. 1536–4576, 2015.
- [27] R. Palomo-Briones et al., “Agave bagasse biorefinery: processing and perspectives”, *Clean Technol Environ Policy*, vol. 20, no. 7, pp. 1423–1441, 2018.

- [28] C. G. Iñiguez, C. J. J. Bernal, M. W. Ramírez, y N. J. Villalvazo, “Recycling Agave Bagasse of the Tequila Industry”, *Adv. Chem. Eng. Scien.*, vol. 04, no. 02, pp. 135–142, 2014.
- [29] P. C. Sangave, P. R. Gogate, y A. B. Pandit, “Combination of ozonation with conventional aerobic oxidation for distillery wastewater treatment”, *Chemosphere*, vol. 68, no. 1, pp. 32–41, 2007.
- [30] R. Chandra, R. N. Bharagava, y V. Rai, “Melanoidins as major colourant in sugarcane molasses-based distillery effluent and its degradation”, *Bioresour. Technol.*, vol. 99, no. 11, pp. 4648–4660, 2008.
- [31] V. Robles-González, J. Galíndez-Mayer, N. Rinderknecht-Seijas, y H. M. Poggi-Varaldo, “Treatment of mezcal vinasses: A review”, *J. Biotechnol.*, vol. 157, no. 4, pp. 524–546, 2012.
- [32] W. A. Tapie, D. Prato García, y H. Sánchez Guerrero, “Biodegradation of Suarcane Vinasse by the White-Rot Fungi *Pleurotus ostreatus* in a Packed Bed Reactor”, *Trop. Subtrop. Agroecosyst.*, vol. 19, no. 2, pp. 145–150, 2016.
- [33] R. G. Moran-Salazar, A. L. Sánchez-Lizarraga, J. Rodríguez-Campos, G. Davila-Vazquez, E. N. Marino-Marmolejo, L. Dendooven y S. M. Contreras-Ramos, “Utilization of vinasses as soil amendment: consequences and perspectives”, *SpringerPlus*, vol. 5, no. 1, p. 1007, 2016.
- [34] Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales, NORMA Oficial Mexicana NOM-001-SEMARNAT-2021, Que establece los límites permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en cuerpos receptores propiedad de la nación. 2021.
- [35] N. Santiago Olivares, F. G. Arriaga López, C. Beltrán Hernández, y E. Martínez Orozco, “Perspectiva de la sustentabilidad social, económica y ambiental de la industria tequilera”, *Ra Ximhai*, vol. 17, no. 3, pp. 211–233, 2021.

- [36] M. Muñoz, “Normatividad Aplicable al manejo de Vinazas y Bagazo”, en Manual Técnico Tequilero, 1a ed. Guadalajara, Jalisco, México: Consejo Regulador del Tequila, pp. 491–502, 2019.
- [37] J. D. Mane, S. Modi, S. Nagawade, S. P. Phadnis, y V. M. Bhandari, “Treatment of spentwash using chemically modified bagasse and colour removal studies”, *Bioresour. Technol.*, vol. 97, no. 14, pp. 1752–1755, 2006.
- [38] A. G. Vlyssides, C. J. Israilides, M. Loizidou, G. Karvouni, y V. Mourafeti, “Electrochemical treatment of vinasse from beet molasses”, *Water Sci. Technol.*, vol. 36, no. 2–3, pp. 271–278, 1997.
- [39] E. A. Zelaya-Benavidez, G. A. Martínez-Gutiérrez, C. Escamirosa-Tinoco, y I. Morales, “Vinazas de mezcal y su efecto biofertilizante en el rendimiento de hortalizas”, *Ecosistemas y Recursos Agropecuarios*, vol. 8, no. 3, 2022.
- [40] M. J. Diaz, E. Madejón, F. Ló Pez, R. Ló Pez, y F. Cabrera, “Optimization of the rate vinasse/grape marc for co-composting process”, *Process Biochem.*, vol. 37, no. 10, pp. 1143–1150, 2002.
- [41] M. Tejada, A. M. García-Martínez, y J. Parrado, “Effects of a vermicompost composted with beet vinasse on soil properties, soil losses and soil restoration”, *Catena (Amst)*, vol. 77, no. 3, pp. 238–247, 2009.
- [42] Y. Yavuz, “EC and EF processes for the treatment of alcohol distillery wastewater”, *Sep. Purif. Technol.*, vol. 53, no. 1, pp. 135–140, 2007.
- [43] A. López-López, E. León-Becerril, M. E. Rosales-Contreras, y E. Villegas-García, “Influence of alkalinity and VFAs on the performance of an UASB reactor with recirculation for the treatment of Tequila vinasses”, *Environ. Technol.*, vol. 36, no. 19, pp. 2468–2476, 2015.
- [44] V. Robles-González, H. M. Poggi-Varaldo, J. Galíndez-Mayer, y N. Ruiz-Ordaz, “Combined Treatment of Mezcal Vinasses by Ozonation and Activated Sludge”, *Water Environ. Res.*, vol. 90, no. 11, pp. 1985–1996, 2017

- [45] J. K. Farmer, “Wastewater treatment technologies”, en *Environmental Management*, 1a ed. Butterworth Heinemann, pp. 66–70, 2019.
- [46] A. R. Prazeres, J. Lelis, J. Alves-Ferreira, y F. Carvalho, “Treatment of vinasse from sugarcane ethanol industry: H₂SO₄, NaOH and Ca(OH)₂ precipitations, FeCl₃ coagulation-flocculation and atmospheric CO₂ carbonation”, *J. Environ. Chem. Eng.*, vol. 7, no. 4, p. 103203, 2019.
- [47] M. M. Ghangrekar y M. Behera, “Suspended Growth Treatment Processes”, en *Comprehensive Water Quality and Purification*, India: Elsevier, pp. 74–89, 2013.
- [48] R. C. Ramírez-Díaz, D. Prato-Garcia, y R. Vasquez-Medrano, “How sustainable is the biohydrogen produced from sugarcane vinasse? An approach based on life cycle assessment”, *Biomass Convers. Biorefin.*, pp. 1-21, 2022.
- [49] E. España-Gamboa et al., “Native fungal strains from Yucatan, an option contenido for treatment of biomethanated vinasse”, *Rev. Mex. de Ing. Quím.*, vol. 20, no. 2, pp. 607–620, 2021.
- [50] H. O. Méndez-Acosta, R. Snell-Castro, V. Alcaraz-González, V. González-Álvarez, y C. Pelayo-Ortiz, “Anaerobic treatment of Tequila vinasses in a CSTR-type digester”, *Biodegradation*, vol. 21, no. 3, pp. 357–363, 2010.
- [51] M. López Velarde Santos, E. J. Ventura Ramos, J. A. Rodríguez Morales, y O. Hensel, “Inoculum adaptation for the anaerobic digestion of mezcal vinasses”, *Rev. Int. Contam. Ambie.*, vol. 35, núm. 2, pp. 447–458, 2019.
- [52] Eric. Lichtfouse, Jan. Schwarzbauer, y D. Robert, *Environmental chemistry for a Sustainable World*. 1a ed., France: Springer, 2005.
- [53] M. A. Martín, F. Raposo, R. Borja, y A. Martín, “Kinetic study of the anaerobic digestion of vinasse pretreated with ozone, ozone plus ultraviolet light, and ozone plus ultraviolet light in the presence of titanium dioxide”, *Process Biochem.*, vol. 37, no. 7, pp. 699–706, 2002.

- [54] P. Pal, “Industry-Specific Water Treatment: Case Studies”, en *Industrial Water Treatment Process Technology*, 1a ed., India: Butterworth Heinemann, pp. 243–511, 2017.
- [55] S. B. Zueva, “Current legislation and methods of treatment of wastewater coming from waste electrical and electronic equipment processing”, en *Waste Electrical and Electronic Equipment Recycling: Aqueous Recovery Methods*, Voronezh, Russia: Woodhead Publishing, pp. 213–240, 2018.
- [56] Y. Dahman, “Nanopolymers”, en *Nanotechnology and Functional Materials for Engineers*, 1a ed., Toronto, Canada: Elsevier, pp. 121–144, 2017.
- [57] Q. Chen, Z. Luo, C. Hills, G. Xue, y M. Tyrer, “Precipitation of heavy metals from wastewater using simulated flue gas: Sequent additions of fly ash, lime and carbon dioxide”, *Water Res.*, vol. 43, no. 10, pp. 2605–2614, 2009.
- [58] D. B. G. M et al., “Physicochemical–biotechnological approaches for removal of contaminants from wastewater”, en *Integrated Environmental Technologies for Wastewater Treatment and Sustainable Development*, 1a ed., India: Elsevier, pp. 241–261, 2022.
- [59] M. C. S. Amaral et al., “Microfiltration of vinasse: Sustainable strategy to improve its nutritive potential”, *Water Sci. Technol.*, vol. 73, no. 6, pp. 1434–1441, 2016.
- [60] A. C. Wilkie, K. J. Riedesel, y J. M. Owens, “Stillage characterization and anaerobic treatment of ethanol stillage from conventional and cellulosic feedstocks”, *Biomass Bioenergy*, vol. 19, no. 2, pp. 63–102, 2000.
- [61] R. C. Selley y S. A. Sonnenberg, “Generation and Migration of Petroleum”, en *Elements of Petroleum Geology*, Academic Press, pp. 207–273, 2023.
- [62] J. A. Contreras-Contreras, M. Bernal-González, J. A. Solís-Fuentes, y M. del Carmen Durán-Domínguez-de-Bazúa, “Polyphenols from Sugarcane Vinasses, Quantification, and Removal Using Activated Carbon After Biochemical Treatment in Laboratory-Scale Thermophilic Upflow Anaerobic Sludge Blanket Reactors”, *Water Air Soil Pollut.*, vol. 231, no. 8, 2020.

Capítulo II

Metodología

"Equipado con sus cinco sentidos, el hombre explora el universo a su alrededor y a esto lo llama la aventura de la ciencia."

-Edwin Hubble .



2 Metodología

En este capítulo se describe la metodología seguida durante este trabajo. Se comienza con la descripción de los reactivos, materiales y equipos que se utilizaron, seguido de las técnicas de caracterización empleadas. La metodología consta de cuatro etapas: 1) la recolección de vinaza de un productor de mezcal artesanal, 2) la determinación de grados Brix ($^{\circ}\text{Bx}$) y el valor de pH de la vinaza, 3) la evaluación de tratamientos fisicoquímicos a la vinaza y 4) la caracterización de los sólidos generados en el tratamiento fisicoquímico empleando las técnicas de Difracción de Rayos X (DRX), Espectroscopía de Energía de Dispersión (EED) y Microscopía electrónica de Barrido (MEB).

2.1 Reactivos, materiales y equipos

Los reactivos utilizados en este trabajo fueron vinaza de un productor de mezcal artesanal localizado en el municipio de Atlixco en el estado de Puebla. Óxido de calcio (CaO) comercial marca Calidra con una pureza del 95%. Ácido sulfúrico (H_2SO_4) marca Meyer con una pureza del 95% y carbón activado comercial en polvo de la empresa Clarimex.

Los equipos utilizados fueron: parrilla de calentamiento y agitación magnética marca Cimarec, potenciómetro portátil marca Conductronic modelo pH10, Densímetro de vidrio Robsan y Estufa de secado marca Binder modelo FD 23.

2.2 Recolección de vinaza, medición de parámetros y determinación del contenido de sólidos.

La vinaza fue recolectada de un productor de mezcal artesanal del municipio de Atlixco y se transportó en bidones de 20 litros al laboratorio de Biocombustibles de la Facultad de Ingeniería Química de la Benemérita Universidad Autónoma de Puebla (BUAP) para su tratamiento. Antes de iniciar el tratamiento fisicoquímico de la vinaza se determinó el valor de pH y los grados Brix ($^{\circ}\text{Bx}$) de la muestra.

De acuerdo con la definición de los $^{\circ}\text{Bx}$ dada en la Ec. 2.1, se relacionó este parámetro con la cantidad de sólidos disueltos presentes en la muestra.

$$1^{\circ}Bx = \frac{1 g_{SD}}{100 g_{sln}} \quad \text{Ec. 2.1}$$

Donde:

g_{SD} = gramos de sólidos disueltos

g_{sln} = gramos de solución

La determinación del contenido de sólidos totales (ST) de la vinaza se realizó calentando la vinaza a 85°C hasta evaporar toda la porción líquida. Los sólidos resultantes se secaron durante 12 horas manteniendo una temperatura de 105°C [1] y posteriormente se determinó la masa de los ST.

La cantidad de sólidos disueltos y de sólidos suspendidos se relacionaron para determinar la cantidad de sólidos suspendidos (SS) [1] de acuerdo con la Ec. 2.2.

$$ST = SS + SD \quad \text{Ec. 2.2}$$

2.3 Tratamiento fisicoquímico por etapas

El tratamiento fisicoquímico de la vinaza se realizó en tres etapas de manera secuenciada: primero se realizó la precipitación alcalina utilizando óxido de calcio (CaO). Posteriormente, se llevó a cabo la precipitación ácida con ácido sulfúrico (H₂SO₄) y, finalmente, se realizó una evaluación con carbón activado.

2.3.1 Precipitación alcalina

La precipitación alcalina se realizó adicionando óxido de calcio (CaO) a la vinaza hasta alcanzar un valor de pH = 11 [2]. La precipitación se realizó a las temperaturas de 23°C y 80°C, respectivamente; manteniendo la agitación constante durante cuatro horas, se dejaron sedimentar durante 24 horas (Figura 2.1) y se filtraron. Los sólidos generados a 23°C (PV23) y 80°C (PV80) se secaron durante 24 horas a 80°C y, posteriormente, se caracterizaron mediante DRX, EED y MEB. El esquema general de este procedimiento se muestra en la Figura 2.2.

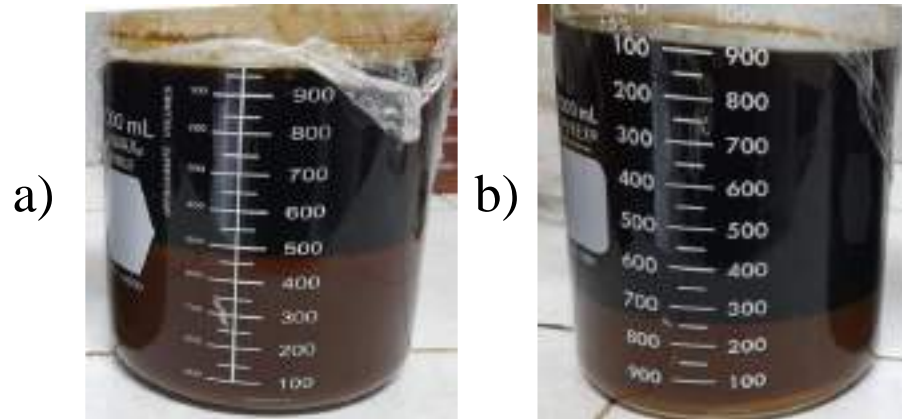


Figura 2.1 Precipitación alcalina de la vinaza con óxido de calcio a a) 23°C y b) 80°C.

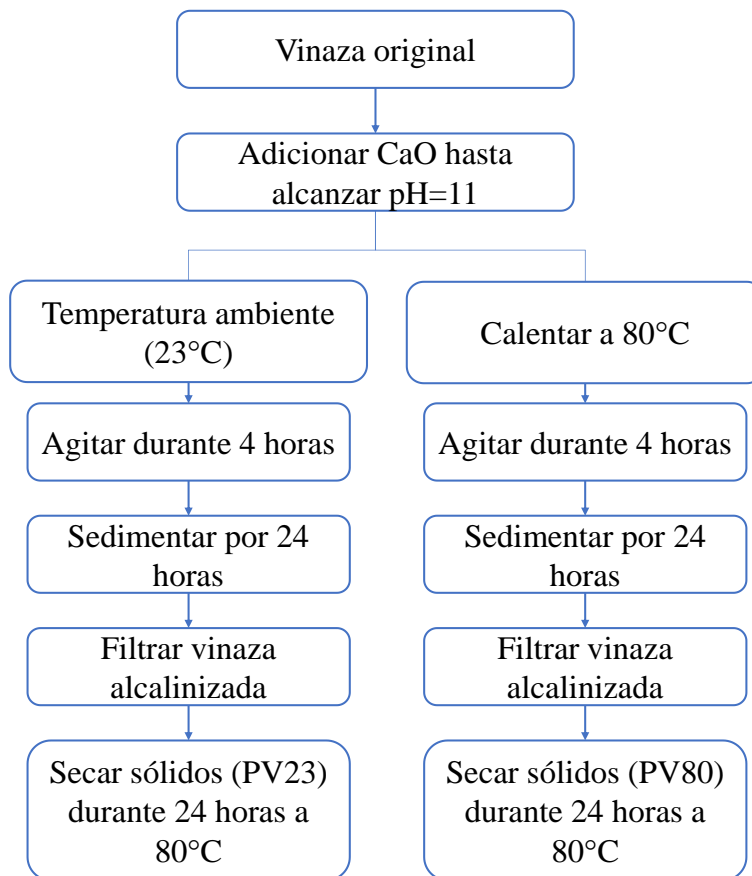


Figura 2.2 Esquema de precipitación alcalina en vinaza.

2.3.2 *Precipitación ácida*

La precipitación ácida se realizó adicionando ácido sulfúrico (H_2SO_4) a la vinaza resultante de la precipitación alcalina realizada a la temperatura de $23^\circ C$, hasta alcanzar un pH de 2 [2]. El ácido sulfúrico (H_2SO_4) se adicionó bajo dos condiciones de temperatura: a $23^\circ C$ y a $80^\circ C$. Las muestras se mantuvieron en agitación por cuatro horas (Figura 2.3) y se dejaron sedimentar durante 2 horas. Posteriormente, las muestras se filtraron y los sólidos resultantes a $23^\circ C$ (PAV23) y $80^\circ C$ (PAV80) se secaron en una estufa durante 24 horas. El esquema general para llevar a cabo la precipitación ácida se muestra en la Figura 2.4.



Figura 2.3 Precipitación ácida con ácido sulfúrico a $23^\circ C$

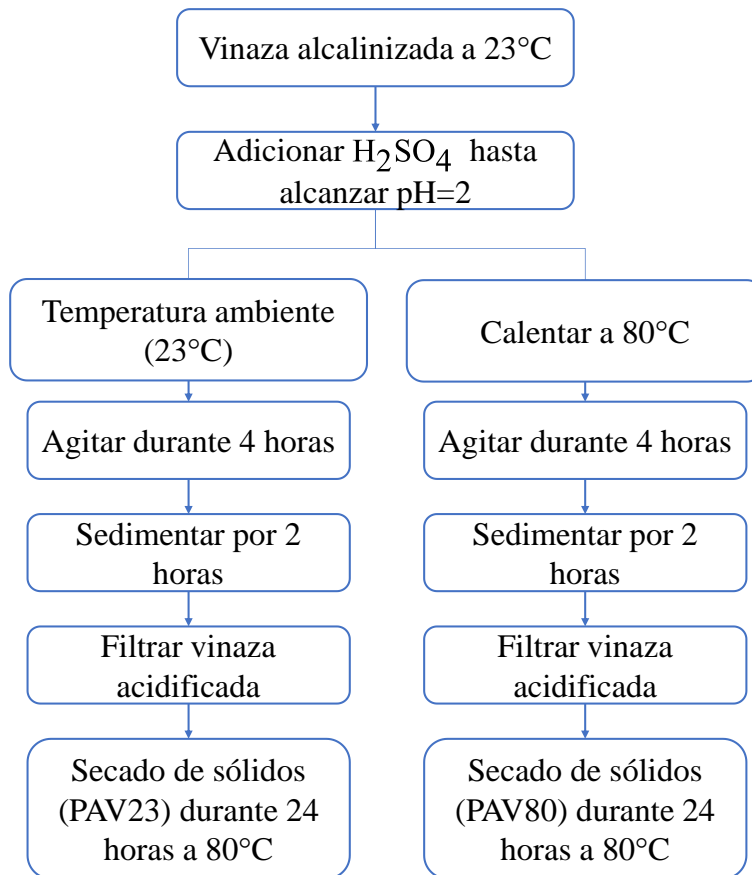


Figura 2.4 Esquema de precipitación ácida en vinaza

2.3.3 Evaluación con carbón activado

Como parte final del tratamiento fisicoquímico propuesto para la vinaza de mezcal se adicionó carbón activado en polvo comercial que pasa malla 400 (apertura de 0.037 mm) a la vinaza resultante de la precipitación ácida tratada a 23°C. Se realizaron 3 evaluaciones variando la cantidad de carbón en 0.1%, 0.25% y 0.5% masa en relación con la masa de la vinaza. Las muestras se agitaron durante 30 minutos [3] y posteriormente se filtraron para eliminar el carbón empleado. El procedimiento se muestra en la Figura 2.5.

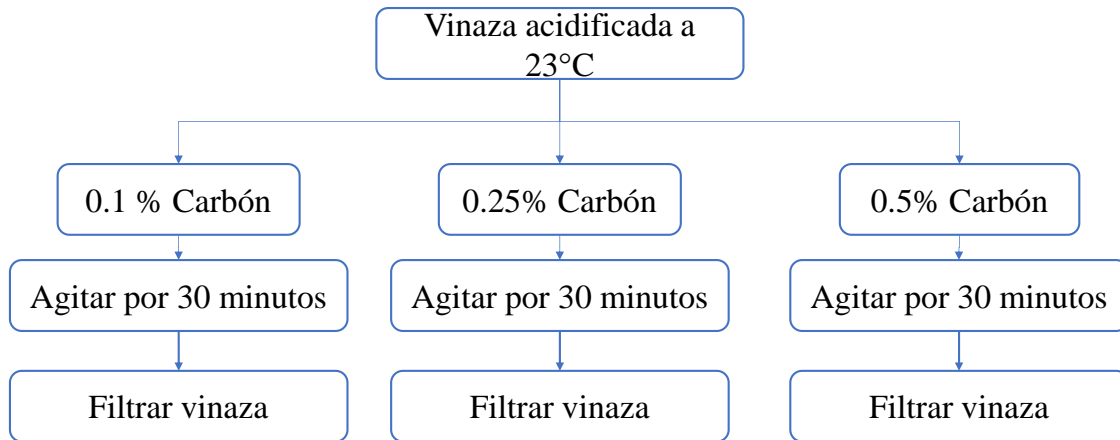


Figura 2.5 Esquema para la adsorción con carbón activado

2.4 Técnicas de caracterización.

2.4.1 Determinación de grados Brix ($^{\circ}\text{Bx}$) y valor de pH

La determinación de grados Brix ($^{\circ}\text{Bx}$) realizo adicionando vinaza en una probeta de 500 ml y se colocó el densímetro de vidrio (**Figura 2.6**) dentro de la probeta y se tomó el valor marcado en la escala. El valor fue corroborado por triplicado.

Para la vinaza obtenida de la precipitación alcalina, ácida y la adsorción con carbón activado el valor de $^{\circ}\text{Bx}$ se encontró por encima de la escala del densímetro (10°Bx) por lo que se diluyó la muestra al 50% para disminuir la concentración de sólidos disueltos colocando 250 gramos de vinaza y 250 gramos de agua desionizada para posteriormente colocarla en la probeta, tomar la medición y hacer el ajuste considerando la Ec. 2.3, en donde se expresa la relación de los $^{\circ}\text{Bx}$ de la vinaza diluida al 50% con el valor real de los $^{\circ}\text{Bx}$ [4]:

$$1^{\circ}\text{Bx} = \frac{{}^{\circ}\text{Bx}_{\text{vinaza diluida}}}{0.5} \quad \text{Ec. 2.3}$$

El valor de pH de la vinaza se determinó con un pH-metro (**Figura 2.6**) introduciendo el electrodo del instrumento en la muestra. El valor reportado en el display fue validado por triplicado.

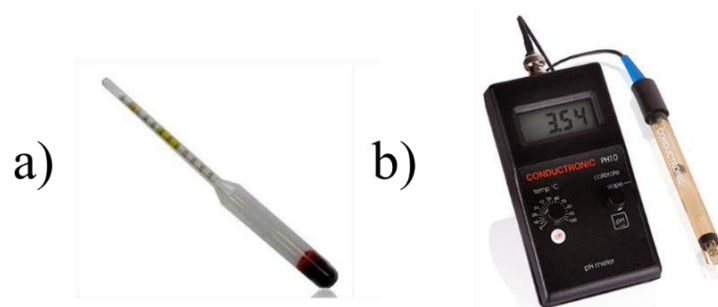


Figura 2.6 a) densímetro, b) potenciómetro.

2.4.2 Difracción de Rayos X

La técnica de Difracción de Rayos X (DRX) se empleó para identificar la pureza de la materia prima y las especies formadas o eliminadas durante los tratamientos fisicoquímicos realizados a la vinaza. Las muestras se analizaron en un Difractómetro de Rayos X marca Panalytical modelo Emyrean (Figura 2.7), el cual cuenta con un haz de electrones provenientes de un filamento de cobre con una longitud de onda de 1.5406 Å. El intervalo de medición fue de 5 a 90° de 2-Theta, con un tamaño de paso de 0.0167° y un tiempo de incidencia de 0.45 segundos. La identificación de las fases cristalinas se realizó mediante un proceso de indexación por el método Hanawalt, con ayuda de las fichas JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) [5].



Figura 2.7 Difractómetro de Rayos X.

2.4.3 Microscopía electrónica de Barrido (MEB) y Espectroscopia de Energía de Dispersión (EED)

La MEB se utilizó para observar la influencia que tuvo la temperatura en el tamaño de las partículas formadas durante el tratamiento fisicoquímico. Las muestras fueron analizadas en un microscopio JEOL JSM-6610 LV (Figura 2.8 a), equipado con un filamento de tungsteno con un voltaje de aceleración de 20 KeV, el cual permite obtener imágenes a partir de las señales de los electrones secundarios [6].

Adicionalmente, se empleó la técnica de Espectroscopía de Energía Dispersiva (EED) a los precipitados generados durante el tratamiento fisicoquímico para determinar la composición química de estos. Para ello se utilizó un detector INCA x-act Penta F6T precision (Figura 2.8 b) de Oxford instruments acoplado al microscopio electrónico de barrido. El análisis se realizó al menos en tres zonas distintas para obtener un promedio en la composición.

Las muestras se montaron en un porta muestras con ayuda de cinta de carbono de doble cara y fueron recubiertas con una capa de oro para obtener una mejor calidad de las micrografías [7].

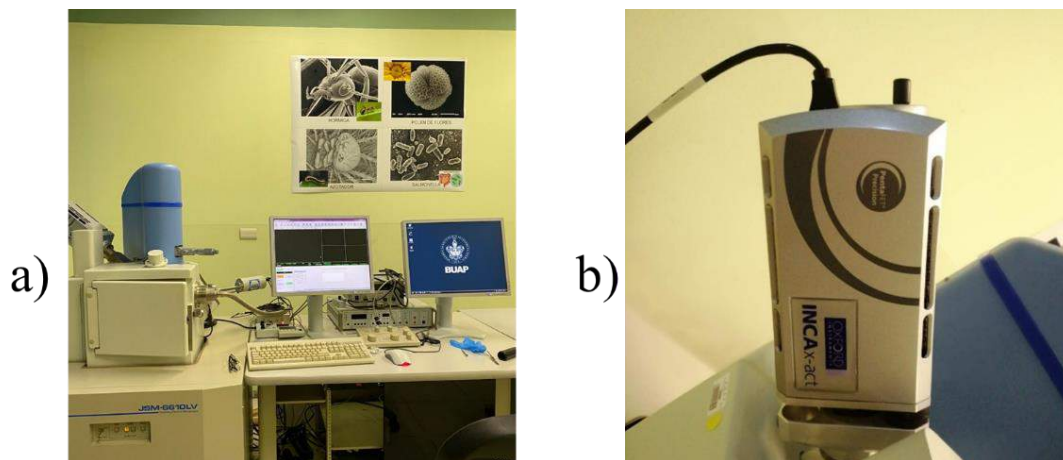


Figura 2.8 a) Microscopio Electrónico de Barrido JEOL JSM-6610 LV, b) Detector INCA x-act Penta F6T precisión

2.5 Bibliografía

- [1] Secretaría de Comercio y Fomento Industrial, Norma Mexicana NMX-AA-034-SCFI-2015 Análisis de agua – medición de sólidos y sales disueltas en aguas naturales, residuales y residuales tratadas, método de prueba, 2015.
- [2] A. R. Prazeres, J. Lelis, J. Alves-Ferreira, y F. Carvalho, “Treatment of vinasse from sugarcane ethanol industry: H₂SO₄, NaOH and Ca(OH)₂ precipitations, FeCl₃ coagulation-flocculation and atmospheric CO₂ carbonation”, *J Environ Chem Eng*, vol. 7, núm. 4, p. 103203, 2019.
- [3] J. A. Contreras-Contreras, M. Bernal-González, J. A. Solís-Fuentes, y M. del Carmen Durán-Domínguez-de-Bazúa, “Polyphenols from Sugarcane Vinasses, Quantification, and Removal Using Activated Carbon After Biochemical Treatment in Laboratory-Scale Thermophilic Upflow Anaerobic Sludge Blanket Reactors”, *Water Air Soil Pollut*, vol. 231, núm. 8, 2020.
- [4] B. W. Zoecklein, K. C. Fugelsang, y B. H. Gump, “*Practical methods of measuring grape quality*”, en *Managing Wine Quality: Viticulture and Wine Quality*, Elsevier Inc., pp. 107–133, 2010.
- [5] S. Garcia-Granda y J. M. Montejo-Bernardo, “*X-Ray Absorption and Diffraction/ X-Ray Diffraction/ Powder*”, en *Reference Module in Chemistry, Molecular Sciences and Chemical Engineering*, Elsevier, 2013.
- [6] M. Sánchez-Cantú et al., “Evaluation of hydrotalcite-like compounds with distinct interlaminar anions as catalyst precursors in methylene blue photodegradation”, *Appl Clay Sci*, vol. 135, pp. 1–8, 2017.
- [7] J. I. Goldstein et al., *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*, 3a ed. 2003.

Capítulo III

Resultados y Discusión

"La química es necesariamente una ciencia experimental: las conclusiones se extraen de datos y sus principios son apoyados por la evidencia de los hechos."

-Michael Faraday.



3 Resultados y Discusión

En este capítulo se presentan los resultados obtenidos del tratamiento fisicoquímico realizado a la vinaza del mezcal. En la Figura 3.1 se muestra el esquema que se siguió para la obtención de los resultados. En primer lugar, se realizó la caracterización de la vinaza por medio de la determinación del valor de pH, grados Brix ($^{\circ}\text{Bx}$), cantidad de sólidos y DRX. La segunda etapa del proceso consistió en alcalinizar la vinaza con óxido de calcio (CaO) a 23 y 80 $^{\circ}\text{C}$ y de acuerdo con el análisis de los resultados obtenidos, en la tercera etapa, se seleccionó la vinaza alcalinizada a 23 $^{\circ}\text{C}$ para realizar el tratamiento con ácido sulfúrico (H_2SO_4) a 23 y 80 $^{\circ}\text{C}$. En la última etapa del proceso se evaluaron diferentes porcentajes de carbón activado empleando la vinaza acidificada a 23 $^{\circ}\text{C}$. Los sólidos recuperados en el tratamiento alcalino y ácido fueron caracterizados por las técnicas de EED, DRX y MEB, las cuales mostraron información relevante acerca de su composición cuando la vinaza fue evaluada en distintas condiciones. En el esquema, la línea de color amarillo representa el camino seguido durante esta tesis de licenciatura.

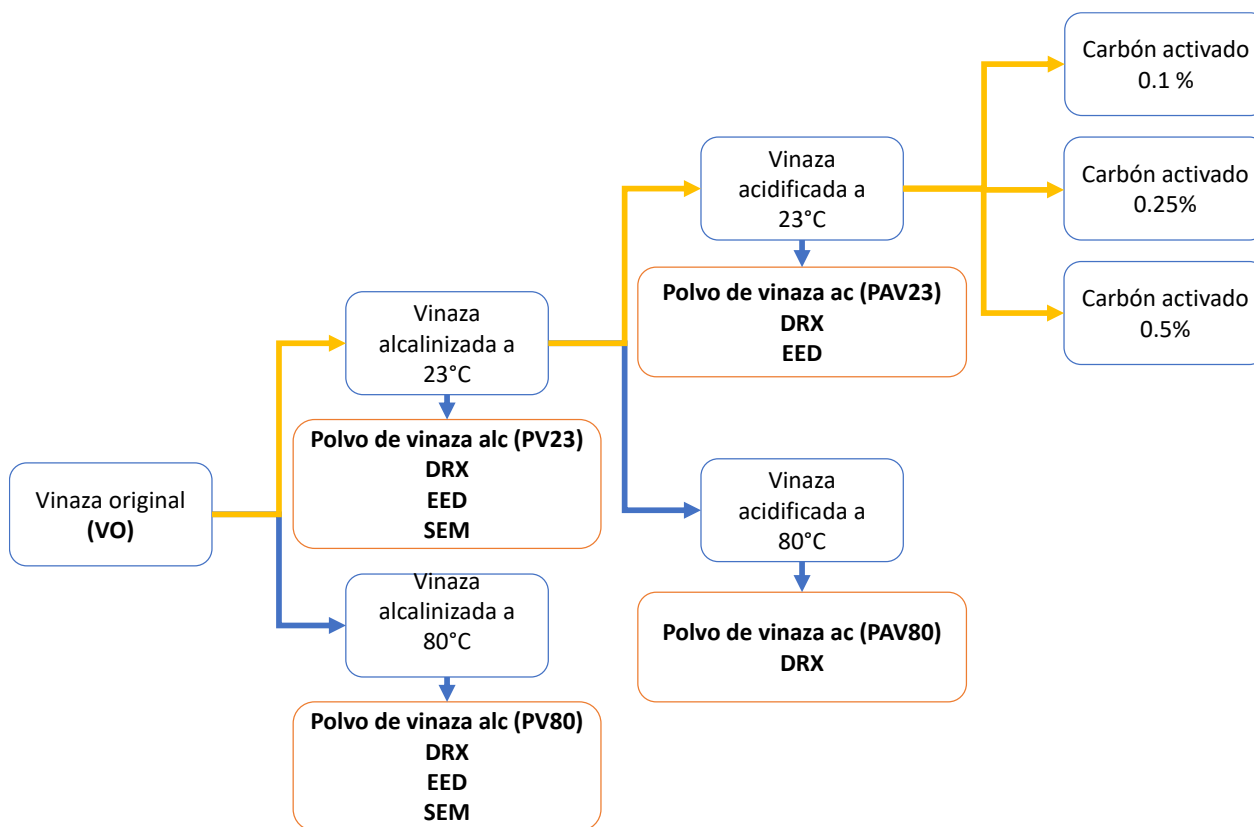


Figura 3.1 Ruta propuesta para el tratamiento fisicoquímico de la vinaza de mezcal.

3.1 Caracterización de la materia prima

La caracterización de la vinaza de mezcal (VO) consistió en la determinación de pH, °Bx y la cuantificación de sólidos disueltos (SD), sólidos totales (ST) y sólidos suspendidos (SS). Los resultados obtenidos se presentan en la Tabla 3.1 Características de vinazas de mezcal provenientes de diversas fuentes y se compararon con los datos reportados de la vinaza de caña (VC), la vinaza de dos fábricas de mezcal (MF1 y MF2) y la vinaza de una mezcalera artesanal (MA).

El valor de pH obtenido fue de 4.4, lo cual coincidió con los valores reportados en la literatura [1, 2] que sitúan el pH en el intervalo de 3.4-4.5. Este pH fue menos ácido en comparación con la vinaza de caña (pH=4.29), de mezcal (pH=3.6) y de mezcal artesanal (pH=3.8). Esta diferencia se debe a factores, como el tipo de especie de agave y las condiciones de elaboración del producto las cuales pueden favorecer la formación de especies ácidas como polifenoles, compuestos sulfurados y ácidos [3].

El valor de los °Bx encontrado en la vinaza fue de 8.6, este valor fue mayor que el valor reportado de 5°Bx [3] para el mosto muerto. Esta diferencia en la cantidad de °Bx se debe a las condiciones establecidas durante el proceso de la destilación, ya que durante este proceso etanol y agua son evaporados ocasionando una mayor concentración de sólidos en la vinaza.

La cantidad de sólidos disueltos (SD) se estimó con los °Bx de la vinaza empleando la Ec. 2.1, obteniendo un valor de 86 g SD/L. Esta cantidad de sólidos fue mayor en comparación con las vinazas de etanol de caña y mezcal industrializado [1]. Esto se debe a la eficiencia en los procesos de hidrólisis y fermentación en donde se pueden generar especies que se mantienen disueltas en el mosto y no se separan durante la destilación [3].

Por otro lado, la cantidad de sólidos totales (ST) se determinó al evaporar los líquidos (principalmente agua) presentes en una muestra de 115 ml vinaza de mezcal recuperando 11 g de sólidos, lo que fue equivalente a 95.6 gramos de sólidos por litro de vinaza. Este valor concuerda con lo reportado en la bibliografía [4], que indica que la cantidad de ST en la vinaza de mezcal artesanal supera generalmente los 90 gramos de sólidos por litro de vinaza.

Conociendo la cantidad de ST y SD, se calculó la cantidad sólidos suspendidos (SS) mediante la Ec. 2.2, obteniendo un valor de 10.7 g SS/L. Al comparar esta cantidad de SS con las vinazas de fábricas de mezcal y de etanol de caña, se observó que la muestra analizada presentó una cantidad de SS mayor, y esto se puede deber a la retención del bagazo durante la destilación en el mezcal artesanal [5] y a la presencia de biomasa que podría corresponder a fibras remanentes del agave.

Los resultados mostrados en la Tabla 3.1 Características de vinazas de mezcal provenientes de diversas fuentes evidencian que las técnicas y tipo de equipos en los que se lleva a cabo la cocción, molienda, fermentación y destilación para la obtención de etanol, así como la materia prima empleada influye en el pH, los SS y los SD de la vinaza.

Tabla 3.1 Características de vinazas de mezcal provenientes de diversas fuentes

Parámetro	VO ^a	VC ^b	MF1 ^c	MF2 ^d	MA ^e
pH	4.4	4.3	3.7	3.6	3.8
Sólidos disueltos (g/L)	86.0	13.9	23.7	39.5	86.3
Sólidos totales (g/L)	95.6	22.0	26.8	43.4	94.7
Sólidos suspendidos (g/L)	10.7	8.1	3.1	3.9	8.4

^a Resultados obtenidos
^b Vinaza de caña [2]
^c Vinaza de mezcal del Estado de Oaxaca 1 [4]
^d Vinaza de mezcal del Estado de Oaxaca 2 [4]
^e Vinaza de mezcal artesanal de Oaxaca [4]

Una parte importante de este trabajo de investigación fue la identificación de la naturaleza de los sólidos totales recuperados de la evaporación de la vinaza (VO), por lo que estos fueron caracterizados mediante DRX. En la Figura 3.2 se muestra el patrón de difracción de la muestra, en el cual no se apreciaron señales definidas y solo se observó una banda ancha entre 12 y 24 grados de 2-Theta lo cual es característico de muestras amorfas. Esta característica puede estar relacionada con la presencia de sustancias contenidas en el bagazo del agave, las cuales fueron recuperadas tras la evaporación del agua, como lo pueden ser la lignina o la hemicelulosa [6] cuyo patrón característico de DRX [7] se observa en la Figura 3.3 **Figura 3.3** Patrón de DRX de la lignina, la celulosa y la hemicelulosa.

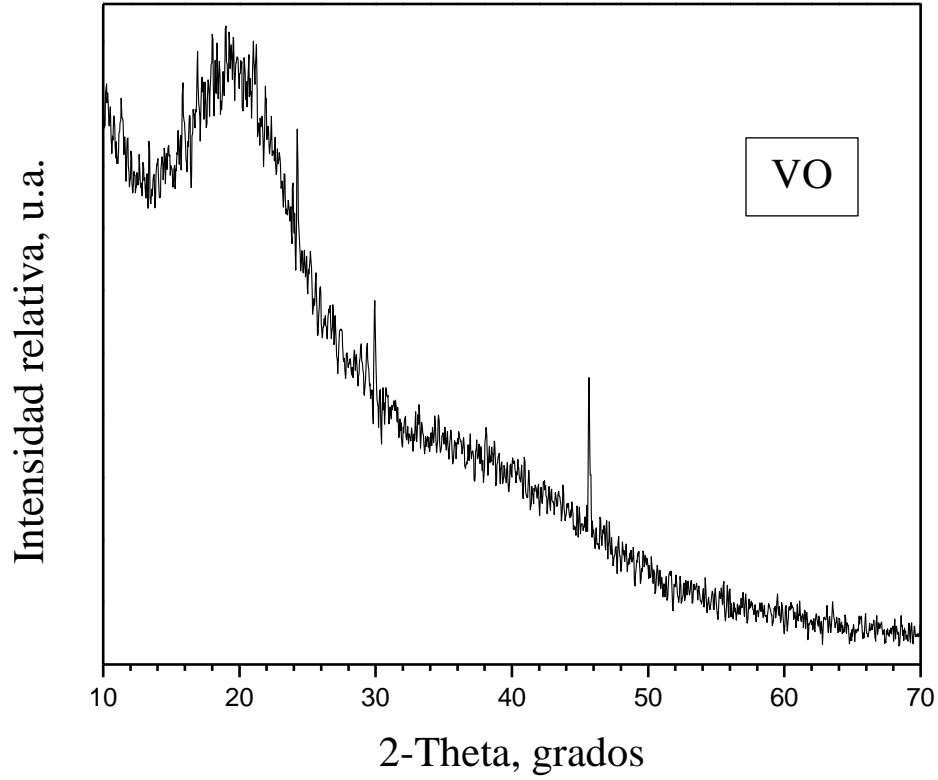


Figura 3.2 Patrón de DRX muestra de vinaza original (VO)

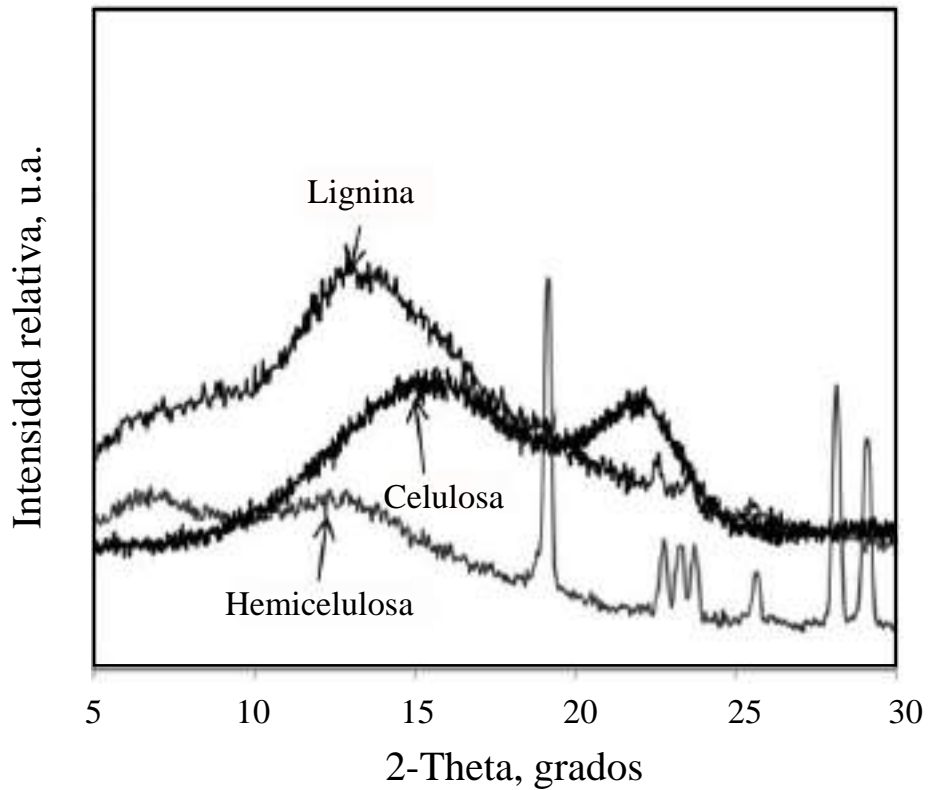


Figura 3.3 Patrón de DRX de la lignina, la celulosa y la hemicelulosa

3.2 Tratamiento alcalino

En esta sección se discuten los resultados obtenidos en el tratamiento alcalino a la vinaza de mezcal realizado bajo dos condiciones: 23°C y 80°C. En ambos casos se adicionó la cantidad necesaria de óxido de calcio (CaO), para alcanzar un valor de pH de 11; los sólidos sedimentados que se muestran en la Figura 3.4 se etiquetaron como PV23 y PV80, respectivamente. Estos sólidos se caracterizaron por medio de Espectroscopía de Energía Dispersiva (EED) para conocer su composición elemental, difracción de Rayos X (DRX) para determinar las fases cristalinas presentes, y, por último, se evaluó el cambio en los parámetros de pH y °Bx de la vinaza resultante del tratamiento.

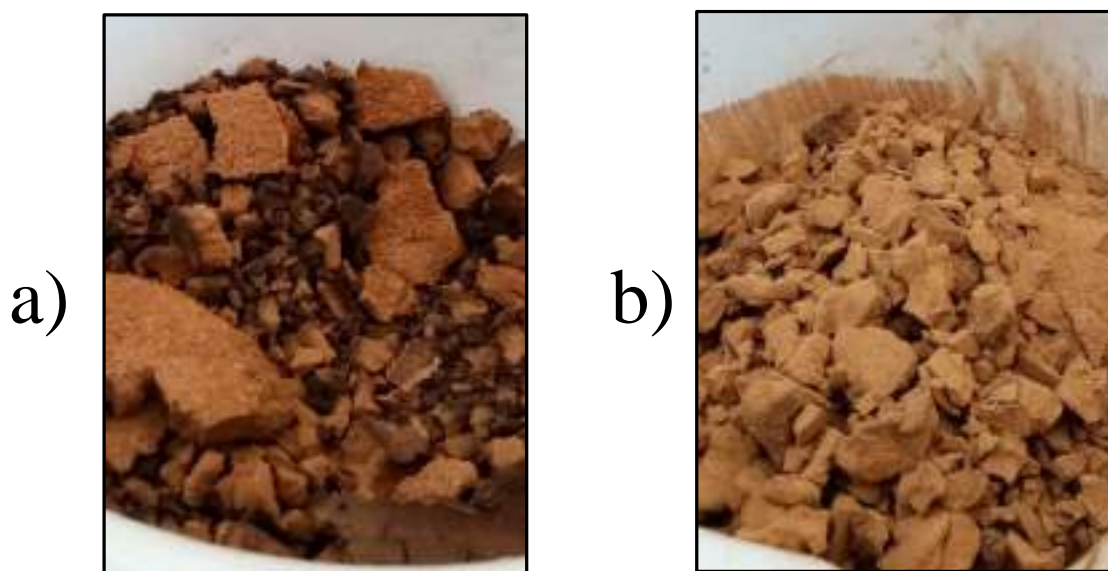


Figura 3.4 Precipitado alcalino a) PV23 y b) PV80

En la Tabla 3.2 se muestran los resultados generados por EED de los elementos identificados en las muestras PV23 y PV80, junto con sus respectivos porcentajes en peso. Se observó que, en ambas muestras, los elementos predominantes fueron el carbono, oxígeno y calcio, lo cual concuerda con la bibliografía [8, 9], pues cuando se adiciona óxido de calcio (CaO) o hidróxido de calcio (CaOH) en aguas residuales, comúnmente se recuperan lodos ricos en materia orgánica, calcio, sodio, magnesio, potasio entre otros.

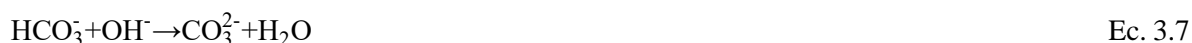
Tabla 3.2 Análisis elemental de precipitados alcalinos

	PV23	PV80
Elemento	Porcentaje en peso	
C	37.43±0.05	18.82 ± 7.83
O	47.74±0.99	57.94 ± 3.07
Mg	1.39±0.22	1.30 ± 0.46
Si	0	0.37 ± 0.16
K	0.33±0.06	1.29 ± 1.13
Ca	13.10±0.77	20.28 ± 5.69

En el caso del carbono, se observó que la muestra PV23 presentó un porcentaje notablemente mayor de este elemento en comparación con la muestra PV80. Esta diferencia se asoció con el efecto que tuvo la temperatura, pues a mayor temperatura disminuyó la solubilidad de ciertas sustancias, como el carbonato de calcio [10, 11], cuya presencia se confirmó mediante la técnica de DRX en la Figura 3.5 la cual se presenta más adelante.

En cuanto al oxígeno, la muestra PV80 presentó un porcentaje ligeramente superior en comparación con la muestra PV23. Esto puede indicar que, al aumentar la temperatura, se favorezcan ciertas reacciones de oxidación que den productos insolubles en medios ácidos [2].

La presencia de magnesio y potasio en ambas muestras fueron similares, es decir que la temperatura no tuvo un efecto significativo en la neutralización de los iones disueltos de estos metales en la vinaza con el óxido de calcio (CaO). El óxido de calcio (CaO) es un compuesto que puede interactuar con iones disueltos en una solución, como los de magnesio y potasio. Este compuesto tiene una fuerte afinidad por el agua, y puede absorber humedad para producir hidróxido de calcio (CaOH) o al solubilizarse formar iones de calcio (Ca⁺) e hidroxilos (OH⁻), y, además, de acuerdo con la Ec. 3.5 y 3.6 se pueden formar iones de carbonato (CO₃²⁻) cuando interactúa con el dióxido de carbono (CO₂) presente en la muestra o en la atmosfera. En el caso específico de la vinaza, si los iones de magnesio (Mg⁺) y potasio (K⁺) están presentes, es posible que estos puedan interactuar con los iones hidroxilos o carbonatos para neutralizarse. Sin embargo, la eficacia de este proceso puede depender de varios factores, incluyendo la concentración de los iones en la solución y las condiciones específicas bajo las cuales se realiza la neutralización [8].



Por último, la presencia de silicio en la muestra PV80 se consideró un valor traza. La aparición de este elemento en el EED se puede atribuir a una impureza en alguna de las zonas elegidas para el análisis ya que esta técnica se realiza de manera puntual y se seleccionaron diferentes zonas para tener un panorama más completo de la distribución de los elementos en la muestra analizada [12].

Conocer los elementos que conforman las muestras permitió comprender su composición. Esto, a su vez, sirvió como guía para la identificación de las fases cristalinas de los materiales presentes en las muestras mediante la técnica de DRX.

En la Figura 3.5 Patrón de DRX precipitación alcalina se muestra el patrón de difracción de ambas muestras y la identificación de sus fases cristalinas, la cual se realizó con las fichas cristalográficas JCPDS (Joint Comitee on Powder Diffraction Standards). El análisis demostró que en la muestra PV23 se encontraron señales características de carbonato de calcio en su fase calcita (ficha 72-0152); junto con una banda ancha en la región de 30 a 50 grados de 2 Theta. Esta última observación podría estar relacionada con la presencia de impurezas, como fibras de agave o biomasa identificadas en la muestra original.

Por otro lado, la muestra PV80 se compuso de hidróxido de calcio (CaOH) en su fase portlandita (ficha 72-0152 mostrada en la Figura 3.6) como fase principal, y carbonato de calcio (CaCO₃) en sus fases calcita (ficha PDF 88-1807 mostrada en la Figura 3.7) y aragonita (ficha 05-0453 mostrada en la Figura 3.8) como fases secundarias.

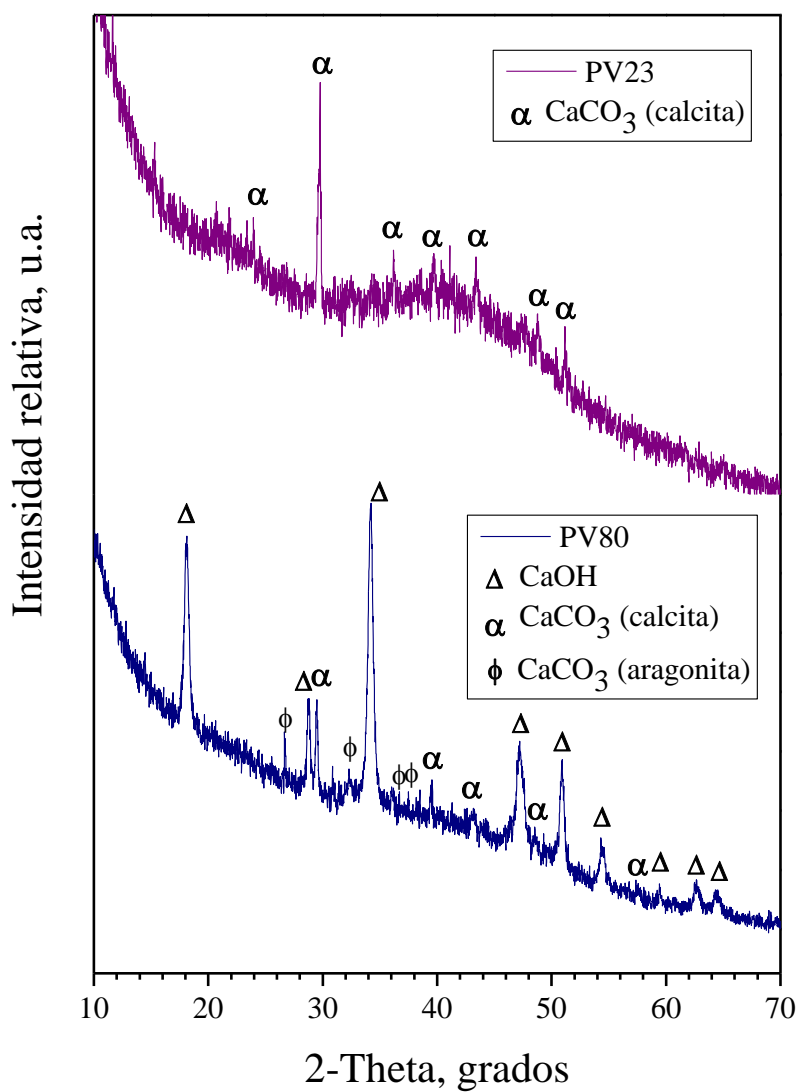


Figura 3.5 Patrón de DRX precipitación alcalina a 80°C y 23°C

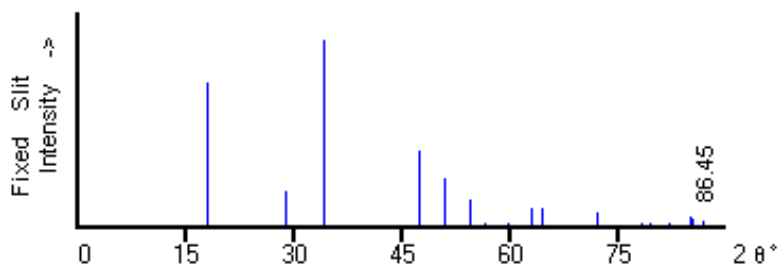


Figura 3.6 Patrón de DRX correspondiente a Ca(OH)₂ (PDF 72-0156)

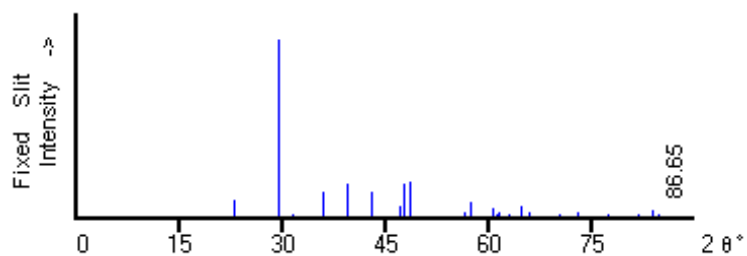


Figura 3.7 Patrón de DRX correspondiente a CaCO₃ (calcita) (PDF 72-1652)

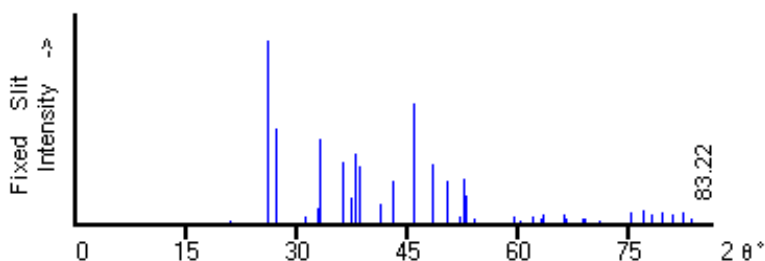


Figura 3.8 Patrón de DRX correspondiente a CaCO₃ (aragonita) (PDF 05-0453)

La presencia de carbonato de calcio (CaCO₃) en ambas muestras se debe a la interacción del CaO, y el Ca(OH)₂ formado con los componentes propios de la vinaza como por ejemplo el calcio preexistente en la muestra u otros iones y el CO₂ del aire (Ec. 3.1-Ec. 3.9).

Es relevante destacar que la presencia de aragonita en la muestra PV80 puede justificarse considerando los tres polimorfos del carbonato de calcio (CaCO₃): calcita, aragonita y vaterita. Dado que la obtención de cada polimorfo está fuertemente vinculada con las condiciones de temperatura en las que se forma el carbonato de calcio. Se ha informado que la formación de calcita por precipitación se favorece a 20°C, y cuando la temperatura supera los 60°C, surgen señales características de la aragonita [13, 14].

Además, la solubilidad de estos polimorfos también se ve afectada por la temperatura, siendo la calcita el polimorfo menos soluble a temperatura ambiente. A medida que la temperatura se incrementa, la solubilidad de la calcita y la aragonita disminuye al mismo valor, alrededor de los 80°C [10]. Esta información proporciona una explicación adicional a la presencia de calcita y aragonita en la muestra PV80, sugiriendo que las condiciones de temperatura durante el proceso influyeron en la coexistencia de estos polimorfos.

Caracterizados los sólidos generados durante la alcalinización mediante EDD y DRX a continuación en la Tabla 3.3 se presentan el análisis de pH y °Bx de las muestras de vinaza alcalinizada a 23°C (Valc23) y a 80°C (Valc80). Los valores de pH proporcionaron una perspectiva esencial sobre la evolución de la acidez durante las etapas de este tratamiento y el valor de °Bx de las muestras determinan la concentración de sólidos solubles. La Tabla 3.3 recoge los resultados obtenidos en tres momentos cruciales: el valor del pH al inicio, el pH alcanzado después de la adición de CaO, y el pH posterior a la filtración.

Tabla 3.3 Parámetros de la vinaza después del tratamiento alcalino

	Valc 23	Valc 80
pH ⁽¹⁾	4.40	4.40
pH ⁽²⁾	11.00	11.00
pH ⁽³⁾	10.54	9.36
°Bx	11.40	11.80

⁽¹⁾ pH inicial

⁽²⁾ pH alcanzado al adicionar CaO

⁽³⁾ pH después de la filtración

En ambas muestras se observó incremento del valor pH al adicionar óxido de calcio (CaO) a la vinaza sin embargo, el pH disminuyó al valor de pH=10.54 para la muestra a 23°C y a pH=9.36 para la muestra que se calentó hasta 80°C, esta disminución de pH se debe a que los iones libres de calcio (Ca⁺) tienden a reaccionar con el dióxido de carbono (CO₂) de la atmósfera que tiende a formar iones de carbonato (CO₃²⁺); o con los iones hidroxilo (OH⁻) remanentes de la hidratación del óxido de calcio (CaO) para neutralizarse [2], favoreciendo la formación carbonato de calcio (CaCO₃) o hidróxido de calcio (CaOH) como se observa en las Ecuaciones 3.5 –3.9.

Para cuantificar la cantidad de sólidos disueltos en las muestras, se emplearon los grados (°Bx) después del tratamiento y se ajustaron empleando la Ec. 2.1. En la Tabla 3.3 se observa que la temperatura tuvo un efecto importante en la cantidad de sólidos disueltos. En particular, se observó un incremento de 1.8 °Bx para la muestra evaluada a 23 °C y 2.2 °Bx para la muestra que fue sometida a calentamiento hasta 80°C. Estos resultados coincidieron

con hallazgos previos en los que se ha estudiado la adición de hidróxido de calcio (CaOH) a aguas residuales [17], [18], donde se encontró que el uso de este agente precipitante conlleva a un aumento en la concentración de SD. La elevación en la concentración de SD es un indicativo relevante de los cambios experimentados por las muestras debido al proceso, lo que subraya la influencia de la temperatura en la solubilidad de los componentes presentes como el calcio.

3.3 Tratamiento ácido

En esta sección se discuten los resultados obtenidos de la acidificación de la vinaza de mezcal alcalinizada previamente a 23°C. La muestra se acidificó bajo dos condiciones de temperatura 23°C y 80°C obteniendo precipitados sólidos los cuales fueron etiquetados como PAV23 y PAV80, respectivamente como se muestra en la Figura 3.9. La elección de la muestra alcalinizada a 23°C se debe a que no se observaron cambios importantes en la muestra alcalinizada y calentada a 80°C por lo cual se decidió no continuar con el tratamiento ácido de esta muestra.

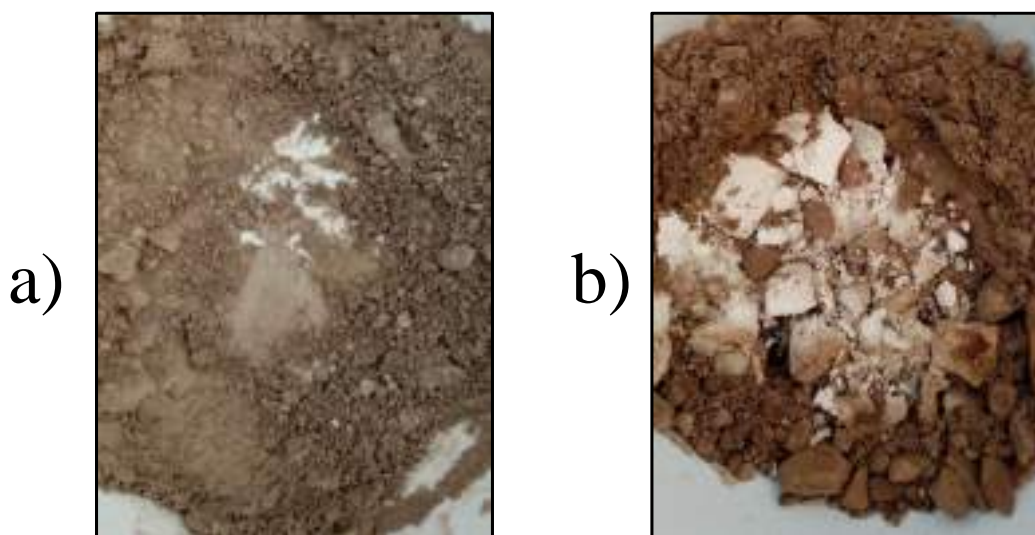


Figura 3.9 Precipitado ácido a)PAV23 y b)PAV80

La precipitación ácida posterior a la alcalinización con CaO no ha sido estudiada por lo que la técnica de EED permitió identificar los elementos presentes en las muestras precipitadas con ácido sulfúrico. En la Tabla 3.4 se presentan los resultados de EDD para la muestra acidificada a 23°C, los elementos que tuvieron una presencia significativa fueron carbono, oxígeno, azufre y calcio. Conocer la composición elemental de la muestra sirvió como guía para la identificación de las fases cristalinas mediante DRX.

Tabla 3.4 Análisis elemental de precipitados ácidos

<i>PAV23</i>	
<i>Elemento</i>	<i>Porcentaje en peso</i>
C	15.63±2.76
O	58.15±2.57
S	12.01±1.39
K	0.26±0.06
Ca	13.69±1.39
Sn	0.26±0.12

En la Figura 3.10 se muestra el patrón de difracción de las muestras PAV23 y PAV80. Se encontró que ambas muestras están compuestas por sulfato de calcio dihidratado (CaSO₄(H₂O)₂) mejor conocido como yeso. Su identificación se realizó con la ficha PDF 74-1433 (Figura 3.11) para la muestra PAV23 y PDF 21-0816 (Figura 3.12) para la muestra PAV80. Es importante destacar que, aunque ambas fichas corresponden a la misma especie, estas se diferencian por la posición de las señales características de la muestra.

La formación de sulfato de calcio en ambas muestras se atribuyó principalmente a la interacción del ácido sulfúrico (H₂SO₄) con el calcio preexistente en la vinaza y el calcio añadido durante la alcalinización de las muestras, la formación de sulfato de calcio se comprender con la Ec. 3.10.



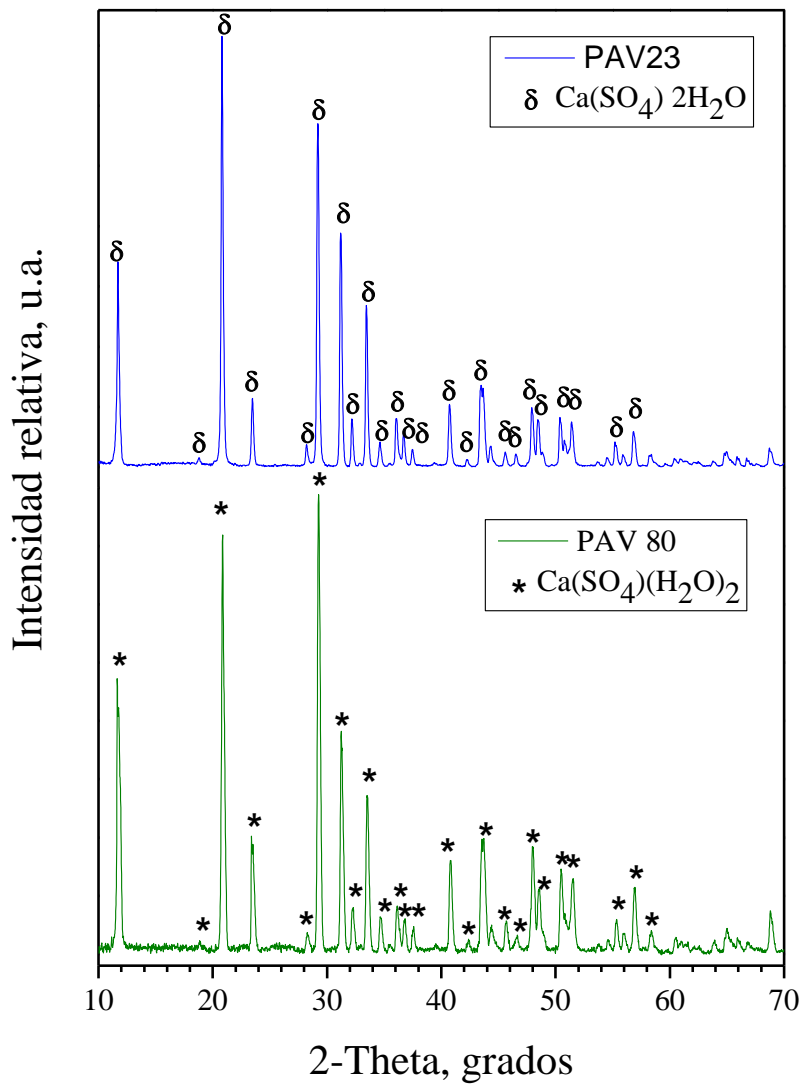


Figura 3.10 Patrón de DRX precipitación ácida de las muestras PAV23 y PAV80

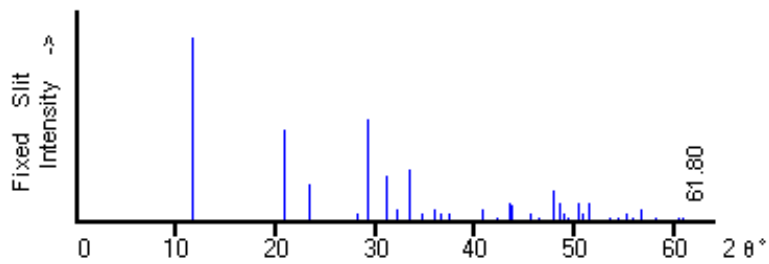


Figura 3.11 Patrón de DRX correspondiente a $\text{Ca}(\text{SO}_4) \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (PDF 06-0046)

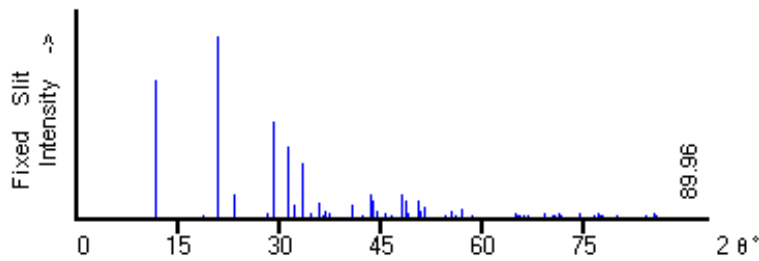


Figura 3.12 Patrón de DRX correspondiente a $\text{Ca}(\text{SO}_4) \cdot (\text{H}_2\text{O})_2$ (PDF 72-0596)

A continuación, se muestran los resultados de las mediciones de pH y los °Bx de las muestras de vinaza acidificadas a 23°C (Vac23) y a 80°C (Vac80). Los valores de pH se registraron de manera similar que en el tratamiento alcalino. Tras la filtración, se notó un ligero aumento en el valor de pH en comparación con el pH alcanzado con la adición de H_2SO_4 . Este incremento se debe a la neutralización, principalmente de iones disueltos de calcio con el ácido [15].

En cuanto a los °Bx, se apreció que la adición de ácido sulfúrico (H_2SO_4) a 23°C favoreció la remoción de los sólidos que fueron incorporados en la etapa anterior del tratamiento. Esto se debió a la capacidad que tiene este ácido para reaccionar con metales [16], en este caso con el calcio remanente de la alcalinización, formando sales insolubles. Sin embargo, no se logró alcanzar el valor de °Bx de la vinaza original, que era de 8.6°Bx.

Tabla 3.5 Parámetros de la vinaza después del tratamiento ácido

	Precipitación ácida	
	Vac23	Vac80
pH ⁽¹⁾	10.54	10.54
pH ⁽²⁾	2.20	2.20
pH ⁽³⁾	2.45	2.45
°Bx	10.0	10.2

⁽¹⁾ pH inicial

⁽²⁾ pH alcanzado al adicionar H_2SO_4 según sea el caso

⁽³⁾ pH después de la filtración

3.4 Microscopías del tratamiento fisicoquímico

La microscopía electrónica de barrido permitió ver la distribución, tamaño y forma (morfología) de las partículas de los materiales recuperados. En la Figura 3.13 se muestra la micrografía del precipitado alcalino formado a 23°C (PV23), mientras que en la Figura 3.14 se muestra el precipitado alcalino obtenido a 80°C (PV80).

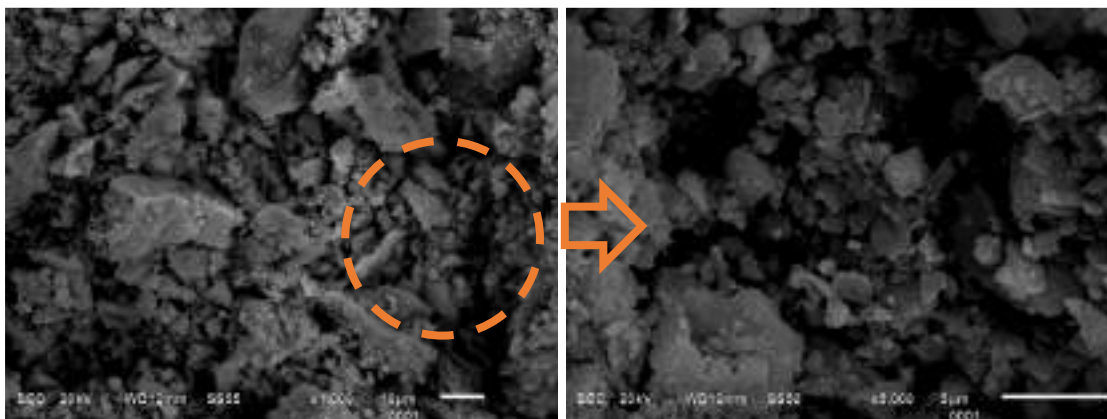


Figura 3.13 Micrografía PV23

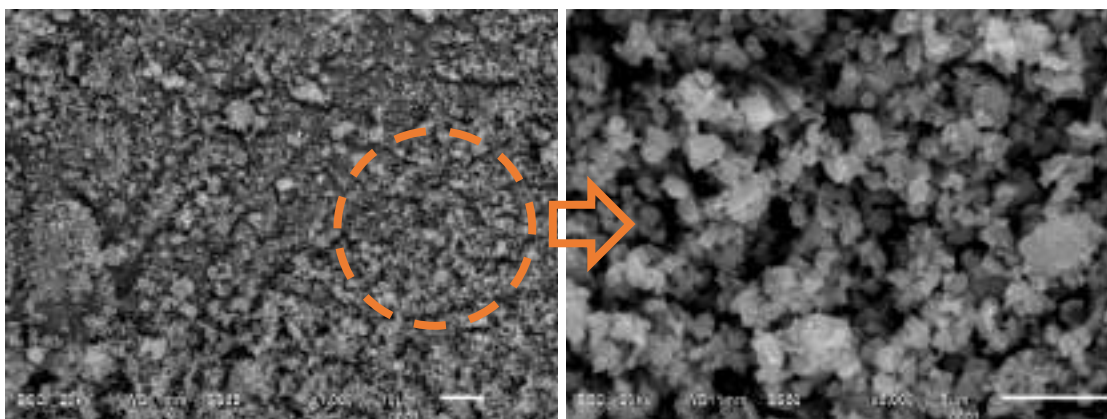


Figura 3.14 Micrografía PV80

De acuerdo con los resultados obtenidos en la DRX, se tiene que tanto la muestra PV23 así como la muestra PV80 se componen de carbonato de calcio y de acuerdo con la bibliografía este compuesto suele presentar una morfología romboédrica, aunque en ocasiones se tiene reportado que estos pueden presentarse como grupos esféricos con

superficies y bordes irregulares cuando se utiliza hidróxido de calcio (CaOH) como precursor del carbonato de calcio [17]. La morfología encontrada concordó con lodos de calcita recuperados del tratamiento de aguas residuales [18].

Se sabe que la temperatura es un factor importante en el tamaño y forma de las partículas [19], en este caso la muestra formada a temperatura ambiente tuvo tamaños irregulares, mientras que para la muestra formada a 80°C tuvo un tamaño de partículas más uniforme que en promedio es de 1.1 μm . Además, se observó que la temperatura también influyó en la cantidad de cristales formados pues a mayor temperatura se observaron más partículas de menor tamaño.

3.5 Rendimiento en el tratamiento fisicoquímico

Para determinar el rendimiento en la recuperación de sólidos en los procesos de precipitación alcalina y ácida se realizó un balance de masa. En la Figura 3.15 Balance de masa para a) precipitación alcalina a 23°C, b) Precipitación alcalina a 80°C, c) precipitación ácida a 23°C y d) precipitación ácida a 80°C se presentan diagramas de bloques para cada condición evaluada (en ambos casos a 23°C y 80°C), en los cuales se incluyó la adición de óxido de calcio (CaO) para el tratamiento alcalino y ácido sulfúrico (H_2SO_4) en el tratamiento ácido. En cada una de estas condiciones se obtuvieron tres productos distintos: la vinaza recuperada después de la filtración, los sólidos filtrados y un factor de pérdidas asociado a la humedad removida durante el secado de los sólidos recuperados.

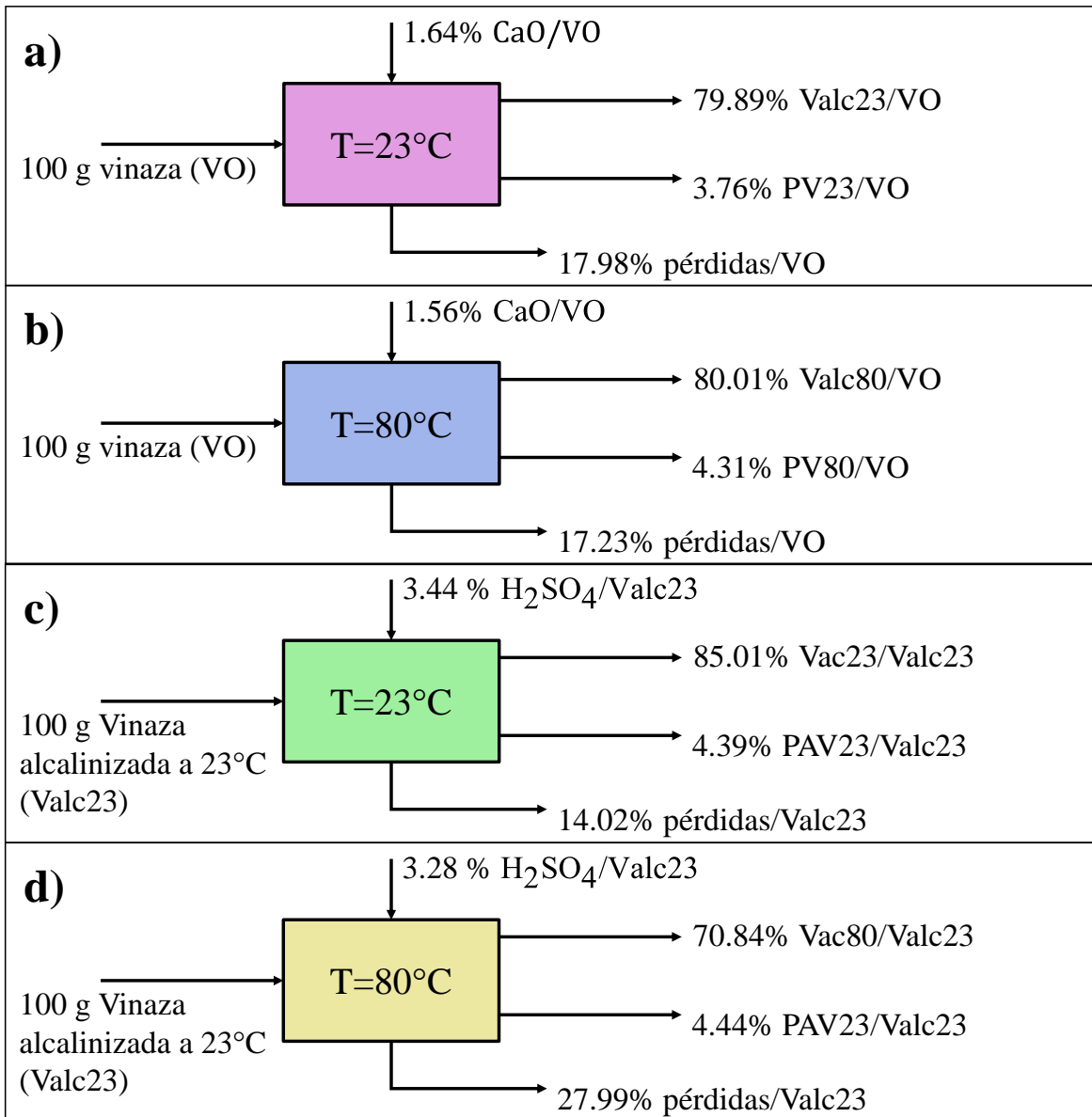


Figura 3.15 Balance de masa para a) precipitación alcalina a 23°C, b) Precipitación alcalina a 80°C, c) precipitación ácida a 23°C y d) precipitación ácida a 80°C

En el caso de la precipitación alcalina se puede observar que la temperatura no tuvo un efecto significativo en la recuperación de sólidos. La diferencia en la cantidad de sólidos recuperados a 23°C y a 80°C fue mínima, siendo inferior al 1%. Por esta razón, en este trabajo se optó por realizar el tratamiento posterior a la vinaza alcalinizada a 23°C. Sin embargo, es importante destacar que la elección de la temperatura puede depender del uso previsto para

los materiales recuperados, dado que, como se mencionó anteriormente, la temperatura es un factor importante en la formación de diversos compuestos.

En cuanto a la precipitación ácida, a pesar de que el tratamiento a 80°C resulta en una recuperación de sólidos ligeramente mayor en comparación con el tratamiento a 23°C (diferenciándose en 1.09%) ambos tratamientos producen el mismo material. Por lo tanto, se recomienda llevar a cabo esta etapa a temperaturas cercanas a la temperatura ambiente, con el fin de reducir el consumo de energía, ya que ambas condiciones demuestran una eficiencia similar en la obtención del material. Es por ello por lo que, la siguiente fase del proceso de tratamiento se llevó a cabo utilizando la vinaza acidificada a 23°C.

Por otro lado, La cantidad de precipitados recuperados y los resultados del análisis elemental y la DRX revelaron una influencia significativa de la temperatura en la formación de compuestos durante el tratamiento alcalino. Si suponemos que todo el calcio presente en la muestra forma teóricamente CaCO₃, se puede calcular que para la muestra PV23 (Ec. 3.10) el 32.7% de los sólidos puede ser CaCO₃, mientras que para la muestra PV80 (Ec. 3.11) este valor aumenta al 50.6%. Esto indica que la temperatura puede influir de manera significativa en la obtención del CaCO₃.

$$\left(\frac{1 \text{ mol CaCO}_3}{1 \text{ mol Ca}}\right) \left(\frac{1 \text{ mol Ca}}{40.078 \text{ g Ca}}\right) \left(\frac{100.086 \text{ g CaCO}_3}{1 \text{ mol CaCO}_3}\right) \left(\frac{13.1 \text{ g Ca}}{100 \text{ g PV23}}\right) = \frac{32.71 \text{ g CaCO}_3}{100 \text{ g PV23}} \quad \text{Ec. 3.5}$$

$$\left(\frac{1 \text{ mol CaCO}_3}{1 \text{ mol Ca}}\right) \left(\frac{1 \text{ mol Ca}}{40.078 \text{ g Ca}}\right) \left(\frac{100.086 \text{ g CaCO}_3}{1 \text{ mol CaCO}_3}\right) \left(\frac{20.28 \text{ g Ca}}{100 \text{ g PV80}}\right) = \frac{50.64 \text{ g CaCO}_3}{100 \text{ g PV80}} \quad \text{Ec. 3.6}$$

De acuerdo con el análisis de DRX de las muestras correspondientes a la precipitación ácida, se ha determinado que ambas muestras se componen de sulfato de calcio dihidratado (CaSO₄(H₂O)₂). Si consideramos que todo el azufre presente en la muestra contribuye a la formación de sulfato de calcio, se puede calcular que el 64.49% de la muestra obtenida a 23°C está compuesta por yeso (Ec. 3.12).

$$\left(\frac{1 \text{ mol CaSO}_4(\text{H}_2\text{O})_2}{1 \text{ mol S}}\right) \left(\frac{1 \text{ mol S}}{32.065 \text{ g S}}\right) \left(\frac{172.16836 \text{ g CaSO}_4(\text{H}_2\text{O})_2}{1 \text{ mol CaSO}_4(\text{H}_2\text{O})_2}\right) \left(\frac{12.01 \text{ g S}}{100 \text{ g PAV23}}\right) = \frac{64.49 \text{ CaSO}_4(\text{H}_2\text{O})_2}{100 \text{ g PAV23}} \quad \text{Ec. 3.7}$$

3.6 Evaluación con carbón activado

En la etapa final del tratamiento, se aplicaron tres dosis diferentes de carbón activado a la muestra acidificada a 23°C: 0.1%, 0.25% y 0.5%. Esta etapa de adsorción se implementó con el propósito de reducir el color de la vinaza, ya que el carbón activado ha demostrado ser altamente eficiente en la disminución del color y la eliminación de contaminantes cuando se aplica a vinaza [14] y aguas residuales [20].

La Tabla 3.6 presenta los resultados de las mediciones de pH y los grados Brix (°Bx) de la vinaza evaluada con tres dosis de carbón activado: 0.1% (VC 0.1), 0.25% (VC 0.25) y 0.5% (VC 0.5). Los valores de pH se registraron en dos etapas del proceso: el pH inicial y el pH posterior a la filtración. Además, se incluyen los °Bx de ambas muestras para evaluar la concentración de sólidos disueltos en las mismas.

En los tres casos se observó una disminución en el pH después de la aplicación del carbón activado. Esto puede explicarse por las propiedades del carbón activado, cuyas superficies suelen llevar carga positiva, lo que conduce a una disminución del pH del medio [21].

Por otro lado, respecto a los °Bx se notó una disminución cuando se utilizó una dosis menor de carbón activado en comparación con las dosis más altas. Esta variación podría atribuirse a la dificultad que experimentó el filtro para eliminar el carbón que se incorporó al sistema.

Tabla 3.6 Parámetros de la vinaza en la evaluación con carbón activado.

Evaluación con carbón			
	VC 0.1	VC 0.25	VC 0.5
pH ⁽¹⁾	2.45	2.45	2.45
pH ⁽²⁾	2.41	2.36	2.35
°Bx	10.0	10.2	10.4

⁽¹⁾ pH inicial

⁽²⁾ pH después de la filtración

En la Figura 3.16 se puede apreciar que a medida que se incrementó la dosis de carbón activado en las muestras de vinaza, el color de estas disminuyó. Este fenómeno es resultado de las propiedades del carbón activado, que le permiten eliminar compuestos que contribuyen al color en las vinazas [22].

Uno de los compuestos que el carbón adsorbente tiene la capacidad de eliminar son los polifenoles, que son sustancias orgánicas presentes en la vinaza que contribuyen en gran medida a su coloración [23, 24], para poder evaluar la disminución de estos compuestos en la vinaza resultante es recomendable hacer estudios para verificar, que compuestos fueron removidos con el carbón activado. El efecto de reducción de color es un aspecto de gran relevancia en la industria, ya que mejora la calidad de la vinaza tratada y la hace más adecuada para su posterior disposición.

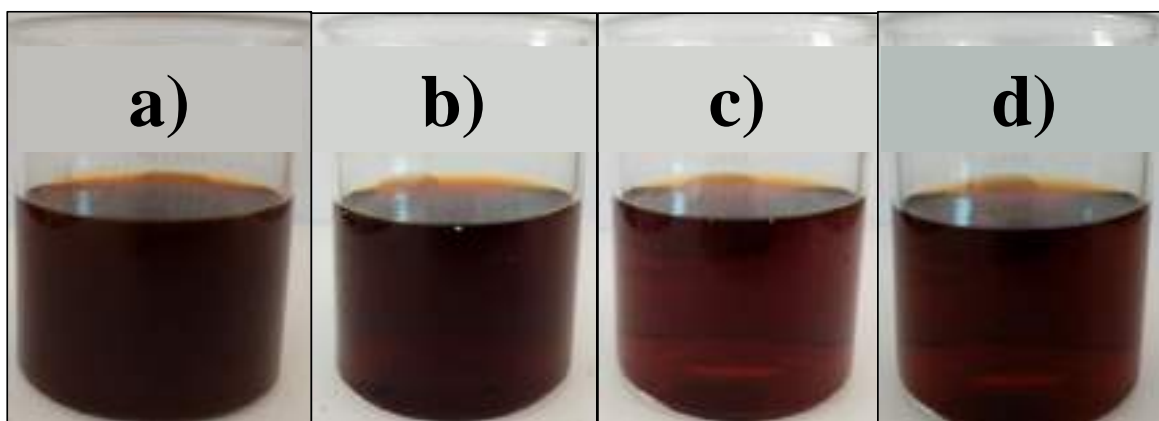


Figura 3.16 a) vinaza acidificada con H_2SO_4 a $23^\circ C$, b) vinaza con 0.1% de carbón activada, c) vinaza con 0.25% de carbón activado, d) vinaza con 0.5% de carbón activado

En la Figura 3.17 se observa como cambió de manera cualitativa el color de la vinaza a lo largo del tratamiento fisicoquímico. Las imágenes de las muestras están diluidas al 50% con agua destilada, ya que estas son las muestras utilizadas para medir los $^\circ Bx$; además, permiten observar de forma más clara los cambios en el color durante el tratamiento.

La muestra original se observa como un líquido de color marrón oscuro con partículas suspendidas. Después de la alcalinización a $23^\circ C$, se observa que aún hay partículas sedimentadas a pesar de haber pasado por un proceso de filtración previo. En la muestra acidificada a $23^\circ C$, se nota la ausencia de materia sedimentada y un color más claro en comparación con la etapa anterior. Como se mencionó anteriormente, en la muestra con un mayor porcentaje de carbón activado se observa una decoloración significativa, siendo esta la muestra que presenta el cambio más evidente en términos de coloración.



Figura 3.17 Muestras de vinaza diluidas al 50% a) vinaza original, b) vinaza alcalinizada a 23°C, c) vinaza acidificada a 23°C, d) vinaza con 0.1% de carbón activada, e) vinaza con 0.25% de carbón activado, f) vinaza con 0.5% de carbón activado

Si bien este trabajo se centró en la caracterización de los subproductos generados en un tratamiento fisicoquímico con el propósito de conocer su naturaleza y, a partir de ello, se puedan proponer posibles alternativas para su aprovechamiento o disposición adecuada, es crucial llevar a cabo una evaluación exhaustiva del impacto que este tratamiento ha tenido en la vinaza. Además, es fundamental verificar que la vinaza obtenida cumple con los requisitos normativos para su disposición o si se requiere la implementación de otras técnicas complementarias, como las utilizadas en la gestión de vinazas provenientes de la industria tequila, en donde, además de someter la vinaza a tratamientos fisicoquímicos, se suelen emplear reactores biológicos para continuar reduciendo la carga contaminante presente en la vinaza [1].

3.7 Bibliografía

- [1] S. A. Díaz Barajas, M. A. Garzón Zúñiga, y I. Moreno Andrade, “Mezcal vinasses treatment: A review of assessed processes and a new treatment proposal”, *Rev. latinoam. ambient.*, vol. 11, núm. 28, pp. 216–220, 2020.
- [2] A. R. Prazeres, J. Lelis, J. Alves-Ferreira, y F. Carvalho, “Treatment of vinasse from sugarcane ethanol industry: H₂SO₄, NaOH and Ca(OH)₂ precipitations, FeCl₃ coagulation-flocculation and atmospheric CO₂ carbonation”, *J. Environ. Chem. Eng.*, vol. 7, no. 4, p. 103203, 2019.
- [3] G. Spedding, “Mezcal and Tequila”, en *Distilled Spirits*, 1a ed. Kentucky, Estados Unidos: Academic Press, pp. 173–228, 2023
- [4] V. Robles-González, J. Galíndez-Mayer, N. Rinderknecht-Seijas, y H. M. Poggi-Valardo, “Treatment of mezcal vinasses: A review”, *J. Biotechnol.*, vol. 157, no. 4, pp. 524–546, 2012.
- [5] Secretaría de Comercio y Fomento Industrial, Norma Oficial Mexicana NOM-070-SCFI-2016. Bebidas alcohólicas-Mezcal Especificaciones. 2016.
- [6] Iñiguez Covarrubias, “Opciones sustentables de manejo y aprovechamiento del bagazo de agave y vinazas”, en *Manual Técnico Tequilero*, 1a ed. Guadalajara, Jalisco, México: Consejo Regulador del Tequila, pp. 525–551, 2019.
- [7] S. S. Mohtar, T. N. Z. Tengku Malim Busu, A. M. Md Noor, N. Shaari, y H. Mat, “An ionic liquid treatment and fractionation of cellulose, hemicellulose and lignin from oil palm empty fruit bunch”, *Carbohydr Polym*, vol. 166, pp. 291–299, 2017.
- [8] EPA, USEPA., “Wastewater Technology Fact Sheet Chemical Precipitation”, *Office of Water and Watersheds*, Washington DC: United States Environmental Protection Agency, 2000.
- [9] L. K. Wang, D. A. Vaccari, Y. Li, y N. K. Shamma, “Chemical Precipitation”, en *Handbook of Environmental Engineering*, 1a ed. Totowa, New York: The Humana Press Inc., pp. 141–197, 2005.

- [10] D. M. Warsinger, J. Swaminathan, E. Guillen-Burrieza, H. A. Arafat, y J. H. Lienhard V, “Scaling and fouling in membrane distillation for desalination applications: A review”, *Desalination*, vol. 356. Elsevier, pp. 294–313, 2015.
- [11] V.G. Tacias-Pascacio, R. Morellon-Sterling, D. Castañeda-Valbuena, A. Berenguer-Murcia, Mrasool, O. Tavano, R. Fernandez-Lafuente, “Immobilization of papain: A review”, *Int. J. Biol. Macromol.*, vol. 188, pp. 94–113, 2021.
- [12] J. Goldstein, D. Newbery, D. Joy, C. Lyman, C. Lyman, P. Echlin, E. Lifshin, L. Sawyer y J. Michael, *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*, 3a ed. Ney York: Kluwer Academic, 2003.
- [13] C. A. Weiss, K. Torres-Cancel, R. D. Moser, P. G. Allison, E. R. Gore, M. Q. Chandler y P. G. Malone, “Influence of Temperature on Calcium Carbonate Polymorph formed from Ammonium Carbonate and Calcium Acetate”, *J Nanotech Smart Mater*, vol. 1, pp. 1–6, 2014.
- [14] K. Y. Chong, C. H. Chia, y S. Zakaria, “Polymorphs calcium carbonate on temperature reaction”, *AIP Conf Proc*, vol. 1614, núm. 1, pp. 52–56, 2014.
- [15] S. B. Zueva, “Current legislation and methods of treatment of wastewater coming from waste electrical and electronic equipment processing”, en *Waste Electrical and Electronic Equipment Recycling: Aqueous Recovery Methods*, Voronezh, Russia: Woodhead Publishing, pp. 213–240, 2018.
- [16] A. Saeid y K. Chojnacka, “Sulfuric Acid”, en *Encyclopedia of Toxicology*. 3a ed., pp. 424–426, 2014.
- [17] K. Akhtar y S. Yousafzai, “Morphology control synthesis of nano rods and nano ovals CaCO₃ particle systems”, *J Dispers Sci Technol*, vol. 41, núm. 9, pp. 1356–1370, 2020.
- [18] H. Merrikhpour y M. Jalali, “Waste calcite sludge as an adsorbent for the removal of cadmium, copper, lead, and zinc from aqueous solutions”, *Clean Technol Environ Policy*, vol. 14, núm. 5, pp. 845–855, 2012.

- [19] W. Li, G. Yu, S. Wang, J. Ding, X. Xu, Q. Gu, D. Wang y P. Huang, “Influence of temperature on the growth and surface morphology of Fe³⁺ poisoned KDP crystals”, *RSC Adv*, vol. 7, núm. 28, pp. 17531–17538, 2017.
- [20] G. M. Ayoub, A. Hamzeh, y L. Semerjian, “Post treatment of tannery wastewater using lime/bittern coagulation and activated carbon adsorption”, *Desalination*, vol. 273, núm. 2–3, pp. 359–365, 2011.
- [21] R. J. Martin y K. O. Iwuco, “The effects of pH and suspended solids in the removal of organics from waters and wastewaters by the activated carbon adsorption process”, *Water Res*, vol. 16, núm. 1, pp. 73–82, 1982.
- [22] Eric. Lichtfouse, Jan. Schwarzbauer, y D. Robert, *Environmental chemistry: green chemistry and pollutants in ecosystems*. 1a ed. Germany: Springer Science & Business Media., 2005.
- [23] J. A. Contreras-Contreras, M. Bernal-González, J. A. Solís-Fuentes, y M. del Carmen Durán-Domínguez-de-Bazúa, “Polyphenols from Sugarcane Vinasses, Quantification, and Removal Using Activated Carbon After Biochemical Treatment in Laboratory-Scale Thermophilic Upflow Anaerobic Sludge Blanket Reactors”, *Water Air Soil Pollut*, vol. 231, núm. 8, 2020.
- [24] A. Pramanik et al., “Utilization of vinasse for the production of polyhydroxybutyrate by *Haloarcula marismortui*”, *Folia Microbiol*, vol. 57, núm. 1, pp. 71–79, 2012.
- [25] A. C. Gschaedler Mathis, B. Rodríguez Garay, R. Prado Ramírez, y J. L. Flores Montaña, “Tratamiento de Efluentes y Aprovechamiento de Residuos”, en *Ciencia y Tecnología del Tequila. Avances y Perspectivas.*, 2a ed. México: CIATEJ, pp. 343–373, 2015.

Capítulo IV

Conclusiones

"Cualquiera que deje de aprender es viejo, ya sea a los veinte u ochenta.

Cualquier persona que sigue aprendiendo se mantiene joven."

-Henry Ford.



Una vez finalizado este trabajo de investigación y de acuerdo con los resultados obtenidos se concluye lo siguiente:

- ✦ Se observó que la temperatura juega un papel importante en la formación de diferentes especies cristalinas durante la alcalinización.
- ✦ Mediante la técnica de EED, se identificó una presencia significativa de carbono, oxígeno y calcio en las muestras recuperadas de la precipitación alcalina.
- ✦ Los resultados de DRX mostraron la formación de carbonato de calcio en fase calcita en la muestra recuperada de la alcalinización de la vinaza a 23°C.
- ✦ La técnica de DRX también reveló la formación de hidróxido de calcio y carbonato de calcio en fases calcita y aragonita para la muestra obtenida a 80°C.
- ✦ Para las muestras recuperadas de la precipitación ácida, se encontró una presencia significativa de carbono, oxígeno, azufre y calcio.
- ✦ la temperatura no tuvo un papel importante en la formación de especies cristalinas durante la acidificación, pues en ambas condiciones estudiadas se obtuvo sulfato de calcio.
- ✦ La adición de una mayor dosis de carbón activado resultó en una mejor eliminación del color de la vinaza
- ✦ Las imágenes analizadas por MEB mostraron que la temperatura influyó en la cantidad y el tamaño de partículas formadas durante la alcalinización. Las muestras alcalinizadas a 23°C tenían partículas de tamaño irregular, mientras que las muestras a 80°C tenían partículas de tamaño más uniforme, con un promedio de 1.1 μm .
- ✦ La adición de óxido de calcio aumentó la cantidad de sólidos disueltos en la vinaza.
- ✦ La cantidad de sólidos disueltos disminuyó cuando se acidificó la vinaza debido a la interacción del calcio añadido durante la etapa de alcalinización con el ácido sulfúrico.