

**CARACTERIZACIÓN Y VALORIZACIÓN DEL LODO GENERADO EN EL  
TRATAMIENTO ELECTROLÍTICO DE VINAZAS**

**LEYDI JHOANA VELASCO VASQUEZ**

**ESCUELA DE INGENIERÍA DE LOS RECURSOS NATURALES Y DEL  
AMBIENTE  
PROGRAMA ACADÉMICO DE INGENIERIA SANITARIA Y AMBIENTAL  
UNIVERSIDAD DEL VALLE  
SANTIAGO DE CALI**

**2018**

**CARACTERIZACIÓN Y VALORIZACIÓN DEL LODO GENERADO EN EL  
TRATAMIENTO ELECTROLÍTICO DE VINAZAS**

**LEYDI JHOANA VELASCO VASQUEZ**

**TRABAJO DE GRADO COMO REQUISITO PARCIAL PARA OPTAR AL  
TÍTULO DE: INGENIERA SANITARIA Y AMBIENTAL**

**DIRECTORA**

**M. Sc. LUZ EDITH BARBA HO**

**CODIRECTOR**

**Ph.D NILSON MARRIAGA CABRALES**

**ESCUELA DE INGENIERÍA DE LOS RECURSOS NATURALES Y DEL  
AMBIENTE**

**PROGRAMA ACADÉMICO DE INGENIERIA SANITARIA Y AMBIENTAL  
UNIVERSIDAD DEL VALLE  
SANTIAGO DE CALI**

**2018**

## **DEDICATORIAS**

*Este trabajo lo dedico a mi madre y a mi hermana por su incondicional apoyo y paciencia;  
al igual que a mis familiares.*

## **AGRADECIMIENTOS**

*A Dios porque a pesar de los obstáculos he llegado a esta instancia, por la fortaleza que me dio para enfrentarlos.*

*A mi directora de tesis Luz Edith Barba Ho, y a mi codirector Nilson de Jesús Marriaga por su apoyo y orientación en el desarrollo de esta tesis, por guiarme en mis primeros pasos en la investigación. Cada uno contribuyó en mi formación de manera profesional.*

*A mis compañeros de proyecto la Ing. Química, MSc Dayana Donneys, el Ing. Químico, Christian Eduardo Alvarez Pugliese y al Ing Químico Jonh Steven Devia Orjuela de la Escuela de Ingeniería Química por su guía, supervisión y asesoramiento en este proyecto.*

*Quiero agradecer a Colciencias en el marco del proyecto de Cooperación internacional ELAC2015/T03-1018 EFCP titulado: “Production of high-value bio-based products from sugar cane bioethanol industry solid and liquid wastes by low energy electrochemical treatment of effluents and pyrolysis of lignocellulosic materials using thermomagnetic catalysts” por la financiación del proyecto.*

*También quiero agradecer a la escuela EIDENAR y al Grupo de Procesos Avanzados para Tratamientos Químicos y Biológicos-GAOX, a los laboratorios de Química Ambiental, y al Laboratorio de Aguas y Residuos Ambientales, de la Universidad del Valle por el apoyo y los recursos brindados.*

*Al Laboratorio de Análisis y Procesos en Ingeniería Química (LAPIQ) en especial a Nhora Suaterna por el apoyo suministrado.*

*Finalmente agradezco a mis familiares y compañeros que brindaron su apoyo y permitieron desarrollar este proyecto Antonio Ramos, Laura Alexandra García y Jazmín Carabalí.*

## DECLARACIÓN DE ORIGINALIDAD

Por este medio declaro que el trabajo de grado titulado: **caracterización y valorización del lodo generado en el tratamiento electrolítico de vinazas:**

1. Es original y que todas las fuentes utilizadas para su realización han sido debidamente citadas en el mismo.
  2. Corresponde a un trabajo realizado en la Escuela de Ingeniería de los Recursos Naturales y del Ambiente-EIDENAR y la Escuela de Ingeniería Química entre el año 2017-2018 en el marco de un proyecto de convocatoria externa de Colciencias ELAC2015/T03-1018 EFCP Titulado: “Production of high-value bio-based products from sugar cane bioethanol industry solid and liquid wastes by low energy electrochemical treatment of effluents and pyrolysis of lignocellulosic materials using thermomagnetic catalysts” financiado por la Unión Europea en la convocatoria ERANET-LAC EFCP.
-

## ACEPTACIÓN JURADOS

Nota de aceptación

---

---

---

---

---

---

Jurado 1

---

Jurado 2

---

Director 1

---

## RESUMEN

La vinaza es el principal subproducto líquido resultante del proceso de producción industrial de etanol anhidro y representa un riesgo medioambiental debido a sus características físicas y químicas. En este estudio se utilizó el proceso de tratamiento por extracción con solvente y electrodisolución heterocoagulación para determinar la reducción de contaminantes en la vinaza cruda y determinar la cantidad y calidad del subproducto generado (lodo) y su valorización. El seguimiento de las muestras tratadas se llevó a cabo por medio de parámetros como la demanda química de oxígeno (DQO), pH, carbono orgánico total (COT), sólidos suspendidos totales (SST), entre otros.

La electrodisolución heterocoagulación mostró reducciones de COT entre 23%- 24%, SST entre 8%-90% y remoción de lodo entre 4,7-10,9 gramos, por lo cual, se decidió estudiar la extracción con solvente como alternativa para mejorar la producción de lodos; este tratamiento presentó remociones de SST entre el 79%-96% y el lodo obtenido se evaluó con respecto a características fisicoquímicas y microbiológicas: conductividad eléctrica, humedad, contenido de cenizas, análisis elemental, capacidad de intercambio catiónico, entre otras.

Los lodos producidos en la extracción con solvente reportaron no ser aptos para pirólisis debido a su bajo poder calorífico superior de 3.991 BTU/lb seco, lo que implica un secado previo a su aprovechamiento aumentando los costos energéticos de la operación. Por otra parte, el lodo posee un alto potencial de aprovechamiento (Contenido de Nitrógeno: 2,49%, Potasio:6,49% y Calcio: 11,4%) y podría emplearse en compostaje, vermicompost o como fertilizante y enmienda orgánica si se corrigen parámetros como pH, carbono orgánico oxidable total y relación Carbono/Nitrógeno con adiciones de residuos agrícolas, cascarilla de arroz, entre otros.

**Palabras clave:** Electrodisolución-heterocoagulación, Vinaza, Lodos de Vinaza, Extracción con solvente, Valorización de Lodos, Biosólido.

## **LISTADO DE SIGLAS**

DQO: Demanda Química de Oxígeno

COT: Carbono Orgánico Total

M.O: Materia Orgánica

PAM: Poliacrilamida

RPM: Revoluciones por minuto

ST: Sólidos Totales

SVT: Sólidos Volátiles Totales

SST: Sólidos Suspendidos Totales

SSV: Sólidos Suspendido Volátiles

DBO<sub>5</sub>: Demanda Bioquímica de Oxígeno

UFC: Unidades Formadoras de Colonia

C: Vinaza Cruda

T: Vinaza Tratada

C.I.C: Capacidad de intercambio catiónico

C/N: Relación carbono/nitrógeno

## CONTENIDO

|                                                                                                                    |    |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 1. INTRODUCCIÓN.....                                                                                               | 1  |
| 2. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA.....                                                                                 | 2  |
| 3. JUSTIFICACIÓN.....                                                                                              | 2  |
| 4. OBJETIVOS.....                                                                                                  | 4  |
| 4.1 Objetivo general.....                                                                                          | 4  |
| 4.2 Objetivos específicos .....                                                                                    | 4  |
| 5. MARCO TEÓRICO.....                                                                                              | 5  |
| 5.1 Vinaza .....                                                                                                   | 5  |
| 5.2 Medio ambiente y vinaza .....                                                                                  | 6  |
| 5.3 Tratamiento de vinazas .....                                                                                   | 7  |
| 5.3.1 Electrocoagulación .....                                                                                     | 7  |
| 5.3.2 Proceso electrodisolución y heterocoagulación .....                                                          | 8  |
| 5.3.3 Extracción con solvente .....                                                                                | 10 |
| 5.4 Lodos de tratamientos de vinaza.....                                                                           | 10 |
| 5.4.1 Biosólidos Clase A.....                                                                                      | 11 |
| 5.4.2 Biosólidos Clase B .....                                                                                     | 11 |
| 5.5 Valorización de biosólidos.....                                                                                | 11 |
| 6. ANTECEDENTES.....                                                                                               | 12 |
| 6.1 Tratamiento de vinazas .....                                                                                   | 12 |
| 6.2 Tratamiento de lodos .....                                                                                     | 16 |
| 7. METODOLOGÍA.....                                                                                                | 17 |
| 7.1 Caracterización de la vinaza cruda .....                                                                       | 18 |
| 7.2 Proceso de tratamiento electrolítico.....                                                                      | 19 |
| 7.2.1 Tratamiento electrodisolución de hierro y heterocoagulación a la vinaza cruda.....                           | 19 |
| 7.2.2 Caracterización del líquido generado en el tratamiento electrodisolución de hierro y heterocoagulación ..... | 20 |
| 7.3 Proceso de extracción con solvente .....                                                                       | 20 |

|                                                                                                           |    |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 7.4 Caracterización del lodo .....                                                                        | 21 |
| 7.5 Calidad y valorización del lodo .....                                                                 | 23 |
| 8. RESULTADOS Y ANÁLISIS .....                                                                            | 24 |
| 8.1 Caracterización fisicoquímica de la vinaza cruda.....                                                 | 24 |
| 8.2 Tratamientos aplicados a la vinaza .....                                                              | 26 |
| 8.2.1 Tratamiento electrodisolución-heterocoagulación .....                                               | 26 |
| 8.2.2 Proceso de extracción con etanol .....                                                              | 31 |
| 8.3 Características fisicoquímicas y microbiológicas del lodo .....                                       | 36 |
| 8.3.1 Composición de material orgánico presente en el lodo proveniente de la extracción con solvente..... | 38 |
| 8.4 Valorización del lodo de acuerdo con la normatividad .....                                            | 43 |
| 9. CONCLUSIONES.....                                                                                      | 49 |
| 10. RECOMENDACIONES.....                                                                                  | 51 |
| 11. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....                                                                       | 52 |
| 12. ANEXOS.....                                                                                           | 59 |

## ÍNDICE DE TABLAS

|                                                                                                                                                                                 |    |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Tabla 1. Características fisicoquímicas de la vinaza .....                                                                                                                      | 5  |
| Tabla 2. Características contaminantes de la vinaza .....                                                                                                                       | 6  |
| Tabla 3. Impactos de la vinaza en el medio ambiente .....                                                                                                                       | 6  |
| Tabla 4. Revisión bibliográfica de tratamientos de vinaza.....                                                                                                                  | 12 |
| Tabla 5. Condiciones del proceso de electrodisolución – heterocoagulación .....                                                                                                 | 19 |
| Tabla 6. Métodos Estándar de parámetros fisicoquímicos .....                                                                                                                    | 22 |
| Tabla 7. Valores admitidos normativa nacional para uso de biomasa como enmienda orgánica .....                                                                                  | 23 |
| Tabla 8. Valores admitidos normativa internacional para uso de biomasa como enmienda orgánica. ....                                                                             | 24 |
| Tabla 9. Parámetros fisicoquímicos de las muestras de vinaza cruda.....                                                                                                         | 24 |
| Tabla 10. Caracterización de las muestras de vinaza después de electrodisolución-heterocoagulación.....                                                                         | 27 |
| Tabla 11. Lodo obtenido en la electrodisolución heterocoagulación .....                                                                                                         | 30 |
| Tabla 12. Caracterización de las muestras de vinaza después de extracción con etanol.....                                                                                       | 32 |
| Tabla 13. Lodo obtenido en la extracción con etanol.....                                                                                                                        | 35 |
| Tabla 14. Caracterización del lodo proveniente de extracción con solvente.....                                                                                                  | 36 |
| Tabla 15. Caracterización del lodo proveniente de extracción con solvente composición de material orgánico .....                                                                | 38 |
| Tabla 16. Evaluación del cumplimiento de las normas nacionales NTC 5167 del 2011 y el decreto 1587 del 2014 del lodo de extracción estudiado.....                               | 43 |
| Tabla 17. Evaluación del cumplimiento de las normas internacionales EPA 40CFR-503 y UE 86/278/CEE del lodo de extracción estudiado.....                                         | 44 |
| Tabla 18. Parámetros a cumplir por la Norma Colombiana que rige el aprovechamiento de biosólidos (NTC 5167 2011) y parámetros obtenidos biosólido extracción con solvente. .... | 45 |

## ÍNDICE DE FIGURAS

|                                                                                              |    |
|----------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Figura 1.Celda de electrocoagulación . ....                                                  | 7  |
| Figura 2. Diagrama de bloques del acople estudiado.. ....                                    | 8  |
| Figura 3. Celda electrodisolución.....                                                       | 8  |
| Figura 4. Extracción con solvente .....                                                      | 21 |
| Figura 5. Cuarteo realizado a lodos resultantes de extracción .....                          | 22 |
| Figura 6. Reducción de DQO respecto al indicador carga eléctrica/DQO cruda .....             | 29 |
| Figura 7. Reducción de COT respecto al indicador carga eléctrica/COT cruda .....             | 29 |
| Figura 8. Reducción de SST respecto al indicador carga eléctrica/SST cruda.....              | 30 |
| Figura 9. Extracción de lodos con etanol. ....                                               | 31 |
| Figura 10. Reducción de dureza total respecto al indicador g etanol/Dureza total cruda ..... | 33 |
| Figura 11. Reducción de fenoles respecto al indicador g etanol/fenoles cruda.....            | 34 |
| Figura 12. Reducción de SST respecto al indicador g etanol/SST cruda .....                   | 35 |
| Figura 13. Análisis termogravimétrico lodo extracción con solvente .....                     | 38 |

## ANEXOS

|                                                                                                    |    |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Anexo 1. Etapa de electrodisolución .....                                                          | 59 |
| Anexo 2. Etapa de heterocoagulación .....                                                          | 59 |
| Anexo 3. Etapa de decantación del lodo proveniente de la electrodisolución heterocoagulación ..... | 60 |
| Anexo 4. Extracción con solvente .....                                                             | 60 |
| Anexo 5. Medición de DQO, dureza total y sólidos totales, suspendidos y volátiles. ....            | 61 |
| Anexo 6. Separación mezcla etanol-vinaza. ....                                                     | 62 |
| Anexo 7. Lodo obtenido en la extracción con solvente. ....                                         | 62 |
| Anexo 8. Resultados laboratorio combustión y combustibles. ....                                    | 63 |
| Anexo 9. Resultados huevos de helmintos .....                                                      | 64 |
| Anexo 10. Resultados caracterización y composición de material orgánico sólido. ....               | 65 |
| Anexo 11. Resultado análisis termogravimétrico biosólido extracción .....                          | 66 |

## 1. INTRODUCCIÓN

En Colombia de los 13 ingenios azucareros existentes, 6 cuentan con destilerías de etanol, las cuales tienen una capacidad de producción a 2018 de 2.154.000 litros/día de etanol anhidro (Fedebiocombustibles, 2018). La vinaza es el principal subproducto líquido resultante del proceso de producción de etanol anhidro, presenta pH bajo y una alta conductividad, está compuesto principalmente por agua, minerales como sulfatos, fosfatos, carbonatos, calcio, magnesio, hierro, entre otros y posee un alto contenido de materia orgánica y sólidos disueltos (Morales, 2000).

Debido a sus componentes, las vinazas pueden generar problemas medioambientales si se vierten sin ningún tipo de tratamiento a las aguas superficiales y suelos, la disposición inadecuada y los altos costos de manejo han recibido mucha atención en las últimas décadas (Cortes-Rodríguez et al., 2018); a causa de esto, han surgido alternativas de aprovechamiento y tratamiento de vinazas, tales como, fertirrigación, concentración, digestión anaerobia/producción de energía y tratamientos electroquímicos.

Tratamientos alternativos como la electrodisolución de hierro acoplada con heterocoagulación (disolución electrolítica del metal y coagulación de especies a partir de adición de cal) han sido investigados durante los últimos años en el Valle del Cauca. De acuerdo con Cardona et al., (2011), el proceso consume poca energía eléctrica en la electrodisolución ( $1,5 \text{ kWh/m}^3$ ) por lo que tiene una ventaja frente a la electrocoagulación convencional. Así mismo, aprovecha el hecho de que la dosificación del coagulante (hierro) a través de esta ruta resulta menos costosa que la dosificación con sales inorgánicas, lo que hace que este tratamiento tenga un bajo costo de operación, haciéndola una tecnología de tratamiento versátil y limpia.

Los subproductos generados después del tratamiento de la vinaza a partir de la electrodisolución heterocoagulación, son el sobrenadante líquido que puede retornarse al proceso de fermentación o aprovecharse como agua de dilución en otros procesos y el lodo que por el alto contenido de materia orgánica (19 g/L de carbono orgánico oxidable) (García & Marriaga, 2014) podría utilizarse como materia prima en procesos termoquímicos como la pirólisis o como enmienda orgánica. Por otra parte, otro tratamiento alternativo de vinazas estudiado por Benavides et al.,

(2015) es la extracción con alcohol, esta técnica se basa en la desestabilización de proteínas y su agregación, lo que permite al final del proceso su precipitación.

En este trabajo a nivel de laboratorio, se trataron vinazas provenientes de una destilería ubicada en el departamento del Valle del Cauca aplicando el proceso electrodisolución heterocoagulación y el de extracción por etanol. La cantidad y calidad del lodo generado se evaluó mediante el análisis de algunas características fisicoquímicas y microbiológicas con el fin de establecer una alternativa de valorización.

## **2. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA**

La vinaza es uno de los residuos de mayor proporción producido por las destilerías de etanol anhidro, la producción de un litro de alcohol al 96% v/v, implica la producción de 10 a 14 litros de vinaza (Morales, 2000). La vinaza tiene una alta carga de contaminantes que pueden alterar significativamente las condiciones naturales de los cuerpos hídricos receptores, produciendo daños irreversibles sobre los ecosistemas acuáticos (Olarte & Valencia, 2016). Algunas de las características contaminantes son: demanda química de oxígeno (DQO) entre 50.000 – 100.000 mg/L, demanda bioquímica de oxígeno (DBO<sub>5</sub>) entre 45.000 – 65.000 mg/L, fenoles y la presencia de compuestos nitrogenados entre los que se encuentran: proteínas, aminoácidos y vitaminas (Armaignac & Cortón, 2016). Debido a su efecto contaminante y a la presencia de numerosos compuestos de interés, se han estudiado diversos procesos para el tratamiento de las vinazas (Bermúdez et al., 2000).

Actualmente, en el grupo GAOX de la Universidad del Valle se ha estudiado a nivel de laboratorio y piloto un proceso electroquímico para el tratamiento de las vinazas (Álvarez-Plugliese et al., 2011; Cardona et al., 2011, 2012, 2013; Dávila et al., 2009, 2011, 2012; Marriaga, 2013). De este tratamiento, el líquido obtenido puede retornarse al proceso de fermentación, sin embargo, no se han explorado alternativas en cuanto el manejo, disposición y tratamiento de lodos de vinaza subproducto del tratamiento, además, que en la literatura existe poca información asociada a la calidad de los lodos generados en procesos de electrocoagulación; es así como surge la necesidad de estudiar un posible manejo y establecer la valorización de los lodos generados en este proceso.

### 3. JUSTIFICACIÓN

El desarrollo de tratamientos apropiados para la remoción de contaminantes en las vinazas tiene una motivación ambiental, en la medida que intenta disminuir los efectos negativos que estas producen al ser vertidas en el ambiente; igualmente se debe tener un manejo y disposición segura de los lodos generados en el proceso de tratamiento. La valorización de residuos industriales resulta una alternativa atractiva que permite al mismo tiempo el tratamiento adecuado y el aprovechamiento de los mismos al otorgarles valor agregado.

El tratamiento de vinazas por electrodisolución de hierro y heterocoagulación ha sido ampliamente estudiado en la Universidad del Valle, y es un proceso con un nivel avanzado de desarrollo, debido a que cuenta con patentes concedidas y una planta piloto en operación (Dávila et al., 2011, 2012; Cardona et al., 2011, 2012, 2013). Esta alternativa tiene entre las ventajas más representativas: compatibilidad ambiental, versatilidad, seguridad, facilidad de automatización y recuperación del material orgánico y de los minerales, ya que en lugar de recurrir a una gran cantidad de insumos químicos o de material biológico (microorganismos), el método se orienta a la aplicación de electricidad (electrones) sobre celdas electrolíticas con electrodos metálicos y al uso de lechada de cal como ayudante de la coagulación (Cardona et al., 2011). Además, los tratamientos electroquímicos en comparación con los procesos fisicoquímicos tradicionales, permiten obtener un sólido más compacto (Armaignac & Cortón, 2016).

El desarrollo de técnicas para la generación de productos de mayor valor agregado a partir de los lodos generados en el proceso electroquímico no ha sido investigado debido a que se desconocen las características del lodo y la variabilidad en la calidad del mismo al aplicar el proceso de electrodisolución y heterocoagulación para el tratamiento de vinaza. Por lo tanto es necesario realizar una profundización en esta técnica de tratamiento al valorizar los lodos, dotando al proceso electroquímico de sostenibilidad.

## **4. OBJETIVOS**

### **4.1 Objetivo general**

Determinar la calidad de los lodos generados en el tratamiento de vinazas mediante electrodisolución-heterocoagulación empleando parámetros físicos, químicos y biológicos para su posible valorización.

### **4.2 Objetivos específicos**

- Evaluar la capacidad de remoción de materia orgánica expresada en términos de COT del tratamiento electrodisolución-heterocoagulación
- Caracterizar los lodos generados en el tratamiento electrodisolución-heterocoagulación.
- Valorizar el lodo obtenido en el tratamiento electrodisolución-heterocoagulación como biomasa de enmienda o biomasa para producir productos de mayor valor agregado.

## 5. MARCO TEÓRICO

### 5.1 Vinaza

La vinaza es un material líquido resultante de la producción de etanol anhidro, ya sea por destilación de la melaza fermentada o de la fermentación directa de los jugos de la caña. La composición de la vinaza depende de las características de la materia prima usada en la producción de alcohol (García & Rojas, 2006), sin embargo, la materia orgánica es su principal constituyente debido a la presencia de aminoácidos, proteínas, lípidos, ácidos diversos, glicerol, enzimas, bases, ácidos nucleicos, clorofila, lignina, quinonas, ceras y azúcares (Becerra, 2014); al igual que presencia de una gran cantidad de compuestos polifenólicos y melanoidinas que le dan la característica de color marrón (Moran et.al, 2016). Por otra parte, entre los minerales que posee se encuentran potasio, calcio, fósforo, magnesio, nitrógeno, calcio, potasio, azufre, cobre y zinc (García & Rojas, 2006; Korndorfer, 2009,2010).

La vinaza también contiene compuestos volátiles tales como benzaldehído, ácido benzoico, etil palmitato, 2 acetilpirrol, alcohol 2-feniletílico, alcohol furfurílico, ácido acético, ácido fórmico, 1-3 butanodiol, acetona y etanol, entre otros (Becerra, 2014).

En la Tabla 1 y 2 se presentan algunas de las características fisicoquímicas en función de la concentración de sólidos totales (Becerra, 2014).

Tabla 1. Características fisicoquímicas de la vinaza

| <b>Análisis</b>               | <b>Unidad</b>        | <b>Vinaza 60% ST</b> | <b>Vinaza 10% ST</b> |
|-------------------------------|----------------------|----------------------|----------------------|
| Materia orgánica              | (%)                  | 44,3                 | 4,20-6,70            |
| P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> | (%)                  | 0,92                 | 0,09                 |
| K <sub>2</sub> O              | (%)                  | 0,04                 | 0,02                 |
| CaO                           | (%)                  | 1,27                 | 0,19                 |
| MgO                           | (%)                  | 0,65                 | 0,188                |
| pH                            | -                    | 4,3-4,5              | 3,5-4,3              |
| Densidad                      | (kg/m <sup>3</sup> ) | 1350                 | -                    |
| Conductividad eléctrica       | dS/cm                | 17,0                 | 11,0                 |

Fuente: Becerra (2014).

Tabla 2. Características contaminantes de la vinaza

| <b>Análisis</b>               | <b>Unidad</b> | <b>Vinaza &lt;10% ST</b> |
|-------------------------------|---------------|--------------------------|
| DQO                           | mg/L          | 116000                   |
| DBO <sub>5</sub>              | mg/L          | 41200                    |
| Sólidos suspendidos totales   | mg/L          | 8990                     |
| Sólidos suspendidos volátiles | mg/L          | 7100                     |

Fuente: García & Rojas (2006).

## 5.2 Medio ambiente y vinaza

Actualmente algunos ingenios utilizan la vinaza para irrigar los campos de caña de azúcar debido a que contiene macronutrientes como nitrógeno, potasio y fósforo. Sin embargo, debido a la gran cantidad producida (14 litros de vinaza por 1 litro de etanol) y a sus características fisicoquímicas y de composición, su disposición en los campos de caña de azúcar implica altos costos de transporte y puede causar daños al suelo y al agua subterránea (Cortes et al., 2018). Por ello se hace necesario buscar alternativas de reúso y aprovechamiento para mitigar el impacto que la vinaza genera en el medio ambiente.

La dimensión ambiental ocasionada por la vinaza debe analizarse en un sentido amplio, tanto en sus aspectos naturales (como el suelo, la flora, la fauna), como de contaminación (aire, agua, suelo, residuos) (Vargas, 2014). Perdigón et al., 2005, estudio los impactos de la vinaza en el medio ambiente (Ver Tabla 3).

Tabla 3. Impactos de la vinaza en el medio ambiente

| Área ambiental                | Sin impacto | Impacto positivo | Impacto negativo |                |              |            |
|-------------------------------|-------------|------------------|------------------|----------------|--------------|------------|
|                               |             |                  | Grado            |                | Temporalidad |            |
|                               |             |                  | Controlable      | No controlable | Corto plazo  | Permanente |
| Aire                          |             |                  |                  | X              |              | X          |
| Suelo                         |             | X                |                  |                |              |            |
| Agua                          |             |                  |                  | X              |              | X          |
| Medio biótico (flora y fauna) |             |                  | X                |                |              | X          |
| Estructura urbana y rural     |             |                  | X                |                |              | X          |
| Olores                        |             |                  |                  | X              |              | X          |
| Aerosoles                     |             |                  |                  | X              |              | X          |
| Moscas vectores               |             |                  | X                |                |              |            |

Fuente: Perdigón (2005).

### 5.3 Tratamiento de vinazas

Han surgido una gama de tratamientos para el reusó y disposición final de la vinaza, entre ellos los tratamientos electrolíticos que han sido investigados en los últimos años por el grupo GAOX de la Universidad del Valle, igualmente se han estudiado tratamientos con acoples en los cuales encontramos la extracción con alcohol (Álvarez- Plugliese et al., 2011; Cardona et al., 2011, 2012, 2013; Dávila et al., 2009, 2011, 2012; Marriaga, 2013; Benavides, 2015).

**5.3.1 Electrocoagulación.** La electrocoagulación es un proceso que aplica los principios de la coagulación–floculación en un reactor electrolítico. Este es un recipiente dotado de una fuente de corriente y varios electrodos encargados de aportar los iones desestabilizadores de partículas coloidales que reemplazan las funciones de los compuestos químicos que se utilizan en el tratamiento convencional (Morante, 2002).

En la electrocoagulación los iones coagulantes son producidos in situ por medio de la disolución del ánodo de sacrificio como se muestra en la Figura 1, los electrodos metálicos de sacrificio son usualmente de aluminio o de hierro.

Las etapas presentes en la electrocoagulación son: (Mollah, Schennach, Parga & Cooke, 2001)

1. Formación de coagulantes por oxidación del electrodo de sacrificio
2. Desestabilización de los contaminantes, suspensión de partículas y rotura de emulsiones
3. Agregación de las fases desestabilizadas para formar flóculos

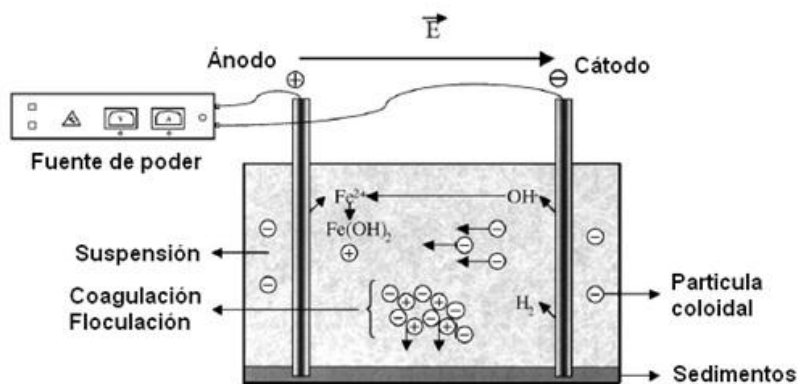


Figura 1. Celda de electrocoagulación (Tomado de: Larue *et al.*, 2003).

**5.3.2 Proceso electrodisolución y heterocoagulación.** Este proceso desarrollado en la Universidad del Valle, utiliza los principios de la electrocoagulación, pero empleando una menor densidad de corriente, lo que permite tener consumos eléctricos bajos del orden de 0.3 kWh/m<sup>3</sup>. El proceso incluye la combinación de operaciones: electrodisolución y heterocoagulación como se ilustra en la Figura 2.

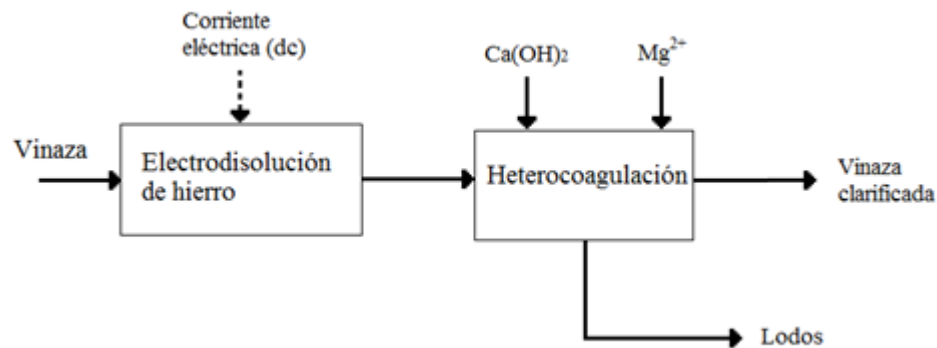


Figura 2. Diagrama de bloques del acople estudiado. (Adaptado de: Marriaga, 2013).

**5.3.2.1 Electrodisolución.** Esta técnica consiste en disolver electrolíticamente las placas del metal (aluminio o hierro) en el residual a tratar, se pretende alcanzar concentraciones determinadas de iones metálicos densidad de corriente y tiempo de contacto. Estos iones metálicos forman una amplia serie de especies coagulantes y de metales hidróxidos que desestabilizan las partículas suspendidas o precipitan los contaminantes disueltos (Puenguenán & Segura, 2014). La Figura 3 muestra el proceso que se lleva a cabo mediante la electrodisolución.

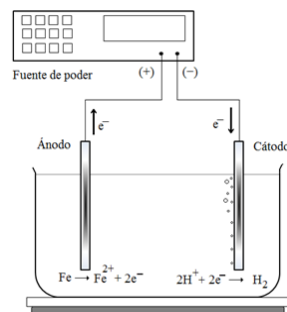
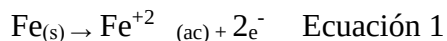


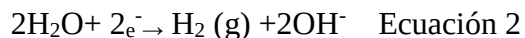
Figura 3. Celda electrodisolución. (Tomado de: Marriaga, 2013)

De acuerdo con Moreno-Castillas et al., (2004) los mecanismos de reacción a pH inferiores a 4.0 en la electrodisolución si se emplean electrodos de hierro son:

**Ánodo:**



**Cátodo:**



Es necesario la agitación en la electrodisolución, debido a que el agente coagulante generado por la electrodisolución necesita del mezclado para que las partículas choquen y se forme un aglomerado (Puenguenán & Segura, 2014).

Algunas variables que influyen en el proceso:

- **pH:** La eficiencia de la corriente se ve afectada por el pH debido a que las partículas coloidales poseen cargas positivas a pH bajo y cargas negativas a pH alto (Puenguenán & Segura, 2014).
- **Temperatura:** Al incrementar la temperatura ocurre un incremento en la eficiencia de la corriente, por ende las reacciones proceden con mayor velocidad.
- **Densidad de corriente:** La densidad de corriente determina qué tan rápido van a ocurrir las reacciones, debido a que a través de los electrodos se dosifican los iones metálicos, que reaccionan con los radicales  $\text{OH}^{-}$  en el agua para formar complejos de hidróxidos adsorbentes; además, la densidad de corriente afecta la producción de burbujas de hidrógeno, en el cátodo, y de oxígeno, en el ánodo (Puenguenán & Segura, 2014).

**5.3.2.2 Heterocoagulación.** En la heterocoagulación se adiciona cal principalmente para la agregación de las especies de hierro y las especies insolubles presentes en la vinaza (Paz, Barba-Ho & Marriaga, 2014). Este proceso se denomina alcalinización/coagulación, en la etapa de floculación se adiciona un polímero conocido como poliacrilamida (PAM) para promover el crecimiento de los flóculos y su posterior sedimentación.

El mecanismo de floculación ocurre en dos pasos; en el primero, debido al fenómeno de adsorción del polímero sobre la superficie de las partículas en suspensión, se producen zonas

(“patches”) de carga local en las cuales se han situado las cadenas de poliacrilamida y las rodea carga opuesta. En consecuencia, se genera atracción y acercamiento entre las zonas con moléculas adsorbidas y las zonas libres de adsorbato, dando origen a los denominados flóculos. El otro mecanismo se basa en la formación de puentes (“bridging”) gracias a la longitud de la cadena polimérica que le otorga flexibilidad y mayor superficie de contacto, así son varias partículas las que se adsorben, construyendo un agregado de mayor volumen. Por último, se forma el aglomerado que es retirado de la muestra tratada como último paso en el tratamiento de electrodisolución-floculación (Benavides et al., 2015, Hjorth et al., 2008; Quintero, 2013).

**5.3.3 Extracción con solvente.** Esta técnica consiste en tratar residuos líquidos con base en la desnaturalización de proteínas, donde los componentes contaminantes se desnaturalizan y precipitan; los métodos más comunes son: el uso de solventes orgánicos, temperatura y pH.

La estabilidad que presentan algunas proteínas en una solución con solventes orgánicos es una propiedad que ha sido utilizada en procesos de purificación, mediante la precipitación de proteínas contaminantes. Los solventes orgánicos miscibles con el agua como el etanol o acetona producen agregados de moléculas proteicas que tienden a precipitar como consecuencia de las moléculas de los solventes, que interfieren con las interacciones hidrofóbicas en el interior de las proteínas, este proceso se ve favorecido a temperaturas mayores a 0°C (Huertas, S.F), así la estructura ordenada del agua alrededor de los aminoácidos hidrofóbicos es desplazada por el solvente. Las principales causas de agregación de las moléculas proteicas son las fuerzas electrostáticas y dipolares.

Para lograr la precipitación adecuada de sustancias contaminantes es necesario seleccionar un solvente, temperatura y agitación adecuada, esto con el fin de incrementar la solubilidad y la tasa de transferencia de masa (Azuola & Aguilar, 2007).

#### **5.4 Lodos de tratamientos de vinaza**

Los procesos de tratamiento electrolíticos y las extracciones con solventes producen partículas sólidas precipitables con alta humedad (80%-90%), constituidas por materia orgánica y minerales. Al estabilizar este subproducto se considera un biosólido y se puede valorizar como enmienda o como materia prima para producir energía.

Los biosólidos corresponden a lodos generados en tratamiento de efluentes industriales con gran cantidad de materia orgánica, nutrientes, microorganismos, metales pesados y agua (Celis et al., 2006). De acuerdo con Vélez, (2007) se clasifican en dos categorías.

**5.4.1 Biosólidos Clase A.** Presentan una densidad de coliformes fecales inferior a 1000 NMP por gramo de sólidos totales o la densidad de *Salmonella* sp. es inferior a 3 NMP por 4 gramos de sólidos totales. La densidad de virus entéricos debe ser menor o igual a 1 UFC por 4 gramos de sólidos totales y los huevos viables de helmintos inferiores a 1 por 4 gramos de sólidos totales. Un biosólido con estos niveles que además tenga tratamiento para reducir vectores, no tendrá restricciones en su aplicación agraria y sólo será necesario solicitar permisos para garantizar que estas normas hayan sido cumplidas.

**5.4.2 Biosólidos Clase B.** Con una densidad de coliformes fecales inferior a  $2 \times 10^6$  NPM por gramo de sólidos totales. Este tipo de biosólidos deberá recibir tratamiento y será el que mayores restricciones presente para uso agrícola. Además, el Decreto 1287 del 2014 que rige el uso y eliminación de biosólidos establece límites cuantitativos relativos al contenido de metales presentes en ellos, normas de reducción de agentes patógenos, restricciones a los sitios de aplicación, condicionantes y supervisión de recolección de cultivos tratados, mantenimiento de registros y requerimientos de presentación de informes sobre biosólidos aplicados a la tierra, así como disposiciones similares para los que se desechan en rellenos sanitarios. Los biosólidos que se incineran tienen que satisfacer las normas relativas al contenido de metales y las disposiciones sobre emisiones que liberan al medio ambiente, incluidas las disposiciones de las leyes de aire limpio.

## **5.5 Valorización de biosólidos**

Procedimiento que permite el aprovechamiento de los recursos contenidos en los residuos sin poner en peligro la salud humana y sin utilizar métodos que puedan causar perjuicios para el medio ambiente (Casco, 2008).

La valorización puede ser energética o valorización material, la primera busca obtener energía a partir de la degradación térmica de la biomasa debido a que estos biosólidos poseen un alto valor calorífico lo cual los hace una excelente fuente para el desarrollo de alternativas de

combustión con recobro de energía y la segunda crea nueva materia prima para utilizarla como enmienda orgánica debido a que su composición es mayoritariamente orgánica.

## 6. ANTECEDENTES

### 6.1 Tratamiento de vinazas

Debido a las grandes cantidades de vinaza producida y a la disposición inadecuada en los suelos y cuerpos de agua, el manejo de las vinazas ha recibido mucha atención desde hace décadas, principalmente por los problemas ambientales asociados a su disposición (Christofolletti et al., 2013). A causa de esto han surgido avances en técnicas de reciclaje y tratamiento de vinazas, tales como, fertirrigación, concentración, digestión anaerobia/producción de energía y tratamientos electroquímicos. En la Tabla 4 se presenta en forma resumida las técnicas de tratamiento más utilizada.

Tabla 4. Revisión bibliográfica de tratamientos de vinaza

| Concentración de vinazas |                                                                                                                                                                                                                                              |                                                                                                                                                                    |
|--------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Autor                    | Descripción de la tecnología                                                                                                                                                                                                                 | Resultados obtenidos                                                                                                                                               |
| Perera et al.<br>(2008)  | Concentración de vinaza iniciando con 11,1 g de sólido disuelto por 100 g de solución.                                                                                                                                                       | Concentración final de 60 g de sólido disuelto por 100 g de solución, este valor es óptimo para la posterior combustión de la vinaza y aprovechamiento de energía. |
| Gomes et al.<br>(2011)   | Concentración de vinaza por micro filtración seguida de nano filtración con membrana utilizando vinaza con 2,8% de sólidos totales, con una presión variable de 1,0 a 3,4 bar para micro filtración y de 15 a 35 bares para nano filtración. | El concentrado final dio un 4% de sólidos totales, con una eficiencia de retención del 47-75% de sólidos totales.                                                  |

| Tratamientos anaerobios de vinaza     |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      |
|---------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Li et al. (2017)                      | Digestión anaerobia a vinaza cruda seguida de un análisis termogravimétrico.                                                                                                                                                                                                                                                          | Los resultados sugirieron que la integración de la digestión anaeróbica y la pirólisis podría ser preferente para el tratamiento de la biomasa lignocelulósica, como la vinaza.                                                                                                                                                                                                      |
| Siles et al. (2011)                   | Acople integrado de ozonización y biometanización de vinaza. Se estudió en reactores discontinuos a escala de laboratorio a temperatura mesófila (35 ° C). La vinaza se sometió a un pretratamiento de ozonización corto (15 min).                                                                                                    | Tras el pretratamiento de ozonización, la vinaza mostró un alto nivel de biodegradabilidad anaeróbica (alrededor del 80%) y estabilidad, lo que permitió obtener una mayor cantidad de metano (284 ml de CH <sub>4</sub> / g agregado, a 1 atm y 0 ° C) en comparación con la vinaza no tratada.                                                                                     |
| Tratamiento fisicoquímicos/biológicos |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      |
| Autor                                 | Descripción de la tecnología                                                                                                                                                                                                                                                                                                          | Resultados obtenidos                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                 |
| Guerreiro et al. (2016)               | Tratamiento de vinaza mediante combinación de coagulación / floculación y oxidación de Fenton. Las estrategias consideradas fueron la oxidación de Fenton (Estrategia 1), la coagulación / floculación (Estrategia 2) y la combinación de ambos procesos (coagulación / floculación seguida de la reacción de Fenton) - Estrategia 3. | La coagulación / floculación proporcionó un ligero aumento en la biodegradabilidad del efluente, eliminaciones moderadas de (COT) (30.5%), - DBO <sub>5</sub> - (27.9%) y DQO (43.6%). La oxidación de Fenton demostró ser una estrategia innovadora y económicamente atractiva, se lograron eliminaciones globales de 51.6% para COT, 45.7% para DBO <sub>5</sub> y 69.2% para DQO. |

## Tratamiento fisicoquímicos/biológicos

| Autor                    | Descripción de la tecnología                                                                                                                                                                                                                                                                       | Resultados obtenidos                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                            |
|--------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Cardona et al.<br>(2013) | Electrodeposición combinado con floculación química a vinaza cruda cuyas características fueron 40.000 ppm de carbono orgánico disuelto, 125.000 ppm de demanda química de oxígeno, 10,4% p/p de sólidos totales, pH de 4,6, turbiedad de 2.140 NTU y conductividad eléctrica de 20.1 mS / cm.     | Se obtuvieron reducciones del 84% del contenido total de sólidos, del 54% de la demanda química de oxígeno, del 88% del contenido de carbono disuelto. Los ensayos de floculación mostraron que la condición más apropiada se obtuvo a pH = 11,5 usando hidróxido de calcio $\text{Ca}(\text{OH})_2$ como coadyuvante de coagulación y como modificador del pH. |
| Yavuz (2007)             | Acople electrocoagulación, electro fenton y adición de peróxido de hidrogeno ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) en vinazas pretratadas cuáles características fueron 4.750 mg/L de DQO.                                                                                                                    | Se obtuvo una eficiencia de eliminación de materia orgánica del 92,6% con las adiciones de 0,3 M de sulfato de sodio $\text{Na}_2\text{SO}_4$ y 60 000 mg/L $\text{H}_2\text{O}_2$ a pH 4. En el mismo estudio, se alcanzó un consumo específico de energía de 84 kWh / m <sup>3</sup> por DQO eliminada.                                                       |
| Autor                    | Descripción de la tecnología                                                                                                                                                                                                                                                                       | Resultados obtenidos                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                            |
| Becerra (2014)           | Acople coagulación/floculación, sedimentación, micro filtración y ultrafiltración con membranas de poliétersulfona de 100 y 5 kDa. La coagulación se desarrolló con policloruro de aluminio, a temperatura entre 20 y 22° C. Para cada condición experimental el volumen de trabajo fue de 500 ml. | Se obtuvo una reducción de la Demanda Química de Oxígeno del 70%, remoción del 92 % en el color y del 67 % en sólidos totales. Las limitaciones evidenciadas de la coagulación/floculación: alto consumo de productos químicos y la generación de lodos en proporción de 330 ml/L de vinaza tratada, que retuvo 91,5% de humedad.                               |

### Tratamiento fisicoquímicos/biológicos

| Autor               | Descripción de la tecnología                                                                                                                                                                                                                                                                                          | Resultados obtenidos                                                                                                                                                                                                    |
|---------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Vilar et al. (2018) | Uso un acople de tratamiento con <i>Pleurotus sajor-caju</i> , seguido de la oxidación electroquímica (EO). En la EO se empleó una densidad de corriente (12.5, 25 y 50 mA/cm <sup>2</sup> ) y NaCl a concentraciones de (0.025, 0.05 y 0.1 M) usando $Ti/(RuO_2)_{0.7}(IrO_2)_{0.1}(Sb_2O_3)_{0.2}$ para los ánodos. | El tratamiento de degradación de la vinaza con <i>P. sajor-caju</i> produjo una eficiente eliminación del color (97%), turbidez (99%), demanda química de oxígeno (DQO) (50.6%) y carbono orgánico total (COT) (57.3%). |

### Potencial de la vinaza como generador de energía y calor

| Autor                 | Descripción de la tecnología                                                                                                              | Resultados obtenidos                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                            |
|-----------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Dirbeba et al. (2017) | Realizó una investigación donde evalúa la potencial de la biomasa producida en destilerías para obtener energía y su contenido de cenizas | La paja de caña que queda en el campo, contiene un tercio de la energía y 25% de potasio y cloro. Mientras que la vinaza contiene el 2% de la energía y el 40% de potasio, en los combustibles de biomasa el potasio causa corrosión y problemas de ensuciamiento en calderas y gasificadores.                                                                                                                                                                                  |
| Muñoz (2015)          | Realizó una investigación sobre el potencial que tiene la vinaza para convertirse en biocombustible líquido                               | La vinaza analizada presentó una humedad promedio de 54.68%, y un pH promedio de 4.99. La humedad puede ser considerada una desventaja si piensa utilizarse la Vinaza como un combustible sólido ya que primero debe secarse. Para la combustión, el mayor poder calorífico lo aporta el carbono proveniente de la materia orgánica presente en la Vinaza (50.5%).<br><br>El poder combustible de la vinaza líquida fue 13820 kJ/kg y el de la vinaza en polvo fue 10770 kJ/kg. |

---

### Tratamiento de vinaza con extracción con solvente acoplado

---

|                         |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                |
|-------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Benavides et al. (2015) | <p>Acople extracción con alcohol, electrodisolución-floculación y blanqueamiento. La remoción de las melanoidinas fue determinada por extracción con etanol, seguido de un proceso de electrodisolución-floculación y una oxidación con peróxido de hidrógeno.</p> <p>Se obtuvieron reducciones de sólidos totales (97%), sólidos totales volátiles (99%), sólidos suspendidos totales (95%), sólidos suspendidos volátiles (93%), dureza total (93%), fenoles (99%), nitrógeno total (87%) y una disminución de la conductividad en un 86% con respecto al valor inicial.</p> |
|-------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|

---

La electrocoagulación ha mostrado algunas ventajas sobre los tratamientos convencionales, como bajo costo, remoción de color y su simple operación, por estas razones, las aplicaciones e investigaciones sobre el tema han aumentado en los últimos años (Cardona et al., 2013).

## 6.2 Tratamiento de lodos

En cuanto al manejo del lodo resultante de los tratamientos de vinaza, Becerra (2014) propone caracterizar fisicoquímicamente el lodo obtenido en la etapa de sedimentación del tratamiento de vinaza para establecer su potencial contaminante y posibles aplicaciones en procesos de compostaje. Lorenzo et al., (2015), proponen que el lodo proveniente de tratamiento de digestión anaerobia (lodo microbiológico) sea utilizado en la agricultura como acondicionador de suelos.

Por otro lado, un estudio realizado en la Universidad del Valle por García & Marriaga (2014) para el tratamiento de vinazas producidas por la industria licorera de Caldas, mediante una planta piloto de la tecnología Electroflux (producción electroquímica de hierro como coagulante y posterior floculación, Patente No 20130153509), presentó una disminución del 99% en la turbiedad y 74% en la DQO. De la etapa de floculación se obtuvieron lodos con alto contenido de carga orgánica y de potasio, cerca de 19 g/L en carbono orgánico oxidable y cerca de 1 g/L como  $K_2O$ , en este caso se propone utilizar el lodo como enmienda orgánica para suelos.

Botero & Ramírez (2017) evaluaron a nivel exploratorio la cantidad y la calidad de los lodos generados como subproducto de la aplicación del proceso de electroflux a lixiviados, los resultados descartan la posibilidad de ser aprovechado como acondicionador de suelos por que

presenta concentraciones bajas de materia orgánica y Nitrógeno. Colomer et al., (2010), analizó lodos digeridos procedentes de depuradoras de aguas residuales y estudió la viabilidad para usarse como fertilizante o como combustible. Para determinar el poder fertilizante se llevaron a cabo mediciones de análisis elemental (C, H, O, N y S) además del contenido de carbono orgánico asimilable, metales pesados, PO<sub>4</sub> y potasio. El poder calorífico inferior y el contenido en cenizas se determinó para evaluar la posibilidad de recuperación energética

En este contexto se ha demostrado la gama de tratamientos realizados para reducir el potencial contaminante de la vinaza, al igual que estudios económicos para valorizar los subproductos generados en las destilerías (Primero, 2010; Velásquez et al., 2000). No obstante, no se han explorado alternativas en cuanto el manejo, disposición y tratamiento de lodos de vinaza subproducto del tratamiento con el objetivo de ofrecer alternativas de manejo y establecer la valorización de los mismos.

## **7. METODOLOGÍA**

Las muestras de vinaza se obtuvieron de una destilería de alcohol localizada en el departamento del Valle del Cauca que utiliza como materia prima mieles de la caña y jugos diluidos fermentados. Las muestras de vinaza se tomaron del fondo de la columna despojadora y se colectaron en los siguientes fechas 4 de octubre de 2017, 5 de diciembre de 2017, 8 de febrero de 2018, 13 de abril de 2018 y 4 de mayo de 2018 (Muestras 1, 2, 3, 4 y 5 respectivamente). Todas las muestras se almacenaron refrigeradas a 4° C para su conservación (APHA et a., 2012). El trabajo se realizó en las siguientes etapas:

1. Caracterización de la vinaza cruda
2. Proceso de tratamiento electrolítico
  - Tratamiento electrodisolución de hierro y heterocoagulación a la vinaza cruda
  - Caracterización del líquido generado en el tratamiento electrodisolución de hierro y heterocoagulación
3. Proceso de extracción con solvente
  - Caracterización del líquido generado en el proceso extracción con solvente
4. Caracterización del lodo

## 5. Calidad y valorización del lodo

### 7.1 Caracterización de la vinaza cruda

Las muestras de vinaza fueron caracterizadas determinando los siguientes parámetros fisicoquímicos: demanda química de oxígeno (DQO), pH, Carbono Orgánico Total (COT), sólidos suspendidos totales (SST), sólidos totales (ST), Sólidos volátiles totales (SVT), sólidos suspendido volátiles (SSV), conductividad y dureza total siguiendo los métodos estándar para análisis de aguas y aguas residuales (APHA et al., 2012).

- Los sólidos totales y los sólidos suspendidos se determinaron por gravimetría mediante evaporación a 105° C los sólidos volátiles totales y suspendidos volátiles se determinaron por gravimetría mediante incineración de los sólidos totales y suspendidos a 550 °C según el método APHA 2540 E. (mufla terrígeno D8 y horno de secado Binder modelo 56)
- La demanda química de oxígeno se determinó siguiendo el protocolo APHA 5220 D, de reflujo cerrado por determinación colorimétrica. Se utilizó un reactor DQO Hanna instruments modelo HI839800 que opera a 105±2° C para la digestión de la muestra en tubos de vidrio de borosilicato con tapa rosca. El volumen de reacción fue 7,5 mL compuesto por 2,5 mL de la muestra problema, 1,5 mL de solución de dicromato de potasio y 3,5 mL de solución catalizadora (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado/HgSO<sub>4</sub>). Las determinaciones se realizaron por lectura de la absorbancia de la muestra digerida en un espectrofotómetro Marca Milton Company (Spectronic 20) con longitudes de onda de luz en el rango de 340 nm a 950 nm.
- Para cuantificar el pH y conductividad se empleó un equipo multiparametro Thermo Scientific Orion Star-A329 a temperatura media de 26° C APHA 2510.
- Para el cálculo de la dureza total se empleó una solución buffer de amonio y una titulación con una solución de EDTA 0,01 M utilizando como indicador negro de eriocromo T. El volumen empleado de solución EDTA en cada alícuota se anota, y posteriormente se calcula el volumen promedio de EDTA requerido para la titulación teniendo en cuenta la dilución realizada APHA 2340.

- Para el cálculo de carbono orgánico total se emplearon diluciones y la lectura se realizó en un analizador de carbono ASI-V shimadzu.

## 7.2 Proceso de tratamiento electrolítico

**7.2.1 Tratamiento electrodisolución de hierro y heterocoagulación a la vinaza cruda.** Para la electrodisolución se empleó un ensamble de electrodos verticales conformado por placas de acero de 9 cm de alto por 6 cm de ancho y 1 mm de espesor, una fuente de corriente BK presicion 1786B y un inversor de polaridad para realizar una limpieza in situ de la línea de electrodos. El tiempo de electrodisolución se calculó teniendo en cuenta la relación carga/corriente y el volumen de vinaza tratada fue de 350 mL. Para la electrodisolución heterocoagulación se procesaron 4 muestras debido a un accidente que hizo perder muestra.

Después de la electrodisolución, se forman coágulos muy pequeños es por ello que se realiza la floculación, la cual se llevó a cabo mediante el ajuste de pH a 11.5 unidades con una solución de cal comercial al 35 %; previa dilución de la muestra en proporción 1:1 con agua. Para la sedimentación de los coágulos formados anteriormente se adicionó polímero de poliacrilamida aniónico PAM a máxima revolución 1000 RPM y gradualmente se redujo a 150 RPM durante 5 minutos –PAM en relación 0.5 mL por cada 100 mL de muestra a flocular (Marriaga, 2013).

Posterior, la muestra se deja en reposo por un tiempo de 1 hora para permitir la sedimentación del lodo, finalmente, es filtrada con un filtro cualitativo. Las condiciones de operación establecidas en el proceso se presentan en la Tabla 5.

Tabla 5. Condiciones del proceso de electrodisolución – heterocoagulación

| Parámetro                                          | Valor |
|----------------------------------------------------|-------|
| Densidad de corriente (mA cm <sup>-2</sup> )       | 1.0   |
| Cambio de polaridad (minutos)                      | 3     |
| Densidad volumétrica de carga (C L <sup>-1</sup> ) | 1000  |
| Área anódica (cm <sup>2</sup> )                    | 108   |
| Corriente eléctrica (A)                            | 0.15  |
| Concentración PAM (ppm)                            | 10    |
| Velocidad heterocoagulación (rpm)                  | 150   |

El lodo obtenido en el tratamiento electrodisolución-heterocoagulación de las muestras 1,3 4 y 5 es separado, secado y pesado para reportar el contenido de lodo removido después del tratamiento. Para hallar la cantidad de calcio presente en el lodo se hace una aproximación mediante un balance, para ello se tiene en cuenta la dureza de la vinaza cruda, la dureza en la vinaza después de la electrodisolución- heterocoagulación y los gramos de calcio adicionados.

**7.2.2 Caracterización del líquido generado en el tratamiento electrodisolución de hierro y heterocoagulación.** Después de realizar el tratamiento electrolítico (electrodisolución de hierro y heterocoagulación) se llevó a cabo un seguimiento de las muestras para evaluar la eficiencia del proceso con la medición de parámetros fisicoquímicos siguiendo los métodos estándar para análisis de aguas y aguas residuales (APHA et al., 2012), los resultados fueron analizados teniendo en cuenta la carga eléctrica aplicada y los valores de los parámetros de la vinaza cruda, esto se realiza con el fin de buscar un indicador común para estandarizar los resultados (parámetros de vinaza cruda diferentes entre muestras).

### **7.3 Proceso de extracción con solvente**

A todas las muestras de vinaza cruda se les realizó extracción con solvente; la extracción se realizó con etanol al 96% de acuerdo con los resultados obtenidos en el estudio de Benavidez et al., (2015). En este proceso se mezcló un volumen 1:1 de etanol al 96% con la vinaza como se presenta en la Figura 4. La mezcla se agitó y se dejaron decantar los sólidos aproximadamente durante 2 horas, posterior a esto, la mezcla se filtró en embudos con filtro cualitativo, el lodo resultante se secó a una temperatura de 105° por aproximadamente 2 horas. El lodo fue recolectado para el posterior análisis de conductividad eléctrica, humedad, contenido de cenizas, análisis elemental, capacidad de intercambio catiónico, poder calorífico, cenizas, relación carbono/ nitrógeno, nitrógeno orgánico, calcio, magnesio, fósforo asimilable, hierro, zinc, sodio nitrógeno amoniacal.

La separación del etanol se llevó a cabo a escala piloto mediante un proceso de destilación con el fin de emplear nuevamente el solvente, las condiciones de operación fueron: temperatura rehervidor: 100°C, perfil de temperatura: aproximadamente 70°C y alimentación: 1L/m precalentado a 50°C), para la caracterización, la separación se realizó a escala de laboratorio en el roto evaporador debido a que se obtiene alcohol con mayor grado alcohólico (condiciones:

presión: 22,3" de mercurio a una temperatura de 50°C); la proporción etanol-vinaza se recalculó con base a la medición del grado alcohólico del solvente recuperado.

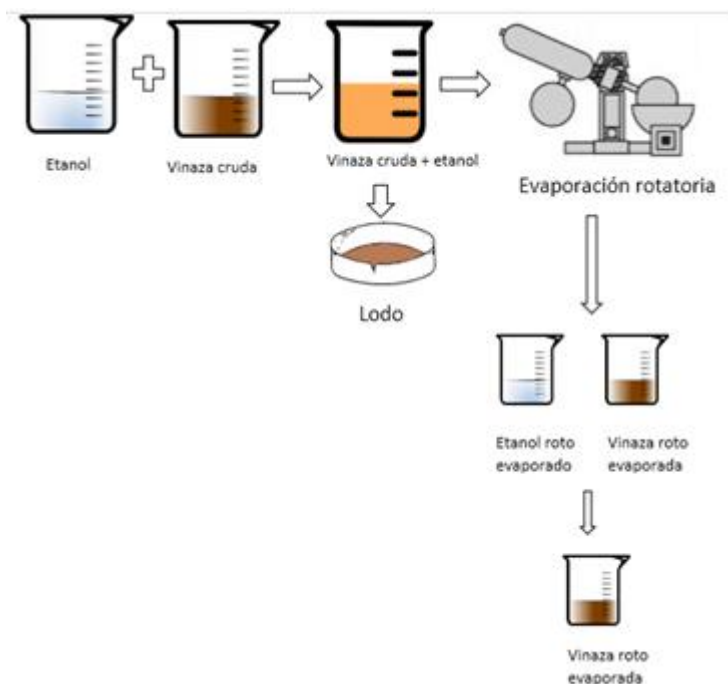


Figura 4. Extracción con solvente

Debido a que las muestras son diferentes (parámetros iniciales distintos) se evaluaron los resultados de reducción de contaminantes empleando una estrategia de análisis con indicadores y no con valores absolutos, para la electrodisolución se tuvo en cuenta la carga eléctrica aplicada y los valores de los parámetros de la vinaza cruda ((C/L)/ g DQO cruda) versus remoción; para la extracción con solvente se tuvo en cuenta la cantidad de etanol adicionada (g de etanol/ g DQO cruda) versus remoción, esto con el fin de buscar un indicador común para estandarizar los resultados.

#### 7.4 Caracterización del lodo

El lodo generado en las cuatro extracciones con etanol se mezcló homogéneamente y se realizó un cuarteo para obtener una muestra representativa. La operación de cuarteo se realizó de la siguiente manera: Se hizo una circunferencia lo más uniforme posible con todos los lodos en la siguiente cantidad: Muestra 1, Muestra 2, Muestra 4 y Muestra 5 cada una de 230 g y para la Muestra 3 fueron 224 g (1144 g total), de ésta muestra se extrajeron dos cuartos, la operación se

repitió sacando nuevamente dos cuartos sucesivamente hasta poder tener una muestra representativa como se ilustra en la Figura 5 (Rendón, 2010).

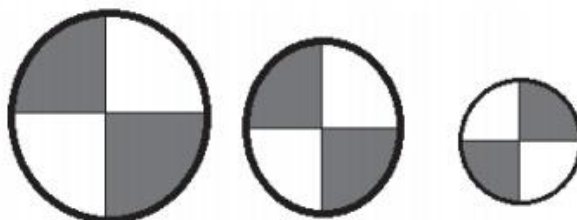


Figura 5. Cuarteo realizado a lodos resultantes de extracción

Posterior al cuarteo se realizaron mediciones de parámetros fisicoquímicos y biológicos siguiendo los métodos estándares ASTM D (ASTDM, 2004), APHA (APHA et al., 2012) y NTC de fertilizantes (ICONTEC, 2011) (Ver Tabla 6), las mediciones para valorización energética fueron Humedad total, materia volátil, cenizas, carbono fijo, poder calorífico superior e inferior, azufre, carbono, nitrógeno, hidrogeno y oxígeno. Para valorizar como enmienda orgánica se midieron parámetros como Coliformes fecales, salmonella, huevos de helmintos, pH, conductividad eléctrica, retención de humedad, perdidas por volatilización, capacidad de intercambio catiónico, relación carbono/nitrógeno, fósforo, potasio, calcio, magnesio, hierro, cobre, zinc, boro, sodio y silicio.

Tabla 6. Métodos Estándar de parámetros fisicoquímicos

| <b>Parámetro</b> | <b>Método analítico ASTM D</b> | <b>Parámetro</b>          | <b>Método analítico ASTM D</b> | <b>Parámetro</b>                | <b>Método analítico NTC 5167</b> |
|------------------|--------------------------------|---------------------------|--------------------------------|---------------------------------|----------------------------------|
| Humedad total    | 3302                           | Nitrógeno                 | 5373                           | Carbono orgánico oxidable total | Walkley-Black                    |
| Materia volátil  | 3175                           | Oxígeno                   | 5373                           | Azufre Total                    | Turbidemétrico                   |
| Cenizas          | 3174                           | Azufre                    | 4239                           | Hierro Total                    | Absorción Atómica                |
| Carbón fijo      | 3172                           | Poder calorífico superior | 5865                           | Manganeso Total                 | Absorción Atómica                |
| Carbono          | 5373                           | Poder calorífico superior | 5865                           | Cobre Total                     | Absorción Atómica                |
| Hidrogeno        | 5373                           | Poder calorífico inferior | 4239                           | Zinc Total                      | Absorción Atómica                |

Al lodo se le realizó análisis termogravimétrico con el fin de estudiar las reacciones de descomposición de celulosa, hemicelulosa, lignina y pequeñas cantidades de otras sustancias como extractables y cenizas, así como la influencia de la temperatura y velocidad de calentamiento en el desarrollo de las reacciones de descomposición térmica y los mecanismos de reacción (Penedo, 2016).

### 7.5 Calidad y valorización del lodo

Los resultados obtenidos se analizaron teniendo como base los requerimientos normativos colombianos e internacionales para uso agrícola como enmienda orgánica al igual que se establecieron posibles valorizaciones de este lodo. Las normas colombianas que se tuvieron en cuenta fueron el Decreto 1287 del 2014, La norma técnica colombiana NTC 5167 del 2011. La Tabla 7 presenta lo valores admitidos por requerimientos normativos nacionales.

Tabla 7. Valores admitidos normativa nacional para uso de biomasa como enmienda orgánica

| Contaminante                  | Decreto 1287 del 2014 |                     | NTC 5167 del 2011 |
|-------------------------------|-----------------------|---------------------|-------------------|
|                               | Categoría             |                     |                   |
|                               | A                     | B                   |                   |
| Mercurio<br>(mg/kg)           | 10                    | 20                  | 17                |
| Plomo<br>(mg/kg)              | 300                   | 400                 | 300               |
| Coliformes Fecales<br>(UFC/g) | <1 *10 <sup>3</sup>   | <2* 10 <sup>6</sup> | < 1000            |
| Huevos de helmintos           | <1                    | <10                 | No regulado       |
| Salmonella sp.                | Ausencia              | <1 *10 <sup>3</sup> | Ausencia          |

Fuente: Colombia (Decreto 1287 de 2014), NTC 5167 del 2011

Las normas internacionales que se tuvieron en cuenta fueron la norma de la USEPA 40CFR-503PC- EQ/ 1993 y la norma de la unión Europea 86/278/CEE. La Tabla 8 presenta lo valores admitidos por requerimientos normativos internacionales mencionados anteriormente.

Tabla 8. Valores admitidos normativa internacional para uso de biomasa como enmienda orgánica.

| Contaminante               | EPA 40CFR-503 PC-EQ |                      | Unión Europea 86/278/CEE |
|----------------------------|---------------------|----------------------|--------------------------|
|                            | Categoría           |                      |                          |
|                            | A                   | B                    |                          |
| Mercurio (mg/kg)           | 17                  | 17                   | 16-25                    |
| Plomo (mg/kg)              | 300                 | 300                  | 750-1.200                |
| Coliformes Fecales (UFC/g) | <1*10 <sup>3</sup>  | <2 x 10 <sup>6</sup> | No regulado              |
| Huevos de helmintos        | 1/4                 | 1/4                  | No regulado              |
|                            | HH/g                | HH/g                 |                          |

Fuente: E.U. E.P.A (Norma 503-40CFR/2003), U.E 86/278/CEE

Por otra parte, se revisaron los posibles usos del lodo como materia prima para un proceso de pirólisis y la generación de compuestos orgánicos de mayor valor agregado. Para ello se analizó el lodo mediante la determinación de poder calorífico inferior, contenido de humedad y contenido de cenizas debido a que el grado de degradación en la pirólisis depende de la composición de la materia prima, de la estructura molecular de los compuestos y del tipo.

## 8. RESULTADOS Y ANÁLISIS

Las muestras de vinaza cruda se tomaron del fondo de la columna despojadora de una destilería localizada en el Valle del Cauca y se colectaron en el periodo comprendido entre 4 de octubre de 2017 y el 4 de mayo de 2018 durante 5 jornadas de muestreo cuyas muestras se identificaron como muestras 1, 2, 3, 4 y 5. Después de ser colectadas las muestras, se caracterizaron y se trataron.

### 8.1 Caracterización fisicoquímica de la vinaza cruda

La vinaza cruda se caracterizó fisicoquímicamente con parámetros como: demanda química de oxígeno (DQO), carbono orgánico total (TOC), entre otros. Los resultados de los análisis fisicoquímicos se presentan en la Tabla 9, donde se presenta el promedio.

Tabla 9. Parámetros fisicoquímicos de las muestras de vinaza cruda

| Parámetro     | Unidades                                | Muestra 1 | Muestra 2 | Muestra 3 | Muestra 4 | Muestra 5 | Promedio |
|---------------|-----------------------------------------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|----------|
| pH            | Unidades                                | 4,66      | 4,54      | 4,46      | 4,4       | 5,05      | -        |
| Conductividad | mScm <sup>-1</sup>                      | 9,865     | 11,74     | 15,27     | 23,42     | 9,211     | -        |
| DQO           | mg O <sub>2</sub> L <sup>-1</sup>       | 101.120   | 111.497   | 67.854    | 129.191   | 61.426    | 94.218   |
| TOC           | mg L <sup>-1</sup>                      | 19.454    | 20.880    | 52.240    | 58.500    | 32.340    | 36.683   |
| ST            | mg L <sup>-1</sup>                      | 73.900    | 80.066    | 88.480    | 105.246   | 61.626    | 81.864   |
| SVT           | mg L <sup>-1</sup>                      | 53.326    | 58.353    | 55.060    | 76.168    | 51.520    | 58.885   |
| SST           | mg L <sup>-1</sup>                      | 540       | 3.850     | 6.700     | 9.700     | 5.600     | 5.278    |
| SSV           | mg L <sup>-1</sup>                      | 300       | 2.350     | 1.300     | 3.100     | 3.700     | 2.150    |
| SDT           | mg L <sup>-1</sup>                      | 70.360    | 76.216    | 81.780    | 95.546    | 56.026    | 75.986   |
| Dureza total  | mg<br>CaCO <sub>3</sub> L <sup>-1</sup> | 27.024    | 35.031    | 45.040    | 40.036    | 30,027    | 29.432   |
| Fenoles       | mg L <sup>-1</sup>                      | 1,37      | 1,71      | 1,12      | 1,74      | 1,13      | 1,41     |

De acuerdo con los resultados presentados en la Tabla 9, las muestras de vinaza cruda presentan un pH ácido entre 4,4- 5,05 unidades, valores similares a los reportados en la literatura (4-5 unidades) (Isaza et al., 2011). Por otra parte, la conductividad presentó valores entre 9,8-23,42 mS/cm, la muestra 4 presento valores ligeramente superiores a los reportados por otros autores (15-16 ms/cm) (Marriaga, 2013) lo que nos indica baja cantidad de fracción mineral representada en sales. Con respecto al contenido de materia orgánica, las muestras presentaron valores de DQO entre 61.426 y 129.191 mg O<sub>2</sub> L<sup>-1</sup>, similares a los reportados por Zayas et al., 2007 (entre 70.000 y 120.000 mg O<sub>2</sub> L<sup>-1</sup>), estos son superiores a los admitidos por normas de por ello las industrias de etanol deben dar un buen manejo a este subproducto.

Las muestras presentaron un alto contenido de sólidos totales (entre 61.626 y 105.246 mg/L), alto contenido de sólidos volátiles totales (51.520- 76.168 mg/L) y sólidos suspendidos totales entre 540- 9.700 mg/L, los primeros coinciden con los encontrados en la literatura, mientras que los segundos son más altos que los que presenta la literatura (entre 6.000- 22.000 mg/l), y los terceros, son más bajos que los encontrados comúnmente (entre 8.000- 22.000). La mayoría de sólidos totales se encuentran en forma disuelta y la relación SSV/SST (0,61-0,55) señala una elevada concentración de biomasa. La dureza total presentó valores entre 27.024-45.040 mg CaCO<sub>3</sub>/l, por lo cual se puede concluir que la vinaza posee una gran cantidad de iones de calcio y magnesio. Los parámetros evaluados a las muestras, reflejan variabilidad en su caracterización

indicando que cada muestra de vinaza es diferente; esto debido a que en la destilería se emplean diferentes materias primas para la fermentación: mieles, jugo, melaza o una mezcla diluida.

## **8.2 Tratamientos aplicados a la vinaza**

En esta etapa experimental a la vinaza cruda se le aplican dos tratamientos: el primero electrodisolución-heterocoagulación y el segundo extracción con solvente, este último tratamiento se evalúa con miras a optimizar la remoción de sólidos.

**8.2.1 Tratamiento electrodisolución-heterocoagulación.** Antes y después del tratamiento de electrodisolución–heterocoagulación se realizó la caracterización de la vinaza. La Tabla 10 presenta la caracterización de la vinaza tratada (T) con electrodisolución-heterocoagulación y la caracterización de la vinaza cruda (C), los parámetros presentados son: ST, SVT, SST, SSV, pH, conductividad, TOC, DQO y dureza, de igual manera se presenta la desviación estándar de las muestras ( $\sigma$ ).

Tabla 10. Caracterización de las muestras de vinaza después de electrodisolución-heterocoagulación

| Parámetro     | Unidades                             | Muestra 1 |         |             |          | Muestra 3 |         |             |          | Muestra 4 |         |             |          | Muestra 5 |         |             |          |
|---------------|--------------------------------------|-----------|---------|-------------|----------|-----------|---------|-------------|----------|-----------|---------|-------------|----------|-----------|---------|-------------|----------|
|               |                                      | Cruda     | Tratada | % reducción | $\sigma$ | Cruda     | Tratada | % reducción | $\sigma$ | Cruda     | Tratada | % reducción | $\sigma$ | Cruda     | Tratada | % reducción | $\sigma$ |
| pH            | Unidades                             | 4,66      | 11,32   | -           | -        | 4,46      | 12,10   | -           | -        | 4,4       | 11,4    | -           | -        | 5,05      | 11,32   | -           | -        |
| Conductividad | mScm <sup>-1</sup>                   | 9,865     | 13,10   | -           | -        | 15,27     | 18,072  | -           | -        | 23,42     | 24,30   | -           | -        | 9,211     | 11,713  | -           | -        |
| DQO           | mg O <sub>2</sub> L <sup>-1</sup>    | 50.560    | 56.675  | -           | ±0,02    | 33.927    | 30.319  | 10          | ±0,00    | 64.595    | 72.730  | -           | ±0,02    | 30.713    | 24.294  | 20          | ±0,00    |
| COT           | mg L <sup>-1</sup>                   | 9.727     | 16.052  | -           | ±0,09    | 26.120    | 20.094  | 23          | ±0,03    | 29.250    | 44.610  | -           | ±0,06    | 16.170    | 12.526  | 24          | ±0,03    |
| ST            | mg L <sup>-1</sup>                   | 36.950    | 35.690  | 3           | ±0,01    | 44.240    | 37.413  | 15          | ±0,00    | 52.623    | 18.150  | 65          | ±0,00    | 30.813    | 26.796  | 13          | ±0,00    |
| SVT           | mg L <sup>-1</sup>                   | 26.663    | 21.596  | 19          | ±0,01    | 27.530    | 16.880  | 38          | ±0,00    | 38.084    | 12.743  | 66          | ±0,01    | 25.760    | 23.574  | 8           | ±0,00    |
| SST           | mg L <sup>-1</sup>                   | 270       | 248     | 8           | ±0,00    | 3.350     | 322     | 90          | ±0,00    | 4.850     | 475     | 90          | ±0,01    | 2.800     | 345     | 87          | ±0,00    |
| SSV           | mg L <sup>-1</sup>                   | 150       | 125     | 16          | ±0,2     | 650       | 183     | 71          | ±0,00    | 1.550     | 377     | 75          | ±0,02    | 1.850     | 64      | 96          | ±0,00    |
| SDT           | mg L <sup>-1</sup>                   | 35.180    | 35.128  | -           | ±0,02    | 40.890    | 37.091  | 9           | ±0,00    | 47.773    | 17.675  | 63          | ±0,00    | 28.013    | 26.451  | 5           | ±0,00    |
| Dureza total  | mg CaCO <sub>3</sub> L <sup>-1</sup> | 13.512    | 30.027  | -           | ±0,00    | 22.520    | 55.050  | -           | ±0,00    | 20.078    | 50.045  | -           | ±0,00    | 15.013    | 40.036  | -           | ±0,00    |

$\sigma$ : desviación estándar

De acuerdo con los resultados presentados en la Tabla 10 el proceso de heterocoagulación mostró reducciones de COT entre 23%- 24%, SST entre 8%-90%, por este motivo se puede decir que este tratamiento electrolítico puede emplearse como un pretratamiento de vinazas.

Como se evidencio en la Tabla 10 algunos parámetros aumentaron específicamente la DQO y COT de las muestras 1 y 4, es decir la dilución no tuvo efecto positivo en la disminución de estos valores. En el estudio realizado por Marriaga, (2013) se observa que la dilución incrementaría el potencial zeta de las partículas del hidróxido de calcio debido a la relajación de la doble capa, lo que mejora su dispersión y su capacidad de adsorción. Sin embargo, también solubiliza y dispersa las especies de hierro que serían las encargadas de promover la heterocoagulación a través del mecanismo de puente químico. La coexistencia de estos efectos antagónicos causaría que la reducción de algunos parámetros no fuera elevada con la dilución. También es necesario considerar errores en la medición tales como escape de muestra en el filtrado y días de medición.

**8.2.1.1 Efecto de la carga eléctrica.** Los resultados obtenidos en la Tabla 10 fueron analizados teniendo en cuenta la carga eléctrica aplicada y los valores de los parámetros de la vinaza cruda, esto se realiza con el fin de buscar un indicador común para estandarizar los resultados.

La carga eléctrica suministrada a la vinaza no tuvo gran influencia en la reducción de los sólidos disueltos totales, sólidos totales, sólidos suspendidos volátiles y sólidos volátiles totales (remociones que varían entre el 8% y el 90% para SST, comportándose diferente para cada tipo de muestra lo cual se refleja en una obtención variable de lodo), posiblemente debido a que algunas muestras de vinaza tenían más levadura, lo que influye directamente en la cantidad de sólidos presentes; Becerra, (2014) afirma que la vinaza posee gran cantidad de levadura residual y complejos orgánicos producidos en la fermentación. Por otra parte, se concluyó que la carga eléctrica alcanza un máximo efecto positivo en la reducción de sólidos, y posteriormente no produce cambio, es decir los iones metálicos liberados desestabilizan las partículas coloidales y al adicionar más carga al proceso no se logran más reducción, efectos similares encontrados en el estudio de Puenguenán & Segura, 2014. Los resultados mostraron que la carga eléctrica tuvo un efecto positivo respecto a la reducción del contenido materia orgánica oxidable para las muestras M3 y M5 (el aumento de carga favorece la reducción de la DQO (Ge et al., 2004)) Figura 6.

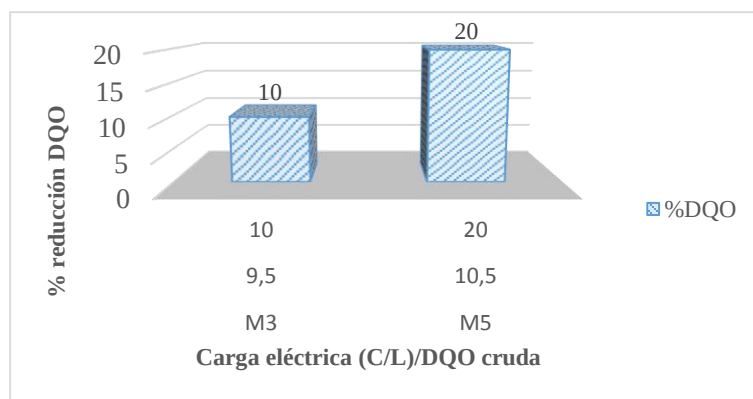


Figura 6. Reducción de DQO respecto al indicador carga eléctrica/DQO cruda

La carga eléctrica presentó influencia sobre la reducción de carbono orgánico total en las muestras M3 y M5; mientras para las muestras M1 y M4 no se presentó reducción. la Figura 7 presenta la remoción de carbono orgánico total en función de la carga eléctrica de las muestras 3 y 5.

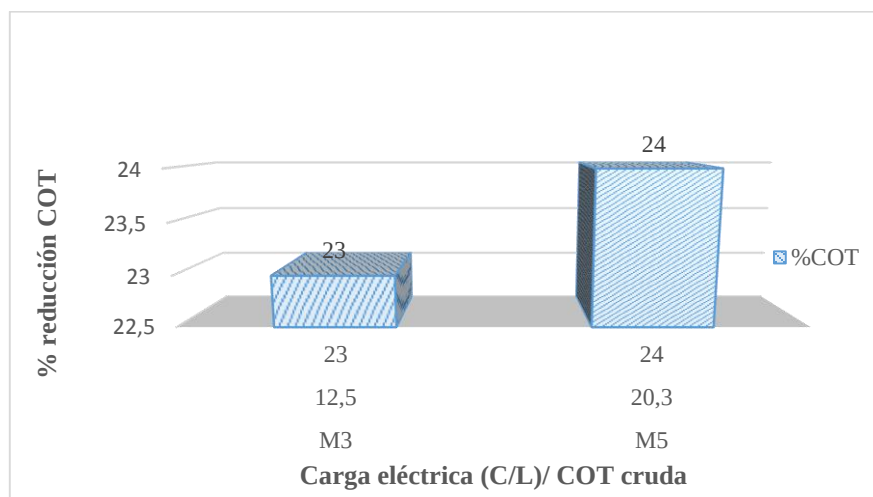


Figura 7. Reducción de COT respecto al indicador carga eléctrica/COT cruda

La electrodisolución heterocoagulación forma una serie de especies coagulantes y de metales hidróxidos que desestabilizan las partículas suspendidas o precipitan los contaminantes disueltos, es por ello que uno de los parámetros de reducción importantes al momento de analizar el desempeño de la operación son los sólidos suspendidos totales; la Figura 8 presenta los resultados de reducción de los sólidos suspendidos totales donde se aprecia que la muestras

crudas con mayor valor de SST presentan altos porcentajes de reducción (3,4 y 5), mientras la muestra M1 presenta una baja remoción esto principalmente es debido a que la muestra cruda presentaba un valor de SST más bajo que las M3, M4 y M5.

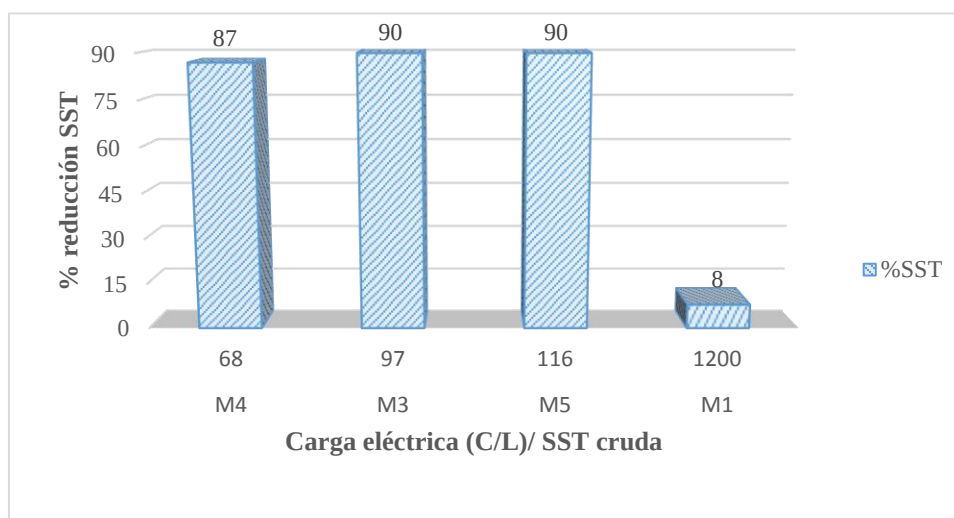


Figura 8. Reducción de SST respecto al indicador carga eléctrica/SST cruda

**8.2.1.2 Lodo generado en el tratamiento electrodisolución-heterocoagulación.** El lodo obtenido en el tratamiento electrodisolución-heterocoagulación de las muestras 1,3 4 y 5 es separado, seco y pesado para reportar el contenido de lodo removido después del tratamiento (Ver Tabla 11).

Tabla 11. Lodo obtenido en la electrodisolución heterocoagulación

|                         | Muestra 1 | Muestra 3 | Muestra 4 | Muestra 5 |
|-------------------------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| Gramos de lodo obtenido | 4,7 g     | 5,6 g     | 10,9 g    | 5,7 g     |

Por los resultados obtenidos en la electrodisolución heterocoagulación (ítem 8.2.1) y debido a la baja cantidad de lodo removido como consecuencia de los cambios sufridos en el proceso de etanol anhidro (calcio en el lodo entre 3-13%) que se evidencian en las características de la vinaza (menores concentraciones de sólidos totales y sólidos suspendidos totales en la vinaza comparado con años anteriores), se decidió obtener y valorizar el lodo producto de la extracción con solvente.

Los cambios en la producción de etanol anhidro han sido ocasionados por cuenta de la libre importación de etanol, especialmente de los Estados Unidos. Respecto a lo precios, el etanol que ingresa al mercado colombiano cuenta con el subsidio del Gobierno de los Estados Unidos por ende es más económico (El País, 2017). Debido a la reducción en la demanda de alcohol, las destilerías han reducido la producción o diluyen los afluentes de las columnas, por esta razón las características de la vinaza producida han cambiado respecto a años anteriores y el proceso electrodisolución heterocoagulación no presentó el mismo desempeño reportado en estudios previos.

**8.2.2 Proceso de extracción con etanol.** En la Figura 9 se muestra la extracción con etanol, donde se realizaron ensayos con las diferentes muestras de vinaza Muestra 1, Muestra 2, Muestra 3, Muestra 4 y Muestra 5 obteniendo un lodo con características muy consistentes (forma, olor, textura y color). Para caracterizar la vinaza después de la extracción se realizó evaporación rotatoria recuperando etanol en grados de alcohol entre el 80% y el 75%.

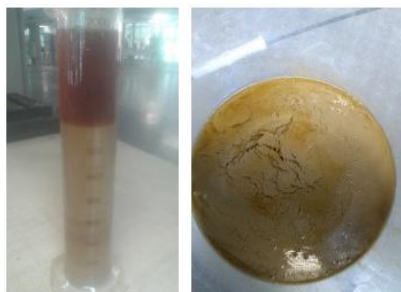


Figura 9. Extracción de lodos con etanol.

Las muestras de vinaza cruda como se mencionó en el ítem 8.1 presentaron un alto contenido de sólidos totales (entre 70.000 y 128.000mg/L), alto contenido de sólidos suspendidos totales entre 450- 10.700 mg/L, la totalidad se encuentran en forma disuelta; lo que es beneficioso para la extracción, porque se desnaturalizan y precipitan en su gran mayoría los sólidos presentes.

La vinaza obtenida en este tratamiento (T2) es caracterizada de acuerdo con los parámetros fisicoquímicos anteriormente mencionados, igualmente se presenta la desviación estándar y el porcentaje de reducción en términos de ST, SVT, SST, SSV, pH, conductividad, TOC, DQO y dureza (Ver Tabla 12).

Tabla 12. Caracterización de las muestras de vinaza después de extracción con etanol

| Parámetro     | Unidades                             | Muestra 1 |         |             | Muestra 2 |         |             | Muestra 3 |         |             | Muestra 4 |         |             | Muestra 5 |         |             |
|---------------|--------------------------------------|-----------|---------|-------------|-----------|---------|-------------|-----------|---------|-------------|-----------|---------|-------------|-----------|---------|-------------|
|               |                                      | Cruda     | Tratada | % reducción | Cruda     | Tratada | % reducción | Cruda     | Tratada | % reducción | Cruda     | Tratada | % reducción | Cruda     | Tratada | % reducción |
| pH            | Unidades                             | 4,66      | 4,67    | -           | 4,54      | 4,74    | -           | 4,46      | 5,02    | -           | 4,4       | 4,44    | -           | 5,05      | 5,02    | -           |
| Conductividad | mScm <sup>-1</sup>                   | 9,86      | 5,89    | 40          | 11,74     | 6,79    | 42          | 15,27     | 5,38    | 64          | 23,42     | 16,37   | 30          | 9,21      | 5,380   | 41          |
| DQO           | mg O <sub>2</sub> L <sup>-1</sup>    | 101.120   | 411.226 | -           | 111.497   | 366.078 | -           | 67.854    | 332.645 | -           | 129.191   | 399.603 | -           | 61.426    | 363.747 | -           |
| TOC           | mg L <sup>-1</sup>                   | 19.454    | 165.833 | -           | 20.880    | 165.450 | -           | 52.240    | 178.050 | -           | 58.500    | 250.900 | -           | 32.340    | 176.650 | -           |
| ST            | mg L <sup>-1</sup>                   | 73.900    | 15.626  | 78          | 80.066    | 12.206  | 84          | 88.480    | 19.340  | 78          | 105.246   | 13.186  | 87          | 61.626    | 18.106  | 70          |
| SVT           | mg L <sup>-1</sup>                   | 53.326    | 13.113  | 75          | 58.353    | 10.693  | 81          | 55.060    | 12.460  | 77          | 76.168    | 9.233   | 87          | 51.520    | 11.693  | 77          |
| SST           | mg L <sup>-1</sup>                   | 540       | 110     | 79          | 3.850     | 213     | 94          | 6.700     | 250     | 96          | 9.700     | 280     | 97          | 5.600     | 226     | 95          |
| SSV           | mg L <sup>-1</sup>                   | 300       | 60      | 80          | 2.350     | 53      | 97          | 1.300     | 54      | 95          | 3.100     | 250     | 91          | 3.700     | 56      | 98          |
| SDT           | mg L <sup>-1</sup>                   | 70.360    | 15.516  | 77          | 76.216    | 11.993  | 84          | 81.780    | 19.090  | 76          | 95.546    | 12.906  | 86          | 56.026    | 17.880  | 68          |
| Dureza total  | mg CaCO <sub>3</sub> L <sup>-1</sup> | 27.024    | 10.009  | 62          | 35.031    | 5.004   | 85          | 45.040    | 20.018  | 55          | 40.036    | 15.013  | 62          | 30.027    | 14.012  | 53          |
| Fenoles       | mg L <sup>-1</sup>                   | 1,37      | 0,89    | 35          | 1,71      | 0,81    | 52          | 1,12      | 1,03    | 8           | 1,74      | 1,56    | 10          | 1,13      | 0,61    | 46          |

El valor obtenido en la DQO y COT de la vinaza sometida al proceso de extracción se encuentra incluido el aporte del etanol, por lo tanto no se pueden reportar valores de remoción positivos, el proceso de roto evaporación no permite remover completamente el etanol adicionado al 96% (etanol recuperado entre 80%-75%) por lo que los valores de DQO y COT siempre aumentan.

Los resultados obtenidos en la Tabla 12 fueron analizados teniendo en cuenta los gramos de etanol al 96% empleado y los valores de los parámetros de la vinaza cruda, esto se realiza con el fin de buscar un indicador común para estandarizar los resultados.

Los sólidos suspendidos totales, sólidos volátiles totales, sólidos disueltos totales, sólidos suspendidos volátiles presentaron reducciones entre 70% y 98%, por otra parte la reducción de dureza total en la extracción con solvente presenta valores entre 53% y 85% logrando un efecto positivo en el manejo final de las vinazas debido a que reduce incrustaciones en los evaporadores si esta se va a recircular o a evaporar (Ver Figura 10). Caso contrario ocurre en la electrodisolución heterocoagulación, donde la muestra tratada de vinaza tratada incrementa su dureza total debido al empleo de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  en la heterocoagulación.

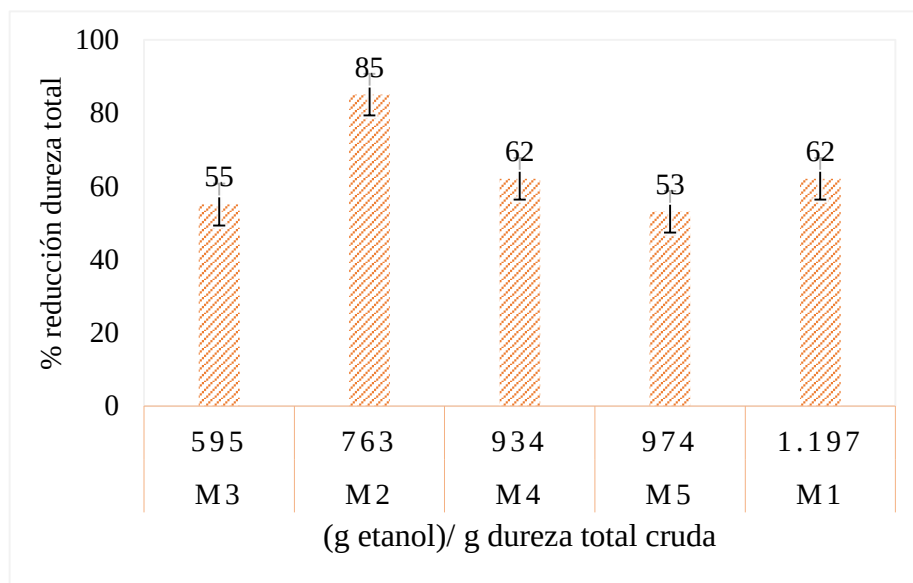


Figura 10. Reducción de dureza total respecto al indicador g etanol/Dureza total cruda

La reducción de fenoles en la extracción fue variada, esto debido principalmente a la materia prima utilizada en la producción de etanol anhidro el día del muestreo, en este caso si la muestra está muy diluida es muy difícil retirar los fenoles; el grado de maduración de la caña utilizada en el proceso de producción de etanol anhidro también influye en la concentración de fenoles (Larrahondo, 1995) (Ver Figura 11).

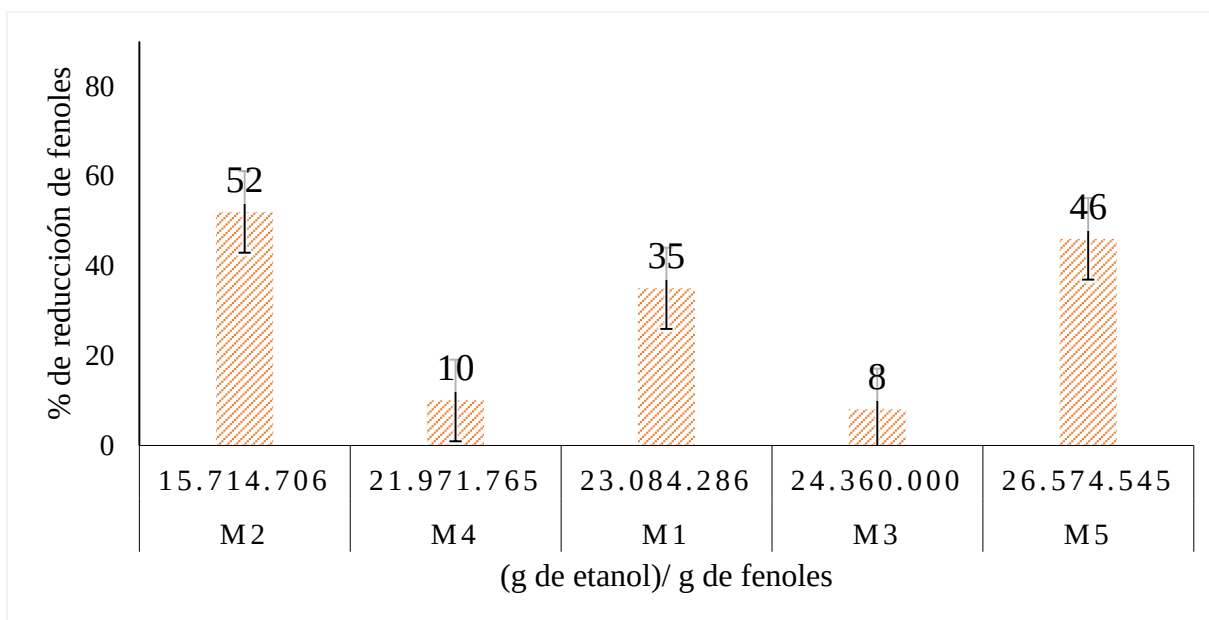


Figura 11. Reducción de fenoles respecto al indicador g etanol/fenoles cruda

Para los sólidos suspendidos totales la extracción con solvente muestra reducciones entre el 79% y el 97%, debido a las remociones altas en este proceso se obtiene mayor cantidad de lodo (Ver Figura 12).

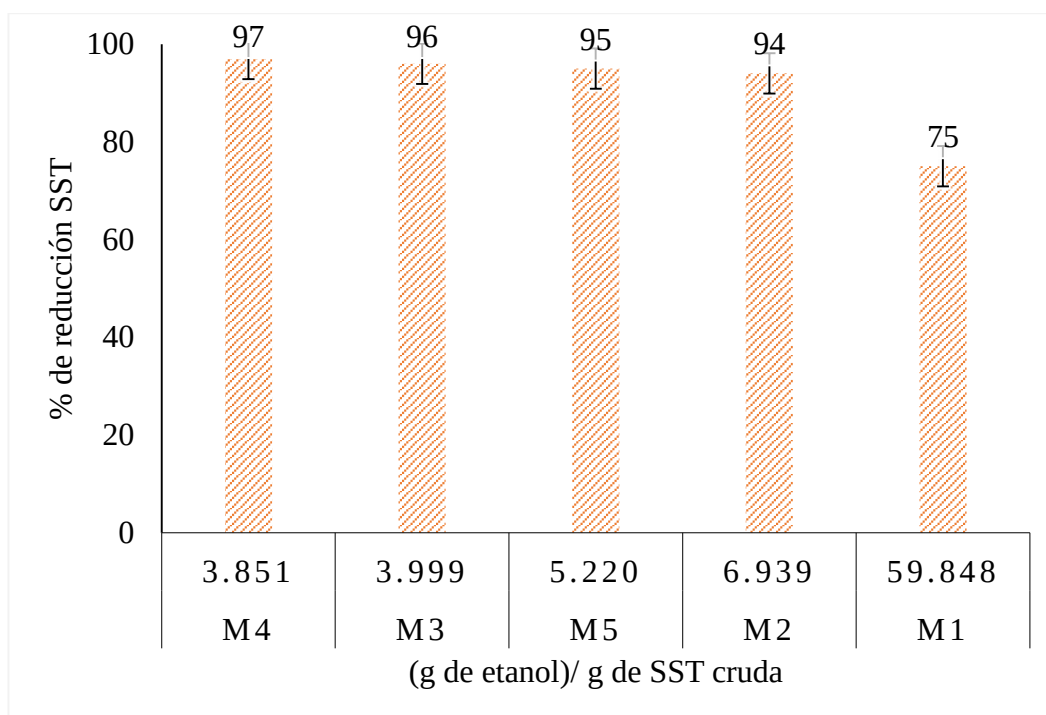


Figura 12. Reducción de SST respecto al indicador g etanol/SST cruda

En la Tabla 13 se presenta el peso en gramos por litro de lodo obtenido en la extracción con etanol para las cinco muestras de vinaza.

Tabla 13. Lodo obtenido en la extracción con etanol

| Lodo obtenido g/l de vinaza |           |           |           |           |
|-----------------------------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| Muestra 1                   | Muestra 2 | Muestra 3 | Muestra 4 | Muestra 5 |
| 24,64                       | 17,38     | 14,02     | 13,13     | 44,44     |

La clasificación de lodo obtenido de mayor a menor fue la siguiente Muestra 5, Muestra 1, Muestra 2, Muestra 3 y Muestra 4; de acuerdo con la caracterización fisicoquímica de estas muestras crudas; las muestras 2,3 y 4 produjeron una cantidad de lodo entre 13 y 17 gramos y una reducción de SST entre 94 y 97%; la muestra 5 contenía levadura por lo cual puede afectar el contenido de lodo. Se observa que este parámetro influye en la extracción con etanol.

### 8.3 Características fisicoquímicas y microbiológicas del lodo

Para determinar la calidad del lodo se midieron parámetros fisicoquímicos y microbiológicos como humedad total, materia volátil, cenizas, carbono fijo, poder calorífico superior e inferior, azufre, carbono, nitrógeno, hidrogeno, nitrógeno, oxígeno ,Coliformes fecales, salmonella, huevos de helmintos, pH, conductividad eléctrica, retención de humedad, perdidas por volatilización, capacidad de intercambio catiónico, relación carbono/nitrógeno, fósforo, potasio, calcio, magnesio, hierro, cobre, zinc, boro, sodio y silicio (Ver Tabla 14). Estas caracterizaciones se realizaron con el fin de determinar en qué categoría de biosólidos se podría clasificar, y compararlo con la norma nacional e internacional para proponer alternativas de aprovechamiento, tratamiento o disposición final.

Tabla 14. Caracterización del lodo proveniente de extracción con solvente

| <b>Parámetro</b>          | <b>Unidades</b> | <b>Lodo extracción<br/>con solvente</b> | <b>Lodo extracción<br/>con solvente<br/>Seco</b> |
|---------------------------|-----------------|-----------------------------------------|--------------------------------------------------|
| Humedad total             | % en peso       | 7,53                                    |                                                  |
| Cenizas                   | % en peso       | 40,13                                   | 43,40                                            |
| Carbón fijo               | % en peso       | 4,55                                    | 4,92                                             |
| Carbono                   | % en peso       | 22,97                                   | 24,85                                            |
| Hidrogeno                 | % en peso       | 3,87                                    | 4,19                                             |
| Nitrógeno                 | % en peso       | 2,73                                    | 2,95                                             |
| Oxígeno                   | % en peso       | 21,91                                   | 23,70                                            |
| Azufre                    | % en peso       | 0,85                                    | 0,92                                             |
| Poder calorífico superior | Kcal/kg         | 2.217,4                                 | 2.398,0                                          |
| Poder calorífico superior | BTU/lb          | 3.991                                   | 4.316                                            |
| Poder Calorífico inferior | BTU/lb          | 3.545                                   | 3.834                                            |

De acuerdo con los resultados presentados en la Tabla 14, el porcentaje de cenizas en el lodo es alto 40,13% lo que indica que son ricas en minerales respecto al bagazo que posee 3,90 % de cenizas.

El análisis elemental reporta que los resultados de oxígeno, hidrogeno y carbono del lodo de la extracción presenta valores bajos respecto a los presentados en la literatura para el bagazo así: Oxígeno: 43 %, Hidrógeno: 5 % y Carbono: 46 % respectivamente; mientras que la muestra de lodo presenta valores superiores en nitrógeno y azufre respecto al bagazo Nitrógeno: 0,14 % y azufre: 0,09 % respetivamente (Macías et al., 2017).

El análisis elemental nos permite predecir los posibles gases liberados en la combustión del lodo extraído con etanol si se le da como tratamiento final la incineración, el azufre provocaría la formación de  $\text{SO}_2$  (causante de la lluvia ácida), el carbono generaría emisiones de  $\text{CO}_2$  (gas de efecto invernadero) y el nitrógeno en condiciones adecuadas formaría óxidos de nitrógeno (causante del smog fotoquímico) (Colomer, Gallardo, Bovea & Herrera, 2009). De acuerdo con estos resultados, el lodo podría generar dióxido de azufre en su combustión debido a su alto valor (azufre: 10,4%), los resultados de carbono 22,97%, oxígeno 21,91% e hidrógeno 3,87% presentaron valores bajos que no representan un riesgo si son utilizados en combustión de acuerdo con el Decreto 1587 del 2014.

El lodo proveniente dela extracción con solvente presenta un poder calorífico superior de 3.991 BTU/lb después de ser secado a 105° C, mientras que residuos de la industria del etanol anhidro como el bagazo presentan poderes caloríficos entre 7.414-7.461 BTU/lb (Solares, S.F; Muñoz, 2015, Garcés & Martínez, 2007) por lo cual se concluye que el lodo no es apto para pirólisis ya que implica un secado previo y esto aumentaría los costos en consumo de energía. De igual manera el pH del lodo 4,70 unidades representan una desventaja debido a que puede ser corrosiva en los hornos quemadores. La Figura 13 presenta el análisis termogravimétrico del lodo de extracción.

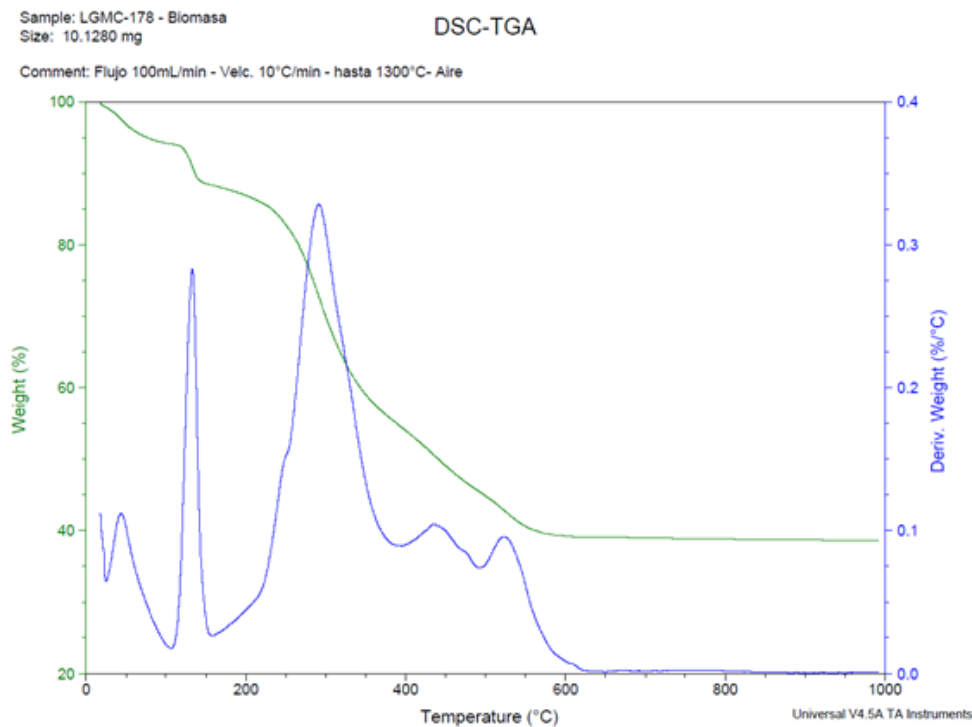


Figura 13. Análisis termogravimétrico lodo extracción con solvente

En la Figura 13 se pueden observar tres zonas, la primera varía entre una temperatura de 0°C hasta 250 °C y se atribuye a pérdidas de agua por la humedad presente en el material (Frau, Ferrara, Orsini & Pettinau, 2015) ,la segunda varía entre 250°C y 550 °C, donde se puede apreciar un cambio fuerte en la perdida de la masa (pendiente) esto es debido principalmente a las pérdidas de hemicelulosa, celulosa y lignina que se degradan rango de 250°C a 550°C (Yathavan, 2013) y finalmente se tiene una tercera etapa donde la pendiente presenta pequeñas variaciones donde se espera que se degraden óxidos que son estables a altas temperaturas.

**8.3.1 Composición de material orgánico presente en el lodo proveniente de la extracción con solvente.** La Tabla 15 presenta la caracterización de la muestra de lodo después de realizar el cuarteo.

Tabla 15. Caracterización del lodo proveniente de extracción con solvente composición de material orgánico

| <b>Parámetro</b>                   | <b>Unidades</b>   | <b>Lodo extracción con solvente</b> |
|------------------------------------|-------------------|-------------------------------------|
| pH                                 | unidades          | 4,70                                |
| Conductividad eléctrica            | ds/m              | 27,4                                |
| Retención de humedad               | %                 | 91,8                                |
| Perdidas por volatilización        | %                 | 48,9                                |
| Humedad                            | %                 | 7,16                                |
| Capacidad de intercambio catiónico | meq/100g          | 63,9                                |
| Densidad real/base seca            | g/cm <sup>3</sup> | 0,72                                |
| Carbono orgánico oxidable total    | %                 | 18,4                                |
| Relación carbono/nitrógeno         | -                 | 7                                   |
| Nitrógeno orgánico                 | %                 | 2,49                                |
| Fósforo Total                      | %                 | 0,54                                |
| Potasio Total                      | %                 | 6,49                                |
| Calcio Total                       | %                 | 11,4                                |
| Magnesio Total                     | %                 | 0,23                                |
| Azufre Total                       | %                 | 10,4                                |
| Hierro Total                       | mg/Kg             | 0,02                                |
| Manganeso Total                    | mg/Kg             | 9,96                                |
| Cobre Total                        | mg/Kg             | 101                                 |
| Zinc Total                         | mg/Kg             | 20,7                                |
| Boro Total                         | mg/Kg             | 15,4                                |
| Sodio Total                        | mg/Kg             | 0,04                                |
| Sílice Total                       | %                 | 1,50                                |
| Resido insoluble en ácido          | %                 | 0,76                                |

De acuerdo con la caracterización y composición de material orgánico del lodo de extracción (Ver Tabla 15), este presenta un pH ácido 4,70 unidades, este valor puede ser beneficioso debido a que evita la presencia microorganismos como coliformes fecales, totales, mohos y levaduras (Botero & Ramírez, 2017). Por otra parte este valor de pH es idóneo para la inoculación de lombrices en vermicompostaje (Vera et al., 2006) o puede emplearse como acondicionador de suelos básicos. Ahora bien, para neutralizar este lodo es necesario agregar bases en forma de minerales (caliza).

La conductividad eléctrica fue de 27,4 dS/m, este parámetro mide la capacidad del lodo para conducir corriente eléctrica al aprovechar la propiedad de las sales en la conducción de esta; por lo tanto, la conductividad eléctrica mide la concentración de sales solubles presentes en la solución del lodo (iones de calcio, magnesio, sulfatos y potasio). En este caso su valor tan alto indica que más fácil se mueve la corriente a través del mismo, frente a algunos valores reportados para vinaza: 3,71 dS/m, cachaza: 1,01 dS/m y bagazo: 0,14 dS/m (Bohórquez, Puentes, & Menjivar, 2014).

Por otro lado, la muestra de lodo presenta una humedad entre 7,16- 7,53 %; la Norma técnica colombiana (NTC) 5167 del 2004 establece un valor máximo para este parámetro de 15%, por lo se concluye que está dentro del rango de productos para enmienda o abono orgánico. Por otro lado, la retención de humedad del lodo fue de 91,8%, definida como la cantidad de agua retenida en los poros luego de la pérdida de agua gravitacional en un determinado tiempo (Shyamala & Belagali, 2012). La retención de humedad es un parámetro muy importante si el lodo se emplea como sustrato para compost, debido a que la presencia de agua es imprescindible para las necesidades fisiológicas de los microorganismos, ya que es el medio de transporte de las sustancias solubles que sirven de alimento a las células (Márquez, Blanco & Capitán, 2008), este valor de retención de humedad garantiza en el compostaje el mínimo empleo de agua en los aspersores de mantenimiento de humedad.

Las pérdidas por volatilización en el lodo fueron de 48,9 %, lo que representa la pérdida de compuestos volátiles en el suelo de aplicación por medio de factores como capacidad de intercambio catiónico, contenido de agua, capacidad buffer y temperatura; debido a la procedencia del lodo se puede concluir que los compuestos volatilizados pueden ser: benzaldehído, nitrógeno, ácido benzoico, etil palmitato, 2 acetilpirrol, alcohol 2-feniletílico, alcohol furfurílico, ácido acético, ácido fórmico, 1-3 butanodiol, acetona y etanol, entre otros.

La capacidad de intercambio catiónico fue de 63,9 meq/100g, esta propiedad se refiere a la cantidad total de cargas negativas que están disponibles sobre la superficie de las partículas en el lodo, este valor nos indica el potencial para retener e intercambiar nutrientes y sales como calcio y cloruros. Autores como Bohórquez et al., (2014) reportan capacidades de intercambio catiónico para cachaza 26,12 meq/100g, vinaza 243,5 meq/100g y bagazo 17,39 meq/100 g. El

resultado obtenido muestra una buena capacidad de intercambio catiónico por lo cual al emplear este lodo como acondicionador de suelos aumentaría la fertilidad de este.

La densidad real del lodo fue de  $0,72 \text{ g/cm}^3$  lo cual indica una buena porosidad y buena circulación de agua y aire. El valor de residuo insoluble fue de 0,76%. La sílice total del lodo fue de 1,50 % este valor es más alto que los reportados por Bohórquez et al., 2014 para vinaza: 0,02%, cachaza:  $< 0,003 \%$  y bagazo:  $< 0,003 \%$ , este aspecto es positivo para el uso de este lodo como sustrato para enmienda orgánica o compost ya que beneficia el crecimiento vegetal, las plantas son más fortalecidas y compactas, hojas más fuertes, mayor fotosíntesis, mayor tolerancia a condiciones de baja luminosidad, y tolerancia a estrés hídrico y térmico (Matichenkov, 2001).

El carbono orgánico oxidable total del lodo fue de 18,4 % de acuerdo con la norma técnica Colombiana 5167 del 2014 este valor pertenece a la categoría enmienda orgánica húmica sólida (mínimo 30%), por lo cual se puede emplear como mejorador de suelos (optimizando las propiedades físicas del suelo, mejorando la retención de agua, mejorando cantidad de humus, mejorando asimilación de nutrientes) ; de igual modo la relación carbono/nitrógeno del lodo fue baja (7) por lo cual es necesario buscar alternativas para adecuar este parámetro. La relación carbono/nitrógeno tan baja puede provocar que el compostaje se lleve a cabo con mayor rapidez, el exceso de nitrógeno se desprende en forma amoniacal se producirá una autorregulación de la relación C/N del proceso estas pérdidas, si bien no afectan negativamente al compostaje, suponen un derroche, porque el N es el nutriente fundamental para los cultivos, así como un problema medioambiental (Márquez et al., 2008).

La característica química más importante de los sustratos es su composición elemental. La utilidad de los residuos con posibilidad de ser compostados está en función de la disponibilidad de los elementos nutritivos que posean, entre los elementos que componen el sustrato destaca el calcio, nitrógeno, potasio, fósforo, magnesio y azufre que son macronutrientes fundamentales para el desarrollo microbiano. Y los micronutrientes (hierro, manganeso, cobre, zinc, boro y sodio) estos tienen un importante papel en la síntesis de las enzimas, en el metabolismo de los microorganismos y en los mecanismos de transporte intra y extracelular (Márquez et al., 2008).

En el caso de los valores de nitrógeno orgánico total (%), fósforo ( $\text{P}_2\text{O}_5$ ), calcio ( $\text{CaO}$ ), magnesio ( $\text{MgO}$ ) y potasio ( $\text{K}_2\text{O}$ ), según la norma técnica NTC 5167 en los requisitos

específicos para utilizar un lodo como abono orgánico, exige que sean reportados si estos parámetros son superiores a 2%, requisitos que fueron cumplidos por el lodo de extracción con solvente exceptuando el fósforo y el magnesio.

El lodo posee una buena cantidad de nitrógeno (2,49 %) y presenta una buena cantidad de calcio lo que indica la remoción de iones  $\text{Ca}^{+}$  en la extracción, el resultado de calcio en el lodo fue de 11,4 % lo cual indica que puede ser un buen sustrato como acondicionador de suelos ya que favorece la formación de agregados en los suelos. El contenido de fósforo fue de 0,54 % este resultado es concordante con el pH del lodo (pH ácidos poco fósforo), por otro lado el contenido de potasio fue de 6,49% un valor favorable para ser empleado como sustrato para enmienda orgánica, Muñoz, (2015) asegura que la vinaza es rica en potasio (7%) es decir que en la extracción con solvente la mayor cantidad de Potasio queda en el lodo.

El lodo presentó un contenido de magnesio de 0,23 %, este valor es bajo pero se debe considerar que concentraciones altas pueden representar un problema de desbalance con otros elementos que se encuentran en el complejo de intercambio, como el fósforo y algunos micro elementos (Cardoso, 2003).

De acuerdo con el decreto 1287 del 2004 que establece criterios para el uso de biosólidos, los resultados de los parámetros zinc (20,7 mg/Kg) y cobre (101 mg/Kg) no superan los límites establecidos (1000 mg/Kg y 2000 mg/Kg respectivamente). El contenido de boro total en el lodo fue de 15,4 % aunque no está reglamentado para el uso de biosólidos, se hace necesario reportarlo debido a que un uso inadecuado puede causar toxicidad, es necesario aclarar que el boro asimilable por las plantas en enmiendas orgánicas es alrededor del 5% del boro total (Vera, 2001).

El contenido de azufre en lodo fue entre 10,4 % con el método NTC 5167 debido a que se emplea del ácido sulfúrico en los procesos de fermentación y se ven reflejados a su vez en la vinaza y en el lodo proveniente de la extracción (Rojas, Lorenzo & Domenech, 2011). El sodio en el lodo fue de 0,04 % este valor es beneficioso debido a que no genera problemas de desbalances en los contenidos de micronutrientes y de algunas bases especialmente potasio y magnesio (Posso, 2010). El contenido de hierro en el lodo fue de 0,02 % este porcentaje es bajo respecto a los lodos obtenidos en la electrodisolución 38 % (García & Marriaga, 2014).

#### 8.4 Valorización del lodo de acuerdo con la normatividad

Los resultados obtenidos se analizaron teniendo como base los requerimientos normativos colombianos e internacionales para uso agrícola como enmienda orgánica al igual que se establecieron posibles valorizaciones de este lodo.

La Tabla 16 presenta la evaluación del cumplimiento de las normas nacionales (Decreto 1587 del 2014 y NTC 5167 del 2011) del lodo de extracción estudiado.

Tabla 16. Evaluación del cumplimiento de las normas nacionales NTC 5167 del 2011 y el decreto 1587 del 2014 del lodo de extracción estudiado.

| Contaminante                     | Decreto 1287<br>del 2014 |                         | NTC 5167<br>del 2011 | Lodo de<br>extracción       | Cumplimiento                  |
|----------------------------------|--------------------------|-------------------------|----------------------|-----------------------------|-------------------------------|
|                                  | Categoría                |                         |                      |                             |                               |
|                                  | A                        | B                       |                      |                             |                               |
| Mercurio<br>(mg/kg)              | 10                       | 20                      | 17                   | **                          | **                            |
| Plomo<br>(mg/kg)                 | 300                      | 400                     | 300                  | **                          | **                            |
| Zn (mg/Kg)                       | 2000                     | 2800                    | No<br>regulado       | 20,7<br>mg/Kg               | Cumple no<br>supera el límite |
| Coliformes<br>Fecales<br>(UFC/g) | <1x10 <sup>3</sup>       | <2 *<br>10 <sup>6</sup> | < 1000               | <1x10 <sup>3</sup><br>UFC/g | Cumple no<br>supera el límite |
| Huevos de<br>helminthos          | <1                       | <10                     | No<br>regulado       | 0 HH /g                     | Cumple no<br>supera el límite |
| Salmonella sp.                   | Ausen<br>cia             | <1<br>*10 <sup>3</sup>  | Ausencia             | Ausencia                    | Cumple                        |

\*\* Parámetros no medidos (Fuente: Colombia Decreto 1287 de 2014, NTC 5167 del 2011)

La Tabla 17 presenta la evaluación del cumplimiento de las normas internacionales (USA: EPA 40CFR-503 y UE: 86/278/CEE) del lodo de extracción estudiado.

Tabla 17. Evaluación del cumplimiento de las normas internacionales EPA 40CFR-503 y UE 86/278/CEE del lodo de extracción estudiado.

| Contaminante                                                                        | EPA 40CFR-503<br>PC-EQ |            | Unión<br>Europea<br>86/278/CEE | Lodo de<br>extracción | Cumplimiento                     |
|-------------------------------------------------------------------------------------|------------------------|------------|--------------------------------|-----------------------|----------------------------------|
|                                                                                     | Categoría<br>A         | B          |                                |                       |                                  |
| Mercurio<br>(mg/kg)                                                                 | 17                     |            | 16-25                          | **                    |                                  |
| Plomo<br>(mg/kg)                                                                    | 300                    |            | 750-1.200                      | **                    |                                  |
| Zn (mg/Kg)                                                                          | 7500                   |            | 2500-4000                      | 20,7 mg/Kg            | Cumple no<br>supera el<br>límite |
| Coliformes<br>Fecales<br>(UFC/g)                                                    | <<br>1000              | <2.000.000 | No regulado                    | < 1000 UFC/g          | Cumple no<br>supera el<br>límite |
| Salmonella<br>spp                                                                   | 3 UFC/4 g              |            | No regulado                    |                       |                                  |
| Huevos de<br>helminthos                                                             | 1/4 HH/g               |            | No regulado                    | 0 HH /g               | Cumple no<br>supera el<br>límite |
| ** Parámetros no medidos (Fuente: E.U. E.P.A (Norma 503-40CFR/2003), U.E 86/278/CEE |                        |            |                                |                       |                                  |

De acuerdo con el decreto 1287 (2014) el lodo procedente de la extracción con solvente está en la categoría A (biosólidos con una excelente calidad microbiológica y de metales pesados), para la normatividad EPA 40CFR-503 PC-EQ este lodo es considerado de calidad excepcional (biosólidos con bajos niveles de contaminantes) y para la normatividad de la Unión Europea 86/278/CEE puede decirse que este lodo no necesita estabilidad adicional ya que no representa un riesgo para la salud pública. Las vinazas no poseen elementos tóxicos

o metales pesados, es por ello que no se espera la presencia de estos en los lodos (Becerra, 2014; García & Rojas, 2006; Conil, 2006; González et., 2006).

Por esta razón el biosólido se puede emplear en compostaje, enmienda orgánica o vermicompost; para saber si el lodo es apto para cada una de las valorizaciones mencionadas se evalúan los parámetros que se deben cumplir. Para enmiendas orgánicas se evalúa con la norma Colombiana (NTC 5167 del 2011) que rige y controla el aprovechamiento de los biosólidos para uso agrícola (acondicionadores del suelo: abonos, fertilizantes o enmiendas) presentados en la Tabla 18.

Tabla 18. Parámetros a cumplir por la Norma Colombiana que rige el aprovechamiento de biosólidos (NTC 5167 2011) y parámetros obtenidos biosólido extracción con solvente.

| <b>Límite definido NTC 5167 (2011)</b>         |                                               |                                               |                                                             |                                       |                                                     |
|------------------------------------------------|-----------------------------------------------|-----------------------------------------------|-------------------------------------------------------------|---------------------------------------|-----------------------------------------------------|
| <b>Criterios de clasificación del producto</b> | <b>Enmienda orgánica no húmica</b>            | <b>Enmienda orgánica húmica sólida</b>        | <b>Abono orgánico mineral solido</b>                        | <b>Abono orgánico</b>                 | <b>Lodo de extracción</b>                           |
| pH                                             | Su disolución no debe desarrollar pH alcalino | Su disolución no debe desarrollar pH alcalino | Reportar                                                    | pH mayor de 4 y menor de 9            | 4,70                                                |
| Densidad                                       | -                                             | -                                             | Reportar                                                    | Máximo 0,6 g/cm <sup>3</sup>          | 0,72 g/cm <sup>3</sup>                              |
| Volatilización                                 | -                                             | -                                             | Reportar                                                    | Reportar                              | 48,9 %                                              |
| Humedad                                        | Máximo 20%                                    | Máximo 20%                                    | Máximo 15%                                                  | De origen vegetal Máximo 35%          | 7,16 %                                              |
| Contenido de carbono orgánico oxidable total   | Mínimo 25%                                    | Mínimo 30%                                    | Mayor de 5% y menor a 15%                                   | Mínimo 15%                            | 18,4 %                                              |
| Contenido de Fósforo , Potasio y Nitrógeno     | Reportar                                      | Reportar                                      | Reportar si la riqueza total de cada elemento mínimo es 2 % | Declararlos si cada uno es mayor a 1% | Fósforo: 0,54%<br>Potasio: 6,49%<br>Nitrógeno:2,49% |

|                                                                        |             |   |                                     |                       |               |
|------------------------------------------------------------------------|-------------|---|-------------------------------------|-----------------------|---------------|
| Capacidad de intercambio catiónico (para productos insolubles en agua) | 30 meq/100g | - | -                                   | 30 meq/100g           | 63,9 meq/100g |
| Capacidad de retención de humedad                                      | -           | - | -                                   | Mínimo su propio peso | 91,8 %        |
| C/N                                                                    | -           | - | -                                   | Reportar              | 7             |
| Cenizas                                                                | -           | - | Reportar                            | Máximo 60%            | 44%           |
| Conductividad eléctrica                                                | Reportar    | - | Reportar                            | -                     | 27,4 dS/m     |
| Contenido de sodio                                                     | Reportar    | - | Reportar                            | -                     | 0,04 %        |
| Residuo insoluble en ácido                                             | -           | - | Máximo 50% del contenido de cenizas | -                     | 0,76%         |

Según ésta norma, el biosólido estudiado pertenece a la categoría de enmienda orgánica húmica sólida. A continuación se presentan la posibilidad de manejo y valorización del biosólido teniendo en cuenta que los biosólidos pueden ser un suplemento de mejora del suelo aumentando la productividad de las plantas, reduciendo la biodisponibilidad de metales pesados y también conduciendo a un manejo eficaz de estos (Sharma, Sarkar, Singh & Singh, 2017).

De acuerdo con estos resultados se puede enunciar las siguientes opciones de valorización y aprovechamiento, teniendo en cuenta que al ser empleado como mezcla los materiales de complemento deberán caracterizarse antes de mezclarse con el biosólido de extracción:

- **Compostaje:**

- ✓ Es ventajoso utilizar el biosólido para compostaje ya que permite ser combinado con otros sustratos que sean fuente de carbono, y así mejorar parámetros desfavorables como la relación C/N y carbono orgánico oxidable total, algunos de estos sustratos podrían ser residuos vegetales secos, pajas, virutas, aserrín, cascarillas, hojarascas, pasto seco
- ✓ Usualmente pueden procesarse biorresiduos con un rango amplio de pH (3,0 – 11,0 Unidades (Botero & Ramirez, 2017). Sin embargo es necesario neutralizar el pH del biosólido.

- ✓ Debido que para el compostaje la humedad debe de ser alta es necesario mezclar el biosólido con materiales húmedos.
- ✓ El contenido de Potasio beneficia el proceso de compostaje en este caso fue alto 6,49%

- **Enmienda orgánica**

- ✓ Si se emplea directamente el biosólido al suelo puede producir una rápida mineralización de la materia orgánica y los nutrientes son asimilables, estimulando la actividad de la flora microbiana del suelo y favoreciendo la humificación de los compuestos orgánicos y así mejorando la calidad del suelo.
- ✓ Si se emplea directamente en el suelo el biosólido es necesario adecuar su pH o emplearlo en suelos básicos.

- **Fertilizante:**

Los fertilizantes suplen las necesidades de elementos, el biosólido puede aportar materia orgánica, Potasio, Calcio, Sulfatos y micronutrientes al suelo cumpliendo la función de este (Se debe ajustar el pH)

- **Vermi compostaje**

El biosólido presenta características beneficiosas en nutrientes y permitirá el crecimiento de las lombrices, otro aspecto beneficioso es el pH ya que la lombriz acepta sustratos con pH de 5 a 8.4, el pH del biosólido fue de 4,70 unidades y se puede adecuar mediante la adición de residuos de poda o de cosecha para ser empleado en vermicompost (Barbaro et al., 2010).

- **Bocashi**

El biosólido se puede emplear como materia prima para pre-compostaje (Bocashi) junto con materiales como gallinaza, cal, melaza, cascarilla de arroz y levaduras (Ramos & Terry, 2014), debido a la amplia gama de componentes utilizados (más que en el compost) puede mejorar indirectamente parámetros como pH, relación carbono/nitrógeno y contenido de carbono orgánico oxidable, resultando beneficioso.

Respecto al decreto 1287 del 2014 artículo 8, el biosólido resultante de la extracción se puede emplear en:

- Áreas privadas tales como jardines, antejardines, patios, plantas ornamentales y arborización.
- Plantaciones forestales.

- Insumo en procesos de elaboración de abonos o fertilizantes orgánicos o productos acondicionadores para suelos a través de tratamientos físicos, químicos y biológicos que modifiquen su calidad original. Los procesos de elaboración y características de los productos finales y su uso, queda sujeto a la regulación establecida por el ICA.
- Operación de rellenos sanitarios tomo: cobertura diaria, cobertura final de cierre y de clausura de plataformas y en actividades de revegetalización y paisajismo.
- Actividades de revegetalización y paisajismo de escombreras.

Es necesario tener en cuenta el tipo de suelo y el cultivo al que se le aplicara la mezcla con el biosólido para no sobrepasar la tasa acumulativa de aplicación y así evitar o generar impactos adversos o negativos (exceso de nutrientes), otro aspecto a tener en cuenta de acuerdo al decreto 1287 del 2014 artículo 10, no se pueden aplicar biosólidos en:

- Playas, páramos y cuerpos de agua.
- suelos saturados como vegas.
- Suelos cuyo nivel freático máximo se encuentre a menos de un (1) metro de profundidad con respecto a la superficie del terreno y en aquellos suelos en los que se genere un efecto de nivel freático colgante.
- Zonas aledañas a fuentes de captación subterráneas de agua para consumo humano o animal, en un radio inferior de cien (100) metros.
- Zonas aledañas a fuentes superficiales de captación de agua para consumo humano o animal, en una franja mínima de treinta (30) metros medidos en paralelas a las líneas de mareas máximas.
- En el caso de los nacimientos de fuentes de agua, en una extensión de por lo menos cien (100) metros a la redonda, medidos a partir de su periferia.
- Suelos con alto riesgo de inundación.
- En suelos donde se encuentren especies de fauna y flora amenazados para la aplicación de biosólidos de categoría B.

## 9. CONCLUSIONES

- La caracterización fisicoquímica de la vinaza reportó un alto contenido de materia orgánica en términos de DQO entre 61.426 y 129.191. Además, posee alto contenido de sólidos totales entre 61.626 y 105.246 mg/L, alto contenido de sólidos volátiles totales entre 51.520- 76.168 mg/L, sólidos suspendidos totales bajos entre 540- 9.700 mg/L y los sólidos disueltos totales alto.
- La electrodisolución heterocoagulación mostro reducciones de COT entre 23%- 24% por lo cual se puede concluir que este proceso electrolítico puede ser utilizado como pretratamiento en acople con otros procesos de reducción de contaminantes.
- La electrodisolución heterocoagulación aporta muy poco lodo (entre 4,7-10,9 gramos), probablemente como consecuencia de los cambios que ha sufrido el proceso de producción de etanol anhidro (diluciones en la columna despojadora) y que se evidencian en la concentración de sólidos totales medidos en la vinaza y por esto se valorizaron los lodos obtenidos en la extracción con solvente.
- La extracción con solvente mostro ser buen reductor de dureza total (entre 53%-85%) respecto a la electrodisolución heterocoagulación que no remueve dureza si no que la aporta lo cual genera un plus ya que la vinaza tratada es menos incrustaciones en los evaporadores.
- La electrodisolución heterocoagulación presenta reducciones de sólidos suspendidos totales entre 8%-90% valores inferiores obtenidos en la extracción con solvente 79%-97%, por lo cual se concluye que la extracción presenta mejores resultados y minimiza el uso de insumos químicos y tiene la ventaja de que el etanol empleado se puede reutilizar
- De acuerdo con los resultados de análisis próximo y elemental el biosólido proveniente de la extracción con solvente presenta un poder calorífico superior de 3.991 BTU/lb después de ser secado a 105° C, mientras que residuos de la industria del etanol anhidro como el bagazo presentan poderes caloríficos entre 7.414-7.461 BTU/ por lo cual se concluye que los lodos no son aptos para pirólisis ya que implica un secado previo y esto aumentaría los costos energéticos.

- El biosólido posee un alto potencial de aprovechamiento y podría emplearse en compostaje, vermicompost, fertilizante y enmienda orgánica si se corrigen parámetros como pH, carbono orgánico oxidable total y relación C/N, esto se puede lograr utilizando mezclas con otros biosólidos (residuos de poda, residuos urbanos, residuos de madera, cascarilla de arroz, estiércol, gallinaza, pollinaza y residuos de cosecha), es decir el biosólido sirve como mezcla con materiales de complemento, y debe cumplir con los valores máximos permisibles de la categorización de biosólidos.
- De acuerdo con el decreto 1287 (2014) el lodo procedente de la extracción con solvente está en la categoría A (biosólidos con una excelente calidad microbiológica y de metales pesados) y de acuerdo con la norma técnica Colombiana 5167 del 2014 el biosólido pertenece a la categoría enmienda orgánica húmica sólida.

## **10. RECOMENDACIONES**

- Evaluar el consumo de energía requerido para la recuperación de etanol de la mezcla vinaza-etanol en el proceso extracción con solvente.
- Optimizar la separación de la mezcla etanol-vinaza en el proceso extracción con solvente.
- Determinar la cantidad mínima de etanol a emplear en la extracción.
- Optimizar la operación de separación del biosólido después en la extracción con solvente.

## 11. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

APHA, AWWA, WEF. (2012). Standar Methods for the examination of water & wastewater, Centennial Edition, Washington D.C.

Alvarez-Pugliese, C. E., Moreno-Wiedman, P., Machuca-Martínez, F., & Marriaga-Cabrales, N. (2011). Distillery wastewater treated by electrochemical oxidation with boron-doped diamond electrodes. *Journal of Advanced Oxidation Technologies*, 14(2), 213-219.

Armaignac, E. O., & Cortón, R. H. (2016). Estudio del proceso de electrocoagulación de la vinaza residual de las destilerías de alcohol etílico. *Tecnología Química*, 30(3), 38-47.

A. S. T. M. (2004). Annual book of ASTM standards. American Society for Testing and Materials Annual, Philadelphia, PA, USA, 4(04.08).

Azuola, R., & Aguilar, P. V. (2007). Extracción de sustancias asistida por ultrasonido (EUA). *Tecnología en marcha*, 20(4), 1.

Barbaro, L. A., Karlanian, M. A., & Morisigue, D. (2010). Utilización de azufre micronizado en la corrección del pH de compost de residuos de poda. *Agriscientia*, 27(2), 125-130.

Becerra Ospina, N. L. (2014) Clarificación de vinazas de caña de azúcar por tratamiento fisicoquímico y filtración con membranas. Tesis de maestría, Universidad Nacional de Colombia.

Benavides, E. Marriaga, N & Barba-Ho, L (2015). Tratamiento de vinazas acoplando: extracción con alcohol, electrodisolución-floculación y blanqueamiento. Tesis pregrado. Universidad del Valle. Facultad de Ciencias Naturales y Exactas, Santiago de Cali.

Bermúdez, R. C., Hoyos, J. A., & Rodríguez, S. (2000). Evaluación de la disminución de la carga contaminante de la vinaza de destilería por tratamiento anaerobio. *Revista internacional de contaminación ambiental*, 16(3), 103-107.

Botero, E & Ramírez, A (2017). Estudio de la cantidad y calidad de los lodos generados en el sistema electroflox para el tratamiento de lixiviado en un relleno sanitario regional. Universidad del Valle. Facultad de ingeniería, Santiago de Cali.

Bohórquez, A., Puentes, Y. J., & Menjivar, J. C. (2014). Evaluación de la calidad del compost producido a partir de subproductos agroindustriales de caña de azúcar. *Corpoica. Ciencia y Tecnología Agropecuaria*, 15(1).

Cardona, C., Machuca, F. & Marriaga, N. (2011). Wastewater treatment comprising electrodisolution, flocculation and oxidation. 22 Dic 2011. PCT WO2011158195 A1. Appl. PCT/IB2011/052609. 16 Jun 2010.

Cardona, C., Machuca, F. & Marriaga, N. (2012). Treatment of vinasse by using electro-dissolution and chemical flocculation. *Ingeniería y competitividad*, 15(2), 191-200.

Cardona, C., Machuca, F. & Marriaga, N. (2013). "Wastewater treatment comprising electrodisolution, flocculation and oxidation. US Published Patent # 20130153509 A1."

Cardoso, L. (2003). Manejo de lodos residuales en México. In XXVII Congreso Interamericano de Ingeniería Sanitaria y Ambiental. (3-8, diciembre: Brasil). Memorias, 1-7. Puerto Alegre, Brasil.

Casco, J. M. (2008). Compostaje. Mundi-Prensa Libros. Madrid.

Celis, J., Sandoval, M., Zagal, E., & Briones, M. (2006). Efecto de la adición de biosólidos urbanos y de salmonicultura sobre la germinación de semillas de lechuga (*Lactuca sativa* L.) en un suelo patagónico. *Revista de la ciencia del suelo y nutrición vegetal*, 6(3), 13.

Christofoletti, C. A., Escher, J. P., Correia, J. E., Marinho, J. F. U., & Fontanetti, C. S. (2013). Sugarcane vinasse: environmental implications of its use. *Waste Management*, 33(12), 2752-2761.

Colomer Mendoza, F. J., Gallardo Izquierdo, A., Robles Martínez, F., Edo, B., & Dolores, M. (2010). Opciones de valorización de lodos de distintas estaciones depuradoras de aguas residuales. *Ingeniería*, 13, 177-190.

Comunidad económica europea. Directiva 86/278/CEE del Consejo de 12 de junio de 1986 relativa a la protección del medio ambiente y, en particular, de los suelos, en la utilización de los lodos de depuradora en agricultura. (Diario Oficial n° L 181 de 04, July, 1986), 0006 – 0012.

Conil, P. (2006). Manejo de vinazas: metanización y compostaje, aplicaciones industriales. *Revista Técnicaña* (17), 26-30.

Cortes-Rodríguez, E. F., Fukushima, N. A., Palacios-Bereche, R., Ensinas, A. V., & Nebra, S. A. (2018). Vinasse concentration and juice evaporation system integrated to the conventional ethanol production process from sugarcane–Heat integration and impacts in cogeneration system. *Renewable Energy*, 115, 474-488.

Cortez, B, Vaz, E, Aparecido, R, Verde Leal Regis, M & Silva, E. (2014) R&D Needs in the industrial production of vinasse. 619-636. São Paulo: Editora Edgard Blücher.

Dávila, J, Marriaga, N & Machuca, F. (2009). Remoción de sólidos totales de vinazas por electrocoagulación-electro flotación. *Dyna*, 76(158), 41-47.

Dávila., Machuca, F., & Marriaga, N. (2011). Reducción de demanda química de oxígeno, carbono orgánico total y sólidos totales en vinazas mediante electroflotación/oxidación. *Ingeniería e investigación*, 29(1).

Davila, J, Machuca, F & Marriaga, N. (2012). Process to reduce the chemical oxygen demand, total organic carbon, and total solids in vinasse by electro-flotation/oxidation. US Patent # 8.425.755.

Dirbeba, M. J., Brink, A., DeMartini, N., Zevenhoven, M., & Hupa, M. (2017). Potential for thermochemical conversion of biomass residues from the integrated sugar-ethanol process–Fate of ash and ash-forming elements. *Bioresource Technology*, 234, 188-197.

Environmental protectionagency federal register, (2002).Title 40--Protection of Environment: part 503--Standards for the Use or Disposal of Sewage Sludge. United States: Environmental Protection Agency.

El País. (2017). Destilerías de etanol en el Valle están en riesgo, advierte Asocaña. Disponible en: [<http://www.elpais.com.co/economia/destilerias-de-etanol-en-el-valle-estan-en-riesgo-advierte-asocana.html>]

El País. (2017). La amenaza que preocupa a la industria del etanol. Disponible en: [<http://www.elpais.com.co/economia/la-amenaza-que-preocupa-a-la-industria-del-etanol.html>]

Fedebiocombustibles. (2018). Cifras Informativas del Sector Biocombustibles - Alcohol Carburante (Etanol Anhidro). Colombia.

Ferrara, F., Orsini, A., & Pettinau, A. (2015). Characterization of several kinds of coal and biomass for pyrolysis and gasification. *Fuel*, 152, 138-145.

Garcés, R. V., & Martínez, S. V. (2007). Estudio del poder calorífico del bagazo de caña de azúcar en la industria azucarera de la zona de Risaralda. Trabajo de grado para optar por el título de Tecnólogo químico.

García, A., & Rojas, C. (2006). Posibilidades de uso de la vinaza en la agricultura de acuerdo con su modo de acción en los suelos. *Nota Técnica Técnicaña*, 3-13.

García, L. F & Marriaga, N. (2014). Informe final de pruebas piloto electroflox convenio Universidad del Valle- Industria licorera de Caldas. Etapa III. Informe interno.

Ge, J., Qu, J., Lei, P., & Liu, H. (2004). New bipolar electrocoagulation–electroflotation process for the treatment of laundry wastewater. *Separation and Purification Technology*, 36(1), 33-39.

González, A. M. Á., Giménez, R. G., Casares, I., & Ballesta, R. J. (2006). Posibilidades de aplicación de vinazas en suelos rojos de La Mancha (España). *Pilquen-Sección Agronomía*, (8), 6.

Gomes, M. T. D. M. S., Eça, K. S., & Viotto, L. A. (2011). Vinasse concentration by microfiltration followed by nanofiltration with membrane. *Pesquisa Agropecuaria Brasileira*, 46(6), 633-638.

Guerreiro, L. F., Rodrigues, C. S., Duda, R. M., de Oliveira, R. A., Boaventura, R. A., & Madeira, L. M. (2016). Treatment of sugarcane vinasse by combination of coagulation/flocculation and Fenton's oxidation. *Journal of environmental management*, 181, 237-248.

Hjorth, M.; Lykkegaard, M.; Vittrup, P. (2008) Flocculation, coagulation and precipitation of manure affecting three separation techniques. *Journal Bioresource Technology*. 99, 8598-8604.

Huertas, Sergio. S.F. Precipitación. Planta Piloto de Fermentaciones Departamento de Biotecnología. Universidad autónoma metropolitana.

Isaza Jiménez, L.V., Rodríguez Rivera, D.C. & Machuca-Martínez, F., 2011. Estudio exploratorio en el tratamiento de vinazas mediante fotocátalisis solar homogénea en un reactor de película descendente. *Revista de la Facultad de Ciencias Básicas*, 9(2), 48–54.

Korndorfer, G. H., Nolla, A., & Ailton, J. M. (2010). Manejo, aplicación y valor fertilizante de la vinaza para caña de azúcar y otros cultivos. *Técnicaña* (Instituto de Ciencias Agrarias, Universidad Federal de Uberlândia, Uberlândia, MG, Brasil), 24, 23-28.

Korndorfer, G. H. (2009). Conferencia: impacto ambiental del uso de la vinaza en la agricultura y su influencia en las características químicas y físicas del suelo. Seminario Internacional de Fertilización y Nutrición de la Caña de Azúcar, 115.

Larrahondo, J. E. (1995). Calidad de la caña de azúcar. El cultivo de la caña en la zona azucarera de Colombia, 337-354.

Larue, O., & Vorobiev, E. (2003). Floc size estimation in iron induced electrocoagulation and coagulation using sedimentation data. *International Journal of Mineral Processing*, 71(1), 1-15.

Lorenzo-Acosta, Y., Doménech-López, F., Eng-Sánchez, F., Almazán-del Olmo, O., & Chanfón-Curbelo, J. M. (2015). Tratamiento industrial de vinazas de destilerías en reactores UASB. *Tecnología Química*, 35(1), 32-4.

Li, X., Mei, Q., Dai, X., & Ding, G. (2017). Effect of anaerobic digestion on sequential pyrolysis kinetics of organic solid wastes using thermogravimetric analysis and distributed activation energy model. *Bioresource Technology*, 227, 297-307.

Macías Naranjo, R. J., Chejne Janna, F., Montoya Arbeláez, J. I., & Blanco Leal, A. (2017). Gasificación de bagazo de caña y carbón en planta piloto. *Mutis*, 4(1). 24–32.

Marriaga, C. N. (2013) Uso Combinado de electrodisolución, heterocoagulación y decoloración alcalina para el Tratamiento de vinazas. Tesis doctoral. Escuela de ingeniería química, Universidad del Valle. Cali, Colombia.

Márquez, P. B., Blanco, M. J. D., & Capitán, F. C. (2008). 4. Factores que afectan al proceso de compostaje. *Compostaje*, 93.

Matichenkov, V. V. (2001). Silicio en Agricultura.

Ministerio de vivienda, ciudad y territorio. Decreto 1287 del 10 julio 2014. Colombia.

- Mollah, M. Y. A., Schennach, R., Parga, J. R., & Cocke, D. L. (2001). Electrocoagulation (EC)—science and applications. *Journal of hazardous materials*, 84(1), 29-41.
- Moreno-Casillas, H. A., Cocke, D. L., Gomes, J. A., Morkovsky, P., Parga, J. R., & Peterson, E. (2007). Electrocoagulation mechanism for COD removal. *Separation and purification Technology*, 56(2), 204-211.
- Morales, A. (2000). Extracción e identificación de compuestos orgánicos en vinazas. Tesis de Maestría en Ciencias-Química, Escuela de Química, Universidad del Valle, Cali, Colombia.
- Morán, R. G., Sánchez, A. L., Rodríguez, J., Dávila, G., Marino, E. N., Dendooven, L., & Contreras, S. M. (2016). Utilization of vinasses as soil amendment: consequences and perspectives. *Springer Plus*, 5(1), 1-11.
- Morante, G. (2002). Electrocoagulación de aguas residuales. *Revista colombiana de física*, 34(2), 484-487.
- Muñoz, M. (2015). Potencial energético de la vinaza para su utilización como biocombustible. Centro Guatemalteco de Investigación y Capacitación de la Caña de Azúcar.
- Norma Técnica Colombiana 5167. (2011). Productos para la industria agrícola, productos orgánicos usados como abonos o fertilizantes y enmiendas de suelo. Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación-ICONTEC.
- Olarte Gómez, E. A., & Valencia Giraldo, M. J. (2016). Evaluación del uso de la micro alga *chlorella vulgaris* en el tratamiento de aguas residuales industriales (vinazas). Tesis pregrado. Universidad nacional abierta y a distancia. Ingeniería ambiental.
- Paz-Pino, O. L., Barba-Ho, L. E., & Marriaga-Cabral, N. (2014). Vinasse treatment by coupling of electro-dissolution, hetero-coagulation and anaerobic digestion. *Dyna*, 81(187), 102-107.
- Penedo, M. (2016). Análisis Termogravimétrico y térmico diferencial de diferentes biomásas vegetales. *Tecnología Química*, 31(2), 36-43.
- Perdigón Martín, S. M., J. Obregón Luna, et al., (2005). Impacto sobre el medio ambiente de las vinazas de los jugos de caña energética más miel final en la destilería Paraíso. Tesis presentada en opción del grado de Master en Gestión Ambiental y Protección de los Recursos Naturales, Universidad de Matanzas.
- Perera J.G H., Van der Werff. D L & Gutiérrez R.M. (2008). Destilerías de alcohol de melaza con efluente cero y ganancia energética, mediante la concentración y combustión de vinazas. En: Biocombustível para o Mercosul: edição 2008 do Prêmio Mercosul de Ciência e Tecnologia – Brasília: UNESCO, MBC, RECyT/Mercosul, CNPq, Petrobras.161.

Primero, D. (2010). Estudio de factibilidad para la comercialización del compost a partir de la vinaza residual de la producción de alcohol carburante en los ingenios del Valle del Cauca. Tesis pregrado. Universidad del Valle. Santiago de Cali, Colombia.

Posso, J. C. Evaluación de diferentes dosis de compost y lombricompuesto aplicado al suelo de vivero de palma aceitera (*Elaeis guinensis*). Tesis Doctoral, Universidad Nacional de Colombia.

Puenguenán, L. & Segura, K. (2014). Proceso electroflox en el tratamiento de aguas residuales de curtiembre. Tesis pregrado. Universidad del Valle. Santiago de Cali, Colombia.

Quintero, I. (2013). Evaluación de toxicidad del sistema modelo de melanoidinas luego del tratamiento con electrocoagulación-floculación. Tesis pregrado. Universidad Del Valle. Santiago de Cali.

Ramos, D., & Terry, E. (2014). Generalidades de los abonos orgánicos: Importancia del Bocashi como alternativa nutricional para suelos y plantas. Cultivos tropicales, 35(4), 52-59.

Rendón, A. F. (2010). Caracterización de residuos sólidos. Cuaderno Activa, 4, 67-72.

Rojas, L., Lorenzo, Y., & Domenech, F. (2011). Estudio del consumo de ácidos en el ajuste de pH en diferentes medios de fermentación alcohólica. ICIDCA. Sobre los Derivados de la Caña de Azúcar, 45(2).

Satyawali, Y., & Balakrishnan, M. (2008). Wastewater treatment in molasses-based alcohol distilleries for COD and color removal: a review. Journal of Environmental Management, 86(3), 481-497.

Sharma, B., Sarkar, A., Singh, P., & Singh, R. P. (2017). Agricultural utilization of biosolids: A review on potential effects on soil and plant grown. Waste Management, 64, 117-132.

Shyamala D.C. & Belagali, S.L. (2012). Studies on variations in physico-chemical and biological characteristics at different maturity stages of municipal solid waste compost. International journal of environmental sciences 2(4).

Siles, J. A., García-García, I., Martín, A., & Martín, M. A. (2011). Integrated ozonation and biomethanization treatments of vinasse derived from ethanol manufacturing. Journal of Hazardous Materials, 188(1-3), 247-253.

Solares, M. R. M (S.F). Caracterización del bagazo de 4 Ingenios Azucareros de Guatemala.

Vargas Naranjo, S. A. (S.F). Efecto del nivel de inclusión y concentración de vinaza de caña (*Saccharum officinarum*) sobre los parámetros de fermentativos y calidad nutricional de un ensilaje de maralfalfa (*Penisetum* sp.). Tesis Doctoral. Universidad Nacional de Colombia-Sede Medellín.

Velasques, L., López, P & Zapata, F. (2000). Producción de abono organico-quimico a partir de lodos generados en la Industria de Licores del Valle. Tesis pregrado. Universidad del Valle. Santiago de Cali, Colombia.

Vélez, J. A. (2007). Los biosólidos: ¿una solución o un problema? Corporación Universitaria Lasallista. Medellín, Colombia.

Vera, A. L. A. (2001). El boro como nutriente esencial. *Horticultura: Revista de industria, distribución y socio economía hortícola: frutas, hortalizas, flores, plantas, árboles ornamentales y viveros*, (155), 36-47.

Vera, A. M., Sánchez, E., Ortiz, M. L., Peña, J. L., & Ortega, M. M. (2006). Estabilización de lodos residuales municipales por medio de la técnica de lombricompostaje. In *Memorias del V Congreso Internacional y el XI Congreso Nacional de Ciencias Ambientales*. México (7-9).

Vilar, D. S., Carvalho, G. O., Pupo, M. M., Aguiar, M. M., Torres, N. H., Américo, J. H.,... & Ferreira, L. F. (2018). Vinasse degradation using *Pleurotus sajor-caju* in a combined biological–Electrochemical oxidation treatment. *Separation and Purification Technology*, 192, 287-296.

Yathavan, B. K. (2013). Conventional and catalytic pyrolysis of pinyon juniper biomass. Utah State University.

Yavuz, Y. (2007). EC and EF processes for the treatment of alcohol distillery wastewater. *Separation and purification technology*, 53(1), 135-140.

Zayas, T. et al., 2007. Applicability of coagulation/flocculation and electrochemical processes to the purification of biologically treated vinasse effluent. *Separation and Purification Technology*, 57(2), 270–276.

## 12. ANEXOS



Anexo 1. Etapa de electrodisolución



Anexo 2. Etapa de heterocoagulación



Anexo 3. Etapa de decantación del lodo proveniente de la electrodisolución heterocoagulación



Anexo 4. Extracción con solvente



Anexo 5. Medición de DQO, dureza total y sólidos totales, suspendidos y volátiles.



Anexo 6. Separación mezcla etanol-vinaza.



Anexo 7. Lodo obtenido en la extracción con solvente.

**FACULTAD DE INGENIERÍA**  
Escuela de Ingeniería de Recursos  
Naturales y Medio Ambiente  
Laboratorio de Combustión  
Combustibles

**ENTREGA DE RESULTADOS ANÁLISIS PRÓXIMO Y  
ELEMENTAL**

---

**Informe N°:** 055-18

**Fecha recepción (a-m-d):** 2018-05-29

**Fecha inicio de análisis (a-m-d):** 2018-05-31

**Fecha final de análisis (a-m-d):** 2018-06-06

**Fecha elaboración inf. (a-m-d):** 2018-06-06

**Tipo de muestra:** Sólida

**Cliente:** NELSON DE JESUS MARRAGA  
CABRALES

**Dirección cliente:** Calle 13 No 100-00, Edif 336,  
Univalle

**Cód. identificación del cliente:** Muestra 1

**Cód. identificación del laboratorio:** 51/333

---

**Próximo**

| Análisis                            | Método      | Cómo se recibe | Seco   |
|-------------------------------------|-------------|----------------|--------|
| Humedad Total (% en peso)           | ASTM D 3302 | 7,53           |        |
| Materia Volátil (% en peso)         | ASTM D 3175 | 47,79          | 51,68  |
| Cenizas (% en peso)                 | ASTM D 3174 | 40,13          | 43,40  |
| Carbon Fijo (% en peso)             | ASTM D 3172 | 4,55           | 4,92   |
| Poder Calorífico Superior (kcal/kg) | ASTM D 5885 | 2217,4         | 2308,0 |
| Poder Calorífico Superior (BTU/lb)  | ASTM D 5885 | 3991           | 4316   |
| Azufre (% en peso)                  | ASTM D 4239 | 0,85           | 0,92   |

**Elemental**

| Análisis                  | Método      | Cómo se recibe | Seco  |
|---------------------------|-------------|----------------|-------|
| Humedad Total (% en peso) | ASTM D 3302 | 7,53           |       |
| Cenizas (% en peso)       | ASTM D 3174 | 40,13          | 43,40 |
| Carbono (% en peso)       | ASTM D 5373 | 22,97          | 24,85 |
| Hidrógeno (% en peso)     | ASTM D 5373 | 5,87           | 4,19  |
| Nitrógeno (% en peso)     | ASTM D 5373 | 2,73           | 2,95  |
| Azufre (% en peso)        | ASTM D 4239 | 0,85           | 0,92  |
| Oxígeno (% en peso)       | ASTM D 5373 | 21,91          | 23,70 |

---

**Cálculo**

| Cálculo                            | Método      | Cómo se recibe | Seco |
|------------------------------------|-------------|----------------|------|
| Poder Calorífico Inferior (BTU/lb) | ASTM D 5885 | 3545           | 3834 |

---

**Observaciones:**

---

Ing. MSc. Francisco J. Velasco S.  
Director Técnico  
Laboratorio de Combustión Combustibles (LCC)

El Laboratorio se responsabiliza exclusivamente por los resultados obtenidos con las muestras sometidas a análisis. Este informe no deberá reproducirse sin permiso escrito del LCC.

| INFORME DE RESULTADOS DE ENSAYOS |                              |               |
|----------------------------------|------------------------------|---------------|
| Informe N° 0914-18               | Fecha de emisión: 2018-06-18 | Página 1 de 1 |

|                                       |                                |                         |
|---------------------------------------|--------------------------------|-------------------------|
| Código interno de la muestra: 0914-18 | Fecha de recepción: 2018-05-21 | Plan de muestreo: FM-03 |
| Código externo de la muestra: N/A     |                                |                         |

|                                            |                                               |
|--------------------------------------------|-----------------------------------------------|
| Empresa: ---                               | Servicio solicitado por: Leydi Johana Velasco |
| Dirección: Univalle                        | Ciudad: Cali                                  |
| Email: leydi.velasco@correounivalle.edu.co | Teléfono: ---                                 |

|                            |                         |                          |
|----------------------------|-------------------------|--------------------------|
| Fecha de muestreo: ---     | Hora en que inicia: --- | Hora en que termina: --- |
| Lugar de muestreo: ---     |                         |                          |
| Muestreador: Leydi Velasco |                         |                          |

|                          |      |    |   |          |
|--------------------------|------|----|---|----------|
| Condiciones ambientales: | Seco | Si | X | Lluvioso |
|--------------------------|------|----|---|----------|

| RESULTADOS DE LOS ENSAYOS MICROBIOLOGICOS    |                        |      |
|----------------------------------------------|------------------------|------|
| Periodo de análisis: 2018-06-05 - 2018-06-12 | Clase de muestra: Lodo |      |
| PARÁMETRO                                    | MÉTODO                 | LODO |
| Huevos de Helmintos(numero/Gramo)            | Balenger               | 0    |

1. Los resultados presentados en este informe se refieren únicamente a los ensayos realizados a la muestra.  
 2. Se prohíbe la reproducción parcial o total de este informe sin el consentimiento del laboratorio.  
 3. El muestreo se realiza de acuerdo al artículo 27 del decreto 1575 del 2007, Procedimiento de muestreo 2.03.01  
 4. El laboratorio de aguas del Instituto Cinara no se encuentra acreditado ante la ONAC y/o ECAM.  
 \*Standard Methods for the examination of water and wastewater: 22 Edition/2012, APHA, AWWA, WEF, Joint Editorial Board (JEB): Washington.  
 \* Reglamento técnico del sector de agua potable y Saneamiento Básico- RAS, Título II sistemas de acueducto

Director Técnico

Coordinador de Laboratorio

LABORATORIO DE AGUAS DEL INSTITUTO CINARA  
 Cra 15 con Calle 75 Esquina, Puerto Mallarino  
 Teléfono: 662 9505 - Telefax: 662 9466  
 E-mail: laboratorio.aguas@cinara@correounivalle.edu.co

## Anexo 9. Resultados huevos de helmintos

**Insumos Agrícolas**

Registrado ante el ICA según Resolución 001271 del 05 de Mayo de 2014 (Última actualización)

|                             |                                                       |                  |           |
|-----------------------------|-------------------------------------------------------|------------------|-----------|
| Propietario / Remitente     | Sra. LEYDI JHOANA VELASCO / Sra. LEYDI JHOANA VELASCO |                  |           |
| Identificación suministrada | VINAZA                                                |                  |           |
| Descripción                 | Sólido beige                                          | No. Laboratorio  | MO 24186  |
| Fecha de Ingreso            | 08-jun-18                                             | Fecha de Entrega | 22-jun-18 |

**CARACTERIZACIÓN Y COMPOSICIÓN DE MATERIAL ORGÁNICO SÓLIDO**

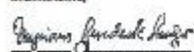
| PARÁMETRO                                         | RESULTADO | UNIDADES    | MÉTODO ANALÍTICO            |
|---------------------------------------------------|-----------|-------------|-----------------------------|
| Humedad                                           | 7,16      | %           | Gravimétrico (NTC 5167)     |
| Cenizas                                           | 44,0      | %           | Gravimétrico (NTC 5167)     |
| Pérdidas por Volatilización                       | 48,9      | %           | Gravimétrico (NTC 5167)     |
| Carbono Orgánico Oxidable Total                   | 18,4      | %           | Walkley-Black (NTC 5167)    |
| pH (pasta de saturación)                          | 4,70      | Unidades pH | Potenciométrico             |
| Densidad ( base seca - 20°C)                      | 0,72      | g/cm³       | Gravimétrico (NTC 5167)     |
| Conductividad Eléctrica                           | 27,4      | dS/m        | Potenciométrico             |
| Retención de Humedad                              | 91,8      | %           | Gravimétrico (NTC 5167)     |
| Cap. Intercambio Catiónico                        | 63,9      | (me/100g)   | Volumétrico (NTC 5167)      |
| C/N                                               | 7         |             |                             |
| N Total ( %Norg )                                 | 2,49      | %           | Sumatoria                   |
| Nitrógeno Orgánico (%Norg)                        | 2,49      | %           | Micrométrico (NTC 5167)     |
| Fósforo Total (%P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )   | 0,54      | %           | Colorimétrico (NTC 5167)    |
| Potasio total (%K <sub>2</sub> O)                 | 6,49      | %           | Abn. Atómica (NTC 5167)     |
| Calcio total (%CaO)                               | 11,4      | %           | Abn. Atómica (NTC 5167)     |
| Magnesio total (%MgO)                             | 0,23      | %           | Abn. Atómica (NTC 5167)     |
| Azufre total (%S-SD <sub>2</sub> )                | 10,4      | %           | Turbidimétrico (NTC 5167)   |
| Hierro total                                      | 0,02      | %           | Abn. Atómica (NTC 5167)     |
| Manganeso total                                   | 9,96      | mg/kg       | Abn. Atómica (NTC 5167)     |
| Cobre total                                       | 101       | mg/kg       | Abn. Atómica (NTC 5167)     |
| Zinc total                                        | 20,7      | mg/kg       | Abn. Atómica (NTC 5167)     |
| Boro total                                        | 15,4      | mg/kg       | Colorimétrico (NTC 5167)    |
| Sodio total                                       | 0,04      | %           | Emisión de Llama (NTC 5167) |
| Silice total SiO <sub>2</sub> ( extraído con HF ) | 1,50      | %           | Abn. Atómica (NTC 5167)     |
| Residuo insoluble en ácido                        | 0,76      | %           | Gravimétrico (NTC 5167)     |

OBSERVACIONES: Resultados expresados en base húmeda

\* N.D. NO DETECTADO

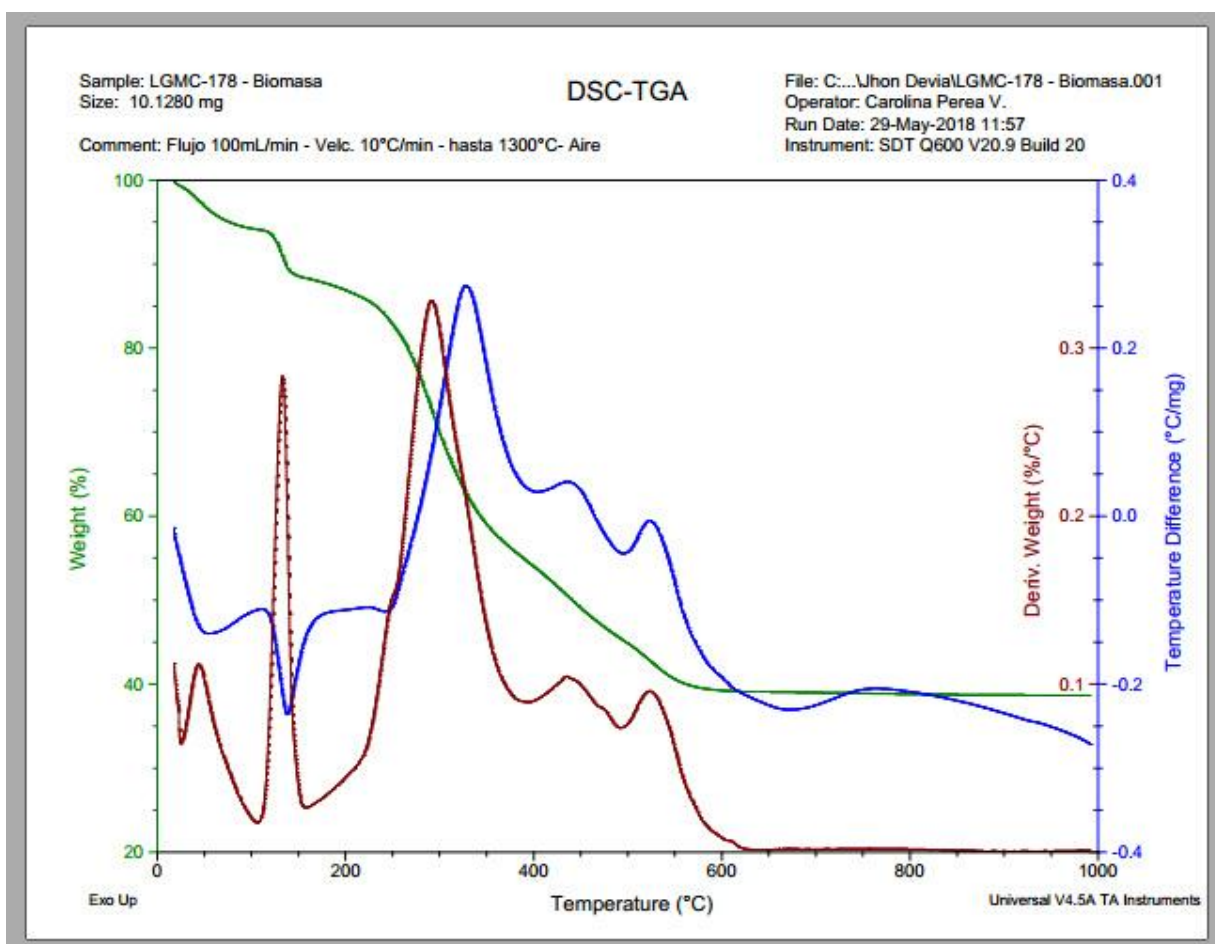
- El presente informe registra solamente los resultados de las variables solicitadas por el cliente y corresponden exclusivamente a la muestra enviada y analizada en las fechas indicadas.
- El informe solo tiene validez al estar firmado por el personal autorizado por AGRILAB LABORATORIOS S.A.S.
- El presente informe no puede ser reproducido parcial o totalmente, salvo autorización expresa por parte del laboratorio AGRILAB S.A.S.
- La fecha de ejecución de los ensayos, corresponde al periodo comprendido entre la fecha de ingreso y la fecha de emisión del presente informe de resultados.
- AGRILAB LABORATORIOS S.A.S. no presta los servicios de muestreo en campo, por lo tanto no se responsabiliza por los perjuicios derivados de dicho proceso.
- En el caso de análisis subcontratados, AGRILAB LABORATORIOS S.A.S. es responsable frente al cliente del trabajo realizado por el subcontratista, siempre y cuando este haya sido aprobado y contratado por el laboratorio.
- La verificación de análisis mediante ensayos de laboratorio se realizará máximo 15 días hábiles luego de emitido el presente informe de resultados.
- En Agrilab estamos interesados en la satisfacción de nuestros clientes. Para conocer sus inquietudes, quejas o reclamos sobre los resultados emitidos, tenemos dispuesto el siguiente correo electrónico: servicioalcliente@agrilab.com.co, por favor comuníquese con nosotros a través de este medio y con gusto le brindaremos una respuesta clara y oportuna a su solicitud.

ATENTAMENTE,

  
MYRIAM BENDECK LUGO  
Química Directora Técnica PQ-1168

Página 1 de 1

  
ÁLVARO ANDRÉS MORENO OSPINA  
Química Coordinador de áreas PQ- 5067



Anexo 11. Resultado análisis termogravimétrico biosólido extracción