

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
ESCUELA NACIONAL DE CIENCIAS QUÍMICAS

RECUPERACION
DE TARTRATOS
DE LAS HECES DE
VINO TINTO

TESIS

QUE PARA SU EXAMEN PROFESIONAL
DE QUÍMICO PRESENTA

ENRIQUE TEMIN CHAZANOVITCH

MEXICO, D. F.
1949

501



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

*A mis queridos padres
con cariño y agradecimiento
eternos.*

*Con todo cariño, a Betty,
David y Jorgito.*

*A la memoria del
inolvidable maestro,
Ing. Quím., E. Paz Herrera.*

*A mis maestros,
con sincera gratitud.*

*Con estimación,
a mis amigos y compañeros.*

I N D I C E

- CAPITULO I. *GENERALIDADES*
- a. INTRODUCCION
 - b. QUIMICA DE LOS TARTRATOS
 - c. ELABORACION DEL VINO TINTO
- CAPITULO II. *MATERIALES Y METODOS*
- a. MATERIA PRIMA
 - b. TRATAMIENTO DE LA MATERIA PRIMA
 - c. METODOS DE CONTROL
- CAPITULO III. *PARTE EXPERIMENTAL*
- CAPITULO IV. *RESULTADOS*
- CAPITULO V. *DISCUSION*
- CAPITULO VI. *CONCLUSIONES*
- CAPITULO VII. *BIBLIOGRAFIA*

CAPITULO I

GENERALIDADES

- a.* INTRODUCCION
- b.* QUIMICA DE LOS TARTRATOS
- c.* ELABORACION DEL VINO TINTO

α). INTRODUCCION

Tomando en cuenta la gran importancia industrial que están adquiriendo los tartratos y que casi toda la cantidad que de ellos se usa, se importa, y conociendo que en la República poco se producen, ya que la materia prima o se tira o se exporta para su elaboración, sería desde todos los puntos de vista conveniente su manufactura en nuestro país, y aún más si ésta proviene de una fuente abundante de material de desecho, tal como las Heces Vinícolas, ya que así se pueden obtener a un bajo costo.

La gran importancia de los tartratos estriba no sólo en su aplicación a una industria determinada, sino en que se obtienen varias sales de ellos y en que éstas y aun el ácido mismo, tienen características específicas de gran importancia, tanto para la elaboración como para el acabado de un sinnúmero de productos. Los tartratos se usan en industrias de muy variado tipo, tales como la farmacéutica, la textil, la de confitería, la fotográfica, etc.

Es, pues, mi intención cooperar a la resolución de este problema, esperando que los datos que aquí se aporten sean de alguna utilidad, ya que, si así fuere, me llenaría de una gran satisfacción.

b). QUIMICA DE LOS TARTRATOS

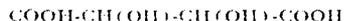
¿Qué son los tártratos?

En los círculos vinícolas se incluyen todos los materiales que contienen ácido tártrico o sus sales minerales.

Desde el tiempo de los griegos y de los romanos se conoció la existencia de la sal ácida de potasio del ácido tártrico en los depósitos formados por el jugo de la uva fermentada; Paracelsus aplicó la palabra "Tartarum" a dicho depósito; desde entonces y hasta la fecha, se han hecho gran número de estudios sobre el ácido tártrico y sus sales.

El ácido tártrico ($C_4H_6O_6$) según su fórmula bruta, está en estrecha relación con los ácidos málico y succínico, de los cuales se diferencia únicamente por tener uno y dos átomos de oxígeno más respectivamente, los cuales están en forma de grupo hidroxilo, pudiéndose llamar también, por lo tanto, el ácido tártrico, dióxisuccínico.

La fórmula de constitución del ácido tártrico es:



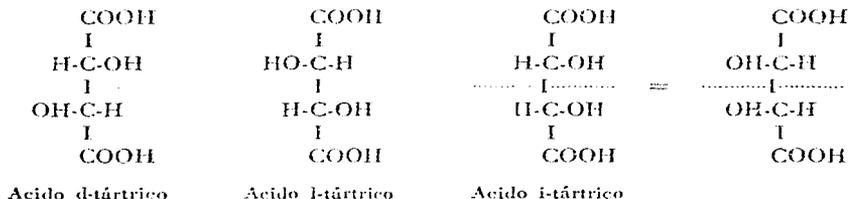
Debido a que el ácido tártrico tiene dos átomos de carbono asimétricos equivalentes, se tienen de él cuatro estereoisómeros que reciben los nombres de: ácido tártrico ordinario o tártrico dextrógiro, ácido tártrico levógiro, ácido racémico o d-l-tártrico y ácido meso-tártrico o i-tártrico.

Los dos primeros son ópticamente activos y hacen girar el plano de la luz polarizada a la derecha y a la izquierda respectivamente, y sus acciones se refuerzan mutuamente. En cambio, los otros dos son inactivos, pero ambos difieren entre sí; en efecto, hay una diferencia notable entre los isómeros ópticamente inactivos, es decir, entre

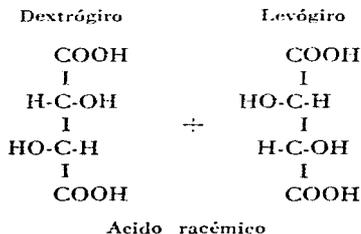
el ácido mesotártrico y el racémico. El segundo, mezcla de partes iguales del ácido dextrógiro y del levógiro, puede resolverse en sus dos componentes; en cambio el primero, inactivo por compensación, constituido por una sola clase de moléculas, no se puede desdoblarse. Se llama inactivo por compensación intramolecular, porque la rotación que determinaría hacia la derecha una mitad de su molécula, es igual y de signo contrario a la que determinaría la otra mitad, y los efectos se neutralizan, es decir, una mitad de su molécula es la imagen especular de la otra.

Se dice que el ácido tártrico racémico está compensado "exteriormente" y el i-tártrico lo está "interiormente".

Las fórmulas estructurales de los ácidos tártricos dextrógiro, levógiro y mesotártrico son las siguientes:



y la fórmula de proyección del ácido racémico es:



De todos los ácidos tártricos el más importante es el dextrógiro, por ser el que más abunda en la naturaleza, ya que los otros poco se encuentran en estado natural y para obtenerlos es necesario recurrir

a procedimientos sintéticos; siendo, pues, los tartratos que se pretenden recuperar en este trabajo, dextrógiros.

ACIDO D-TÁRTRICO.

El ácido tártrico ordinario se presenta en la naturaleza al estado libre, o más frecuentemente, al estado de sal ácida de potasio y en más pequeña proporción al estado de sal cálcica, junto con los ácidos oxálico, málico, cítrico y, probablemente, con el r-tártrico, en los tamarindos, moras, pepinos y varias otras plantas.

Se presenta en gran cantidad en el jugo de uva, de donde se precipita durante su fermentación, por ser menos soluble en los líquidos alcohólicos diluidos que en el agua, depositándose en el fondo y sobre las paredes de las cubas donde se realiza la fermentación, formando lo que se llaman las "heces" del vino, mezclas que contienen principalmente crémor tártrico y tartrato cálcico.

Los residuos de vinificación constituyen el más importante y, prácticamente, la única fuente mundial de abastecimiento de tartratos, ya que ninguna de las otras especies vegetales se cultiva con la misma abundancia que la vid, ni se acumulan los tartratos en tan gran cantidad, relativamente, como en ella. (Según Marsh el contenido de tartratos de la pulpa es mayor que el del jugo; la "vitis vinifera" contiene de 0.8-1.2% de tartrato total expresado en crémor). Además, no hay aún un proceso sintético lo suficientemente barato para competir con la fuente natural de extracción.

El ácido tártrico forma hermosos cristales transparentes, incoloros, de sabor ácido marcado y agradable, de peso específico 1.760, pertenecientes al sistema monoclinico. No contienen agua de cristalización y son inalterables al aire.

Es muy soluble en agua, igual que el levógiro, pero más que el racémico; también se disuelve sin trabajo en alcohol: 100 partes de alcohol a 80°% disuelven, a 15°C, 49 partes de ácido tártrico, quedando una disolución de densidad de 0.99. Es muy poco soluble en éter y en los demás disolventes orgánicos.

La disolución acuosa con el tiempo se cubre de moho y puede transformarse en ácido succínico $\text{COOH-CH}_2\text{-CH}_2\text{-COOH}$, por la acción de ciertas bacterias; lo anterior puede impedirse agregando soluciones antisépticas en pequeñas cantidades, como fenol, ácido salicílico, sulfito de sodio, etc.

GRAMOS DE $C_6H_8O_6$ SOLUBLES EN 100 GR. DE AGUA (13)

t°C.	DEXTRO Y LEVOGIRO	RACEMICO ANHIDRO E HIDRATADO
0	115.04	8.16
10	125.72	12.32
20	139.44	18.00
25	147.44	21.40
30	156.20	25.20
40	176.00	37.00
50	195.00	50.00
60	217.55	64.52
70	243.66	80.56
80	273.33	98.12
90	306.56	117.20
100	343.35	137.80

El ácido que más lo solubiliza es el clorhídrico.

El ácido tártrico no actúa sobre la luz polarizada, pero fundido o disuelto tiene poder rotatorio, el cual aumenta al aumentar la temperatura y la concentración. A una solución al 20% corresponde una rotación específica de 12°.

Funde entre 168° y 170°C. difundiendo un olor particular a pan quemado (que lo distingue de los citratos los cuales dan olor acre) a temperaturas no muy superiores a su punto de fusión, el ácido tártrico se transforma, sin cambiar su constitución, en ácido metatártrico, modificación amorfa, que por enfriamiento da una masa gomosa e higroscópica que funde a 120°C y ópticamente es también dextrógira. Por calentamiento a más de 170° se producen anhídridos, como el ácido ditártrico $C_8H_{10}O_{11}$; por encima de 180°C y por pérdida de una molécula de agua entre dos grupos carboxilos, da el anhídrido tártrico $C_6H_6O_5$ o ácido tatrécico $C_8H_8O_{10}$, que por ebullición con agua se transforman todos nuevamente en ácido tártrico. Finalmente, por destilación seca, junto con otras materias, tales como bisulfato potásico, se produce ácido pirotártrico, $COOH-CH_2-CH(CH_3)-COOH$ y pirúvico $CH_3-CO-COOH$. Este último se forma también si se calienta ácido tártrico con ácido clorhídrico a 180°. Es probable que para la formación del pirúvico primero se pierda una molécula de CO_2 , dando ácido glicérico $CH_2OH-CHOH-COOH$ y luego una de agua para obtener el pirúvico; o bien, perder antes una de agua para obtener el ácido oxalacético $COOH-CH=C(OH)COOH$ y luego una de CO_2 para el pirúvico, $COOH-CH_2-CO-COOH$.

Por calentamiento con agua, lejías alcalinas, o ácidos diluidos, el ácido tártrico se transforma en ácido racémico o en ácido mesotártrico.

Por oxidación de la solución de una sal amoniacal de tártrico con carbonato de plata, se produce ácido oxálico: COOH-COOH ; como ulteriores productos de la oxidación resultan según las diferentes condiciones del experimento glioxal: HOC-COH y ácido dioximaléico: $\text{HOOC-C(OH)-C(OH)-COOH}$.

El tártrico en disolución amoniacal reduce en caliente las sales de plata, por lo cual se utiliza para el "plateado" de los espejos; también reduce a la ebullición el cloruro de oro y el de platino.

Con ácido yodhídrico se reduce a ácido succínico, pasando por el ácido málico: $\text{COOH-CH}_2\text{-CHOH-COOH}$.

El ácido tártrico por sus grupos alcohólicos impide la precipitación de gran número de óxidos metálicos por los álcalis a causa de formar con ellos sales dobles, en las cuales los metales no constituyen ya catión, sino que se encuentran formando parte del anión complejo. Por ejemplo: con el óxido de cobre del reactivo de Fehling (formado de una solución de hidróxido de sodio, sulfato de cobre y tartrato sodio-potásico) se forma el compuesto $\text{NaOOC-CHO-Cu-OHC-COOK}$, intensamente azul y soluble, pero no precipitable por los álcalis. El cobre se encuentra formando el anión complejo $\text{-OOC-CHO-Cu-OHC-COO-}$.

El ácido tártrico contiene cuatro átomos de hidrógeno que pueden ser reemplazados por metales, pero sólo dos de éstos están en grupos carboxílicos, y por esto el ácido es dibásico, formando dos series de sales, los tartratos y los bitartratos. Se conocen también sales "sobrebásicas", en las cuales, además, el hidrógeno de los grupos hidroxilos ha sido substituído también. Lo mismo que el ácido tártrico, los tartratos desvían a la derecha el plano de la polarización de la luz, a causa de ser hemihédricos los cristales.

Mientras que las sales neutras de los metales alcalinos son fácilmente solubles en agua, las sales ácidas se disuelven con dificultad; las sales neutras de los metales usuales se disuelven poco o nada en el agua; se disuelven sólo por adición de ácidos tártrico, clorhídrico o nítrico.

Entre las sales que forma el ácido tártrico y que, por encontrarse en las heces del vino, son importantes para este estudio, tenemos principalmente el bitartrato de potasio $\text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$, y el tartrato de cal-

cio $\text{CaC}_2\text{H}_3\text{O}_6 + 4\text{H}_2\text{O}$, de los cuales voy a citar enseguida algunas generalidades.

El $\text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ es el compuesto tártrico que en más abundancia se encuentra en la vid, y, por lo tanto, también en las heces. Se forma debido a que el ácido tártrico no puede existir en libertad, ya que en ellas hay sales de potasio y éstas, en presencia del ácido tártrico, in-

El bitartrato de potasio (cremor tártrico) forma un polvo fino y cristaliza en agregados de pequeños y duros prismas rómbicos blancos, cuyo peso específico es de 1.956. Es bastante soluble en agua y mucho menos en alcohol, debiéndose a esto su precipitación durante la fermentación, pues en ésta hay aumento en la concentración de alcohol.

I.—Gramos de $\text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ disueltos por 100 cc. de agua.

(6)

II.—Gramos de $\text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ disueltos por 100 gr. de solución alcohólica al 10%.

t°C.	I	II
0	0.320	0.141
5	0.360	0.175
10	0.400	0.212
15	0.470	0.253
20	0.570	0.305
25	0.680	0.372
30	0.900	0.460
40	1.310	0.570
50	1.810	0.710
60	2.400	"
70	3.200	"
80	4.400	"
90	5.200	"
100	6.500	"

La solubilidad aumenta en soluciones de ácidos minerales, pero es completamente insoluble en álcalis; de entre los ácidos, el que más lo solubiliza es el clorhídrico.

Solubilidad de $\text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ en HCl . (13)

gr. de HCl en 100 gr. de solución	gr. de $\text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ que se A 22°C .	disuelven A 80°C .
0.00	0.60	4.02
0.68	3.01	5.35
2.15	6.88	11.35
4.26	11.19	20.23
8.36	22.75	40.93
16.13	48.31	80.12

Una solución alcohólica de acetato potásico transforma en parte, el bitartrato de potasio en tartrato neutro, pero la presencia de ácido acético libre impide tal transformación.

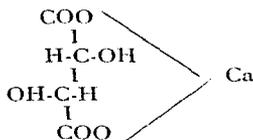
El tartrato cálcico ($\text{CaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 + 4\text{H}_2\text{O}$), se presenta en pequeñas cantidades en muchas plantas y también se encuentra en las heces como se ha indicado anteriormente.

Cristaliza en prismas rómbicos o en pirámides, pero se deposita con frecuencia, de las soluciones diluidas, en agregados de agujas radiales que gradualmente se convierten en pirámides aisladas o en prismas. Tiene un índice de refracción de 1.535. El tartrato de calcio es muy poco soluble en agua, como se ve en la siguiente tabla: (13)

$t^\circ\text{C}$.	gr. de $\text{CaK}_4\text{H}_4\text{O}_6$ solubles en 100 cc. de agua
0	0.0365
10	0.0401
20	0.0475
25	0.0525
30	0.0631
40	0.0875
50	0.1100
60	0.1262
70	0.1430
80	0.1799
85	0.2190

Es soluble en los ácidos clorhídrico y acético, y en el bitartrato de potasio (por eso se encuentra en las heces); también lo es en cloruro

de amonio y en los álcalis en frío, precipitándose de estos últimos por ebullición. (16)



Los cloruros alcalinos lo disuelven más fácilmente que el agua. Una solución neutra de cloruro cúprico lo convierte por digestión en tartrato cúprico insoluble; esta reacción lo distingue del citrato cálcico.

El tartrato de calcio cristalizado comienza a perder una parte de agua de cristalización a 65°; a 110° pierde el 15% y a 130° la pierde toda.

El tartrato cálcico es propenso a sufrir descomposición tanto por los microorganismos anaerobios, que dan ácidos fórmico, butírico, acético y ácidos grasos superiores, pero no ácido propiónico; como por los microorganismos aerobios, obteniéndose, como producto último, carbonato de calcio. El *Bacillus tartaricus*, que puede ser aerobio y anaerobio, pero que es más activo en el primer estado, descompone el tartrato de calcio con formación de ácidos acético y succínico, anhídrido carbónico e hidrógeno.

Sobre los otros tres ácidos tártricos, que industrialmente son de poca importancia, ya que poco se producen, pues para obtenerlos hay que recurrir a procedimientos sintéticos, y para este trabajo tampoco interesan sobremanera, podemos decir, para completar este capítulo, brevemente, lo siguiente:

Acido l-tártrico.

Se ha encontrado en la naturaleza únicamente en una especie de *Bauhinia*, perteneciente a la familia de las leguminosas. Se obtiene separándolo del ácido racémico por alguno de los métodos de Pasteur.

Todas las propiedades del ácido levotártrico y de sus sales son idénticas a las del ácido dextrógiro, menos dos, a saber: su poder rotatorio, que tiene la misma magnitud, pero de sentido contrario, y,

además, las sales que forman el ácido levógiro con los alcaloides activos son un poco más solubles que las correspondientes al ácido dextrógiro.

Acido meso-tártrico.

El ácido meso-tártrico no se encuentra en la naturaleza, sino que hay que prepararlo sintéticamente. Fué obtenido por primera vez por Pasteur en 1853, junto con el racémico, calentando el d-tartrato o levógiro de cincoína, por algún tiempo, a 170°. La mayor parte de sus métodos de obtención resultan también de la preparación del ácido racémico. Se obtienen también por oxidación moderada del ácido maleico con agua oxigenada:



Cristaliza en placas rectangulares del sistema monoclinico, con una molécula de agua de cristalización; funde a 140°C; al fundirse pierde el agua de cristalización; su peso específico es 1.666. Es ligeramente menos soluble en el agua que el tártrico ordinario; a 20°C y en 100 cc. de agua se disuelven 120 gr. Los mesotartratos se parecen a los tartratos, excepto en su solubilidad y en el número de moléculas de agua de cristalización. Así, la sal cálcica contiene 3H₂O y a semejanza de la sal potásica, es más soluble que la correspondiente del ácido tártrico.

Acido racémico-tártrico.

Existe, al parecer, en cierta cantidad en el jugo de uva, pero se produce principalmente durante la fermentación. Se puede encontrar en los productos secundarios de la fabricación del ácido tártrico, pero por excelencia no es producto natural; se origina más bien por calefacción del d-tártrico. La conversión en racémico se basa en la transformación del 50% del d-tártrico en la modificación levógira. Hay varios procedimientos para obtenerlos sintéticamente y todos ellos conducen a una formación simultánea del mesotártrico.

Se obtiene mezclando soluciones equimoleculares de ácidos dextro y levo-tártrico; al mezclarlas se desprende calor y se separa cristalizado el racémico, menos soluble. Se origina también, hirviendo a re-

flujo ácido d-tárrico por algunas horas (2-3) con un gran exceso de disolución de NaOH o KOH (Síntesis de Holleman).

Por adición de bromo al ácido fumárico y al maleico se originan ácidos dibromosuccínicos cuyas sales de plata, por ebullición con agua, suministran al mismo tiempo ácidos racémico y mesotárrico. Por oxidación con KMnO_4 o con clorato de potasio y tetróxido de osmio (OsO_4), como catalizador del fumárico y maléico, se obtienen racémico y mesotárrico, respectivamente.

El ácido racémico cristaliza en grandes placas pertenecientes al sistema triclinico, las cuales contienen una molécula de agua de cristalización. Es menos soluble en el agua y el alcohol que el ácido tárrico; su punto de fusión es alrededor de 205°C . Su peso específico es de 1.697. Las reacciones a que da lugar son las mismas que las del tárrico. Los racematos se parecen en la mayor parte de los aspectos a los tartratos, pero difieren en su solubilidad, siendo menos solubles, y en el número de moléculas de agua de cristalización. El racemato de calcio cristaliza en agujas finas que contienen $4\text{H}_2\text{O}$ y es aún menos soluble que el tartrato cálcico.

Por otra parte existen varios procedimientos para separar los dos compuestos ópticamente activos del ácido racémico. Citaré tres métodos debidos a Pasteur.

a). Por destrucción de uno de los componentes: Si colocamos en una solución de ácido racémico un cultivo de *Penicillium glaucum*, éste continúa su desarrollo a expensas de la forma dextrógrica, quedando en solución el ácido tárrico levógiro. El inconveniente de este procedimiento es que se pierde una de las dos formas.

b). Tratando el ácido racémico por una base ópticamente activa: estricnina, cinconina, brucina, quinina, etc. Se forman las correspondientes sales dextrógras y levógras que por cristalización fraccionada pueden separarse. Si se trata por la cinconina, primero cristaliza el l-tartrato de cinconina por ser menos soluble. Tratando por la quinina se obtiene primero la cristalización del d-tartrato de quinina.

c). Formando sales para lograr la obtención de los dos enantioestereómeros como cristales separados que se distinguen por sus caras hemiédricas colocadas en sentido opuesto. Así, provocando la cristalización del r-tartrato de amonio y sodio $\text{Na}(\text{NH}_4)\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot \text{H}_2\text{O}$ a una temperatura menor de 28°C se obtiene una mezcla de cristales dextrógiros y levógiros que pueden escogerse.

El ácido tártrico y los tartratos son bastante empleados en varias industrias. Usase en notables cantidades en substitución del cítrico, más caro, en la preparación de bebidas, licores y limonadas. Consúmese en gran cantidad en el mordentado de la lana y seda, para reducir las sales de cromo, etc. Se usa para abrillantar el color de la seda después de teñida y para suavizar las fibras de algodón. También se usa para fabricar polvos laxantes, polvos para hornear, colorantes, en galvanoplastia, en fotografía para revelar y desarrollar, como reactivo, etc. De aquí que sea muy importante su producción, especialmente en México, ya que toda la cantidad que de él se emplea es importada.

En 1948 se importaron 2.010,650 kg. de tartratos en general, con un valor de factura por \$6.045,620.00, pagando además \$0.03 por kg. más 10% de impuesto "ad-valorem". Alrededor del 50% se importa de Estados Unidos, trayéndose también de Italia, España, Países Bajos e Inglaterra.

c). ELABORACION DEL VINO TINTO

Ya que la materia prima, para este trabajo, son las "heces de vino tinto", es conveniente conocer, aunque sea someramente, el proceso de elaboración de éste. (1, 11, 12).

En la actualidad, donde mayor interés se ha puesto por intensificar el cultivo de la vid y la fabricación del vino es principalmente en el Norte de la República, comprendiendo los estados de Coahuila, Chihuahua, Territorio de Baja California y, además, algunos estados del centro del país.

Para la fabricación del vino, como se sabe, la uva es la materia prima, la cual está constituida por el "raspón" y los granos. El raspón, que es el pedúnculo de la uva tiene por función nutrir a los granos y está constituido por la clorofila; cuando está verde contiene, además, ácido tártrico, bitartrato de potasio y tanino, los cuales disminuyen con la maduración. Los granos están formados por el pellejo u hollejo, la pulpa y el granillo. En el hollejo encontramos ácido tártrico y málico, bitartrato de potasio, tanino y la materia colorante; en las capas más internas encontramos las substancias olorantes, las cuales se difunden en la pulpa al avanzar la maduración. La pulpa tiene consistencia variable, según las variedades, y supone del 85 al 90% del peso total del grano; está formada por el líquido celular llamado *mosto* (en la industria vitivinicultora) el cual es más denso que el agua y tiene una composición muy compleja; éste, después de la fermentación del azúcar, se transforma en vino, dependiendo sus cualidades de las del mosto. La riqueza azucarada del mosto tiene cierta relación con la cantidad de alcohol que tendrá el vino, lo mismo que el crémor, la glicerina y el extracto, pues la cantidad de éstos está ligada con la cantidad de alcohol.

El vino tinto se caracteriza por su color, olor y sabor específicos, y por tener una graduación alcohólica no menor de 11%.

En la elaboración del vino tinto, el mosto es fermentado con la

cáscara y semilla, en contraposición del vino blanco en el cual el mosto es fermentado libre de ellas.

El proceso de elaboración del vino tinto, comprende los siguientes pasos:

1. Recolección, transporte y estrujado.
2. Adición de antiséptico, de cepa pura, aereación y fermentación tumultuosa.
3. Derramamiento (fermentación lenta o posterior)
4. Trasiego.
5. Encolado (clarificación).
6. Colado (filtración).
7. Embotellado.
8. Pasteurización y añejado.

1.—RECOLECCIÓN, TRANSPORTE Y ESTRUJADO

Una vez recolectadas las uvas en el plazo conveniente, teniendo en cuenta las condiciones climatológicas y hecha la selección de las que van a servir para la fabricación, son asoleadas y llevadas a los “lagares”, que son tanques destinados a la acción del estrujado.

El procedimiento antiguo consistía en el aplastamiento de la uva, extendida en tablas inclinadas, por medio de los pies descalzos. Este método se desechó por lo antihigiénico, lento y costoso. En la actualidad se recurre a medios mecánicos que facilitan notablemente el estrujado.

2.—ADICIÓN DE ANTISÉPTICO, DE CEPA PURA, AEREACIÓN Y FERMENTACIÓN TUMULTUOSA

El producto obtenido en la operación 1, que constituye el jugo de las uvas o mosto, es puesto en las cubas de fermentación. Estas cubas deberán estar descubiertas pues las levaduras que la provocan son aerobias (*Saccharomyces ellipsoideus*).

El carácter químico y fundamental de la fermentación es la transformación del azúcar en alcohol y gas carbónico.

Debido a que las uvas y, por lo tanto, el mosto, también contienen una flora silvestre de hongos, levaduras y bacterias, para obtener un buen vino y evitar contaminaciones es necesario inhibir su desarrollo y, por lo tanto, antes de que se inicie la fermentación se trata el mosto con ciertos antisépticos tales como bióxido de azufre, sulfitos o meta-sulfitos de sodio o potasio. En algunas ocasiones, y dependiendo del tipo de vino que se quiera obtener, se agrega yeso (CaSO_4); éste, al mismo tiempo que sirve como antiséptico, aumenta la acidez del vino, impidiendo la separación del bitartrato de potasio, ya que se produce ácido tártrico que sí es soluble en el vino:



Una vez hecho lo anterior, ya se puede pasar a inocular al mosto con la levadura que va a provocar la fermentación; generalmente se usa *Saccharomyces ellipsoideus* y alguna de sus variedades, tales como Burgundy, Tokay, etc. La cantidad de "pie de cuba" es alrededor de 2 a 3% del mosto.

La fermentación exige la cooperación de varios elementos para realizarse; ellos son: azúcar, microorganismo, agua, aire y determinada temperatura.

Las tres primeras condiciones mencionadas las reúne el mosto, así como también la cantidad de aire requerido que ha sido absorbido en el momento del estrujado. Es necesario regular la temperatura, tomando los límites en que se encuentra comprendida la fermentación.

TEMPERATURAS DE FERMENTACION (°C)

Mínima	Óptima	Máxima	Dstrucción
15	30	35	50-60
18			

Para regularizar la temperatura, si ésta es alta, se puede recurrir a medios de refrigeración tales como la aereación, la ventilación o el enfriamiento por medio de serpentines refrigerantes instalados en las cubas. En el caso de que la temperatura sea baja, entonces es preciso un ligero calentamiento.

Cuando la temperatura es elevada se obtienen productos de fermentación indeseables producidos por gérmenes que contaminan al

vino, el cual, al ser expuesto al aire, sufre alteraciones rápidamente. Con la aereación ligera del mosto se consigue dar vigor a las levaduras.

Las cubas de fermentación tienen generalmente la forma de un cono truncado y pueden ser metálicas, de madera o cemento armado, con la condición de que no sean atacables por los ácidos del mosto. Se recomienda el uso de cubas de níquel, bronce o acero. La fermentación dura entre diez y quince días, requiriendo menos tiempo en el verano que en el invierno.

Al mosto, antes de que entre en fermentación, es conveniente determinarle su densidad, para que se conozca la riqueza en azúcar. La concentración óptima es de 22° Balling.

En la fermentación tumultuosa y a consecuencia de las grandes cantidades de gas carbónico que se desprenden, la masa total se divide en dos capas: la inferior, formada por el mosto, y la superior por las películas, semillas y "raspas" (orujo); generalmente esta capa toma la forma caprichosa de un sombrero.

Cuando la fermentación está avanzada desaparece por completo el azúcar de uva, o glucosa, para dar nacimiento en su lugar al alcohol.



Se considera como terminada la fermentación cuando la densidad del mosto sea de 0-4° Balling y cuando no reduce el licor de Fehling. La falta de reducción no siempre se llega a conseguir.

Esta parte del proceso puede considerarse terminada, cuando haya cesado la fermentación tumultuosa y el oído no perciba desprendimiento de gas carbónico; observándose la aparición de unas cuantas burbujas en la superficie.

3.—DERRAMAMIENTO (FERMENTACIÓN LENTA O POSTERIOR)

El líquido obtenido de la fermentación (vino nuevo) es trasladado a barricas y abandonado al reposo por espacio de algunos meses, durante los cuales se efectúa la fermentación lenta o posterior.

Mediante el reposo se consigue la formación de un depósito constituido por las "heces" o residuos. En parte también en esta fase del proceso, se inicia la clarificación del vino.

4.—TRASIEGO

Hecha la primera clarificación por reposo, el vino es trasegado en nuevas barricas con bastantes precauciones, para no dejar pasar los residuos pesados de las vasijas primitivas. El trasego tiene por objeto principal obtener el vino más limpio y separar las "heces".

Cuando el vino presenta indicios de no tener fermentación sorda, conociéndose esto por la atenuación de su fuerte color, se pone en barricas que se cierran herméticamente o bien se hace uso de toneles, que se ponen un poco inclinados para evitar la entrada directa del aire.

En estas condiciones el vino puede ser consumido inmediatamente (vino tinto común) o se le deja envejecer para la formación de su aroma y hacerlo, por consiguiente, de mejor calidad (vino tinto fino).

El envejecimiento puede durar años. Pero es conveniente hacer uno o dos trasegos por año (en otoño y en primavera), usando barriles propios y azufrados, es decir, en los cuales se haya quemado una "mecha azufrada" o bien, toneles vidriados.

5.—ENCOLADO (CLARIFICACIÓN)

La finalidad de un buen encolado consiste en que, una vez terminada la operación, no quede en el vino ninguna de las sustancias empleadas para clarificarlo.

El encolado tiene por objeto la clarificación del vino, dándole mayor limpidez y un brillo característico natural, y, además, que se separe el exceso de bitartrato de potasio.

Tres procedimientos pueden efectuarlo: rodamiento de los barriles conteniendo el vino, la acción del frío y, por último, la acción del calor.

En el primer caso, si la sedimentación de las heces es lenta, se apresura mediante el rodamiento del barril; entonces las materias en suspensión se aglomeran más y se depositan sin dificultad en el fondo.

Empleando los agentes físicos, calor y frío, se obtienen resultados satisfactorios. Cuando se emplea el calor, es necesaria una temperatura entre 60 y 70°C que apresura la formación de los coágulos de albúmina y de mucilago que tienden a caer al fondo. Es necesario tener en cuenta que muchos vinos se clarifican disminuyendo durante

varios días, y a menudo semanas, la temperatura de las bodegas en que están almacenados. El empleo de estos métodos físicos son la causa de que no se logre una buena clarificación en algunas ocasiones; entonces se recurre a los distintos clarificantes que por arrastre fijan las materias tenues causantes del enturbiamiento e incapaces de precipitarse por sí solas. La adición debe hacerse en el seno del líquido y en recipientes cerrados.

Los clarificantes empleados han sido diversos. Los que más utilidad reportan son: la sangre de buey, leche, caseína en polvo, cola de pescado, gelatina, tierra de infusorios, bentonita, etc.

Como substancias de ventajas magníficas se recomiendan la bentonita y la albúmina o clara de huevo, que no son capaces de llevar al vino substancias extrañas o microorganismos sino, por el contrario, lo desembarazan de ellos. Su acción aunque es menos enérgica que la de la sangre y la de la leche, es más perfecta.

El encolado se efectúa en un período relativamente corto, comprendido entre quince a veinte días, y se lleva a cabo vertiendo sucesivamente cantidades del clarificante y agitándolo en el barril.

Se emplean batidores que, introducidos en los toneles del vino, trabajan mecánicamente. Los coágulos o grumos formados, van depositándose en el interior de la cuba; y mientras esto se observe la precipitación no ha terminado.

El encolado no modifica los componentes del vino, excepción hecha de la disminución de la acidez.

6.—COLADO (FILTRACIÓN)

Cuando el vino está completamente clarificado se procede a quitarle las partículas formadas, bien colándolo de una manera sencilla, por medio de mallas, o bien, filtrándolo en barriles azufrados para impedir toda fermentación subsecuente.

7.—EMBOTELLADO

Durante el tiempo que el vino se envejece en los barriles, es muy común que las paredes de éstos absorban pequeñas cantidades de líquido. El vacío que deja se llena de aire, cuyo oxígeno es absorbido de manera rápida. Esta es la causa de que más tarde se desarrolle

en la superficie del vino el "Mycoderma vini" o "flor de vino" y el "Mycoderma aceti", ambos perjudiciales. En vista de esto, es de recomendarse, pues, el que los toneles estén siempre llenos.

Las botellas destinadas al relleno deben ser oscuras y desinfectadas o bien azufradas, para la mejor conservación del vino. Los tapones deberán ser nuevos, siendo previamente lavados con agua hervida y puestos a macerar en el vino.

Cuando se juzga que la oxidación lenta ha sido suficiente para el envejecimiento del vino, se procede entonces al embotellado, haciendo uso de aparatos especiales. En la clausura de las botellas se debe tener cuidado de que no quede aire, pues en caso de encerrar aun pequeñas cantidades, el vino pierde sus cualidades, presentando un olor a moho. Esa alternación lleva el nombre de "enfermedad de la botella".

8.—PASTEURIZACIÓN Y AÑEJADO

Se procede después del embotellamiento a la operación última, a la pasteurización del vino; ésta se hace generalmente por 30 min. y a 60°C. Por este camino se consigue la completa destrucción de los microorganismos, y se asegura a la vez la conservación del vino, el cual, una vez que ha salido del paso anterior, se embodega el tiempo necesario para el envejecimiento (a veces hasta cinco o diez años) y está listo para el mercado.

CAPITULO II

MATERIALES Y METODOS

- a.* MATERIA PRIMA
- b.* TRATAMIENTO DE LA MATERIA PRIMA
- c.* METODOS DE CONTROL

MATERIALES Y METODOS

a) MATERIA PRIMA

El material que se utilizó para la recuperación de tartratos fueron las heces del vino tinto que como residuo tiene la Fábrica de Vino Misión de Santo Tomás, S. A.

Las heces, como ya sabemos, son el sedimento que se obtiene en el trasiego del vino nuevo, cuando ha terminado o se ha paralizado la fermentación alcohólica.

Las heces del vino nuevo son del color del vino de que provengan, y están formadas por células de fermento alcohólico, fragmentos de hollejo o de pulpa, granilla, cristales de bitartrato de potasio y tartrato cálcico, partículas de materia colorante y substancia amorfa (12).

El contenido en bitartrato de potasio y tartrato cálcico, es muy variable y depende de la uva y del método de vinificación empleados; generalmente la concentración de ambos, es decir, del ácido tártrico total es mayor en heces de vino tinto que de blanco, ya que en la fermentación del primero también entra la cascarilla y ésta contiene bastante tártrico adherido a ella. La concentración de tartrato cálcico en las heces es casi siempre pequeña; sólo en el caso de que provenga de vinos enyesados o de uvas que vegetan en terrenos yesosos o calizos es un poco mayor. Esto se determina en un análisis previo a la extracción y es muy importante saberlo, ya que si la concentración de tartrato de calcio es ínfima, se puede despreciar y la extracción se limita a la recuperación del bitartrato de potasio. La concentración de ácido tártrico total en las heces oscila entre 15 y 30% (15).

Las heces, para su tratamiento, se reciben secas; para eso se prensan primeramente usando sacos de tela grosera, para separar el vino embebido (el cual se puede utilizar para la preparación de "aguapies" o para la elaboración de vinos de segunda cuba) y luego se desecan en capas delgadas, en secadores de calor seco o bien al aire libre, mediante el calor del sol, y se entregan al mercado en trozos irregulares de tamaño aproximado a la mano (12). En caso de que el tratamiento no sea inmediato y se requiera conservar por algún tiempo las heces, es conveniente colocarlas debidamente secas en bodegas de almacenamiento, en donde, y en envases azufrados, se amontonan en profundas y compactas capas, con el objeto de impedir la acción destructora de ciertas levaduras y bacterias (aerobias y anaerobias que aun las heces sanas contienen siempre en pequeña cantidad) que harían bajar su valor comercial (8).

b) TRATAMIENTO DE LA MATERIA PRIMA

Las heces, para la recuperación de los tartratos, pueden tratarse por distintos métodos; uno de los más económicos y que mejores resultados da, es el debido a Marsh y Guadagni (8) y se basa en la recuperación de los tartratos en forma de tartrato cálcico, siendo éste el procedimiento que voy a seguir en este trabajo.

La técnica del proceso total, en sus lineamientos generales, puede resumirse en las siguientes operaciones:

1. Molienda.
2. Extracción (solubilización).
3. Clarificación (decoloración).
4. Precipitación (cristalización).
5. Lavado.
6. Secado.

Estas operaciones deben verificarse en el orden anterior para que se obtenga un buen rendimiento.

1.—MOLIENDA

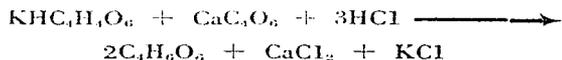
Las heces se reciben en grandes trozos; por lo tanto, para facilitar su tratamiento se deben moler lo más finamente posible; esto tiene por objeto aumentar la superficie de contacto, la cual, a su vez hará que sea más efectiva la extracción.

La extracción se hace aprovechando la propiedad de los tartratos de ser solubles en agua y en soluciones diluídas de ácidos minerales (principalmente en ácido clorhídrico). La extracción se puede hacer en un solo tanque o en batería de difusión y ésta puede efectuarse de una manera continua o intermitente, dependiendo esto del equipo de que se disponga.

2.—EXTRACCIÓN (SOLUBILIZACIÓN)

La solubilización se puede efectuar con agua caliente (método industrial por excelencia) o con soluciones ácidas en frío o en caliente. El medio que se use para la extracción depende de la concentración del bitartrato de potasio y del tartrato cálcico; si hay poco tartrato cálcico no es necesaria una extracción ácida; en cambio, si la concentración de éste es notable, si es conveniente, ya que el tartrato de calcio, muy poco soluble en agua, se solubiliza totalmente en ácido, siendo, por lo tanto, de esta manera la recuperación más completa.

Al tratar con solución ácida se solubilizan los tartratos transformándose en ácido tártrico según la siguiente reacción:



Marsh recomienda emplear la extracción intermitente y para ello da las siguientes indicaciones:

En medio acuoso:

- a. Se ponen las heces en un tanque de tamaño adecuado y se cubren con la cantidad de agua requerida.
- b. Se calienta hasta ebullición durante 30 minutos.
- c. Se filtra la solución y se lleva al tanque de clarificación.
- d. Se cubren nuevamente las heces con más agua y se hierven 30 minutos; se dejan asentar las heces y se decanta el líquido que sobrenada, que se junta con la solución de (c).
- e. Se prensan las heces-sedimento para separar todo el líquido embebido, y la solución obtenida se junta con la de (c).

La extracción ácida se hace con soluciones al 1 ó al 2% de ácido clorhídrico y en base se sigue el mismo método que para la acuosa, con la diferencia de que es en frío y la primera extracción se hace con la solución ácida y se deja reposar 5 y 2 horas respectivamente, y la segunda con agua y se deja reposar 15 horas. En caso de que se trabaje con solución ácida en caliente, para obtener el primer extracto se hierven las heces durante 1 hora (12) y el residuo se deja con agua, en frío, 30 minutos para la segunda extracción.

(Las heces-sedimentos que quedan, debido a que contienen carbohidratos solubles y vitaminas, mediante un tratamiento especial se pueden utilizar como abono y alimento para ganado (1).

3.—CLARIFICACIÓN (DECOLORACIÓN)

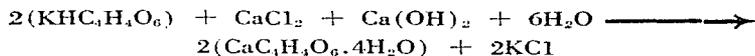
Una vez juntos los extractos y antes de proceder a la cristalización del tartrato de calcio, es necesario, con objeto de que el producto salga más puro y evitar contaminaciones, eliminar ciertas substancias, tales como mucilagos, pectinas y pigmentos colorantes, para lo cual se tratan los extractos con carbón activo, poniendo de éste de 6 a 8% del peso de las heces y se hierve 30 minutos, después de los cuales se filtra perfectamente, obteniéndose así una solución clara y brillante de la cual, y por precipitación del tartrato de calcio, se beneficiarán los tartratos.

4.—PRECIPITACIÓN (CRISTALIZACIÓN)

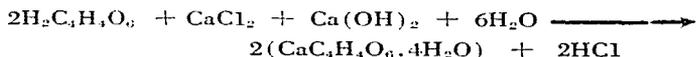
Inmediatamente después de la clarificación y sobre el extracto a la temperatura de ebullición, se efectúa la precipitación, la cual se hace con soluciones acuosas de cloruro e hidróxido de calcio, y por ningún concepto con sólo una, ya que por sí solas ninguna es capaz de una precipitación completa.

Las reacciones que se efectúan son:

a. Si la extracción fué en medio acuoso.



b. Si en medio ácido.



La cantidad de cloruro de calcio se determina estequiométricamente basándose en la concentración de bitartrato de potasio y ácido tártrico en el extracto. Halperin (3,4) recomienda un exceso de cloruro de 10%. La cantidad total de hidróxido de calcio necesario es la que ajusta el pH de la precipitación. Un correcto pH (alrededor de 4.5-5) es de primordial importancia para obtener un buen rendi-

miento, ya que hay que evitar la floculación de ciertos coloides (cuyo punto isoelectrico está alrededor de un pH de (6.2), pues éstos, al hacerlo, contaminan el precipitado y facilitan el ataque de ciertas bacterias termófilas y mesófilas, tales como algunos Clostridium y Aerobacter, los cuales pueden destruir el tartrato cálcico produciendo grandes pérdidas. Antes de la precipitación también es conveniente, para evitar contaminaciones, agregar al extracto de 200 a 300 p.p.m. de SO_2 .

El CaCl_2 se disuelve en 2 veces su peso en agua y se agrega al tanque de precipitación teniendo cuidado de hacer esto poco a poco y agitando, con el objeto de que se distribuya homogéneamente; después se agrega hidróxido de calcio hasta el pH requerido y se agita de 15 a 30 minutos para mezclar bien; se deja asentar el precipitado de 2 a 6 horas para que la precipitación sea completa.

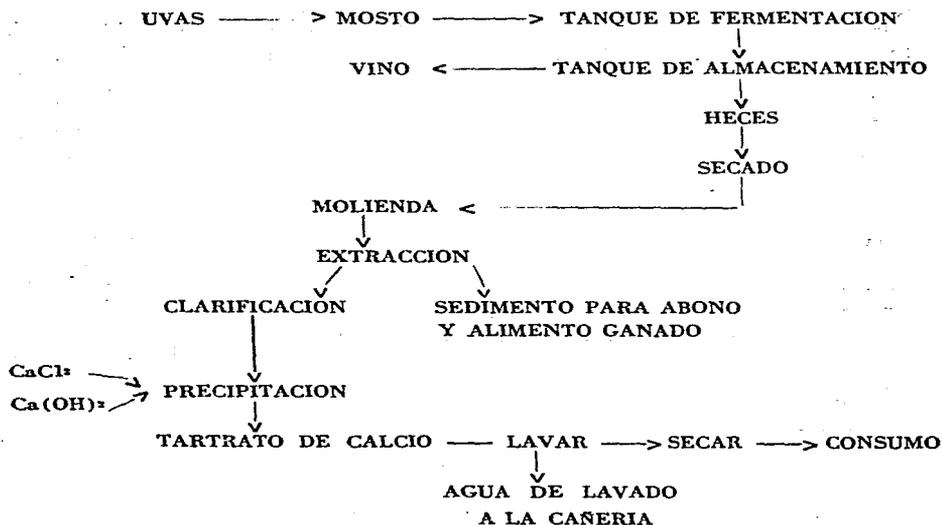
5.—LAVADO

Cuando el tartrato de calcio se ha sedimentado, el líquido sobrenadante se decanta y el tartrato es lavado tres o cuatro veces con una solución diluísima de alcohol en agua, para eliminar las substancias extrañas, así como los cloruros que pueda haber, ya que éstos se forman en el proceso, como productos secundarios de la reacción.

6.—SECADO.

El tartrato cálcico, ya limpio, se seca en la estufa con aire seco y caliente a no más de 60°C hasta quedar con menos de 5% de humedad, para evitar el ataque microbiano. Durante el secado, el tartrato cálcico se reduce a un polvo fino, después de lo cual se empaqueta y está listo para el mercado.

DIAGRAMA DE RECUPERACION DE TARTRATOS DE LAS HECES DE VINO TINTO



c). METODOS DE CONTROL

Los principales materiales que entran en la recuperación de los tartratos de las heces de vino tinto y que requieren control son:

Heces

Agua

Acido clorhídrico

Cloruro de calcio

Hidróxido de calcio

AGUA

El agua es necesario que llene los requisitos referentes a dureza y potabilidad, es decir, debe ser lo más pura posible y sobre todo exenta de cal, pues ésta descompone el bitartrato de potasio para formar tartrato de cal que se pierde en la extracción (12).



El ácido clorhídrico y el cloruro de calcio por ser reactivos químicos deben ser siempre de la misma buena calidad.

CONTROL DE CAL

Como sólo la porción CaO de la cal constituye la parte reactiva, es necesario determinar la cantidad de cal aprovechable que contiene cada partida. El método de análisis usado es el siguiente:

Se pesan aproximadamente 10 grs. de azúcar, se ponen en un matraz aforado de 100 cc. con la cantidad mínima de agua para disolver todo el azúcar; se pesa 1 gr. de cal perfectamente pulverizada y se pasa al matraz que contiene la solución de sacarosa, se

afora con agua destilada y se pone a digestión a la temperatura ambiente durante 2 horas agitándolo cada 10 minutos, al cabo de las cuales se filtra la suspensión. Se titulan 10 cc. del filtrado con una solución 0.1N de ácido clorhídrico usando fenolftaleína como indicador. La lectura de la bureta multiplicada por 0.0028 da el peso de CaO.

CONTROL DE LAS HECEs

Para el control que se lleva en las heces se hacen las determinaciones de humedad y calidad. Por lo que respecta a la humedad su control es necesario, ya que, después de ciertos límites aumentaría el costo de la materia prima y, como consecuencia, el del producto; el contenido de humedad debe ser alrededor del 5% (3). Para saber la calidad de las heces se determina su concentración en ácido tártrico total y los porcentajes que corresponden al bitartrato de potasio y al tartrato cálcico.

Para la determinación de la humedad se sigue el método de secado a la estufa a 100-110°C durante 2 horas.

ACIDO TÁRTRICO TOTAL

Una muestra homogénea de 10 g. se desintegra cuidadosamente con 250 cc. de agua, se añaden 5 cc. de ácido clorhídrico y se hierve 10 minutos. La mezcla se filtra y se transfiere a un matraz aforado de 1 litro; el residuo se lava repetidas veces juntando las aguas de lavado en el matraz hasta aforar; la solución se decolora con carbón activado y se filtra y neutraliza (pH de 4-9), y se toman alícuotas para hacer las determinaciones. El procedimiento para la determinación es el de Underhill (9); es un método colorimétrico y se basa en la valoración del color rojo característico que se desarrolla por la interacción de una solución al 5% de metavanadato de sodio y el ácido tártrico en solución acuosa, en presencia de ácido acético. A 0.5 cc. de ácido acético glacial se le añade un volumen medido de solución problema, 2 cc. de solución de metavanadato de sodio, se completa con agua a un volumen fijo y determinado y se deja reposar en la obscuridad 30 minutos para que se forme el color. De la comparación con soluciones tipo se obtiene directamente el contenido original de ácido tártrico de la muestra. El resultado obtenido se multiplica por 1.05 debido a que en la decoloración se pierde de 4-6% de ácido tártrico.

BITARTRATO DE POTASIO

Se hace por el método de Halenke-Moslinger (1). Para eso, 10 grs. de heces se ponen en un vaso de precipitados y se hierven con 500 cc. de agua durante 30 minutos; se filtra, recogiénose el filtrado en un matraz aforado de 1 litro y el residuo se vuelve a hervir con la cantidad de agua necesaria hasta que los líquidos del filtrado lleguen al aforo del matraz. De la solución obtenida se toma una alícuota de 100 cc. y se le añaden 2 cc. de ácido acético, 15 grs. de cloruro de potasio y 25 cc. de alcohol etílico en el orden citado. Se deja reposar 30 minutos a baja temperatura. Se filtran los cristales formados, se lavan (con una solución de 15 grs. de cloruro de potasio, 20 cc. de alcohol etílico y 100 cc. de agua) y luego se disuelven en 100 cc. de agua hirviente y se titula con una solución 0.1N de sosa caústica, usando fenolftaleína como indicador. La lectura de la bureta multiplicada por 0.0188 da el peso del bitartrato de potasio.

TARTRATO CÁLCICO

Se obtiene por diferencia, restando del ácido tártrico total el equivalente en éste de bitartrato de potasio.

Para la determinación de la concentración en bitartrato de potasio y ácido tártrico del extracto, así como para saber la riqueza en ácido tártrico del producto final de la recuperación, es decir, del tartrato de calcio, se emplean los métodos usados para determinaciones similares en las heces.

Con esto tenemos una idea del control químico necesario en una planta de esta naturaleza.

CAPITULO III

PARTE EXPERIMENTAL

PARTE EXPERIMENTAL

Se hizo un estudio de las mejores condiciones de recuperación en el caso específico de las heces de nuestra muestra, siguiendo para esto las normas anteriores especificadas para el tratamiento.

Para eso se hizo lo siguiente:

1. Se determinó la humedad y el contenido en ácido tártrico, bitartrato de potasio y tartrato cálcico de las heces, siguiendo los métodos indicados anteriormente.

2. Se hizo la determinación del contenido en CaO de la cal usada.

3. Las heces se sometieron a varias pruebas de extracción para encontrar las condiciones óptimas para que ésta se verifique, siguiendo el método de Marsh ya indicado en páginas anteriores.

Todas las extracciones se efectuaron sobre muestras de 20 g. de heces, y la cantidad de agua se fué variando en relación de (heces:agua) 3:1, 3.5:1, 4:1, 5:1, 8:1, 10:1 y 15:1, es decir, se efectuó la extracción con 60, 70, 80, 100, 160, 200 y 300 cc. de agua; haciéndose la primera extracción con la mitad de ésta y la segunda con la otra.

La filtración para separar la solución del residuo pastoso, se efectuó al vacío, con embudo Buchner y matraz Kitasato.

A las soluciones de extracción obtenidas se les determinó su concentración en bitartrato de potasio, sabiéndose de esta manera el por ciento que de éste se extrajo, conociendo así las mejores condiciones para la extracción.

4. Sobre varios extractos obtenidos de 20 g. de heces con 200 cc. de agua, se determinó la cantidad de carbón necesario para la clarificación; para esto se agregaron cantidades diferentes de carbón ac-

tivado (Darmstadt), se hirvió 30 minutos, se filtró y se observó el efecto de la decoloración. Las cantidades de carbón que se emplearon fueron 0.5, 0.8, 1, 1.25 y 1.5 gr.

5. Una vez hecho lo anterior y conociendo la cantidad de carbón necesaria, se determinó la pérdida de bitartrato de potasio ocasionada por la decoloración. Para eso se hicieron varios extractos a los que se determinó su concentración en bitartrato de potasio antes y después de ser tratados con carbón.

6. Conociendo ya las cantidades necesarias de agua y carbón se pasó a estudiar las mejores condiciones para la precipitación del tartrato cálcico, para lo cual se hizo una extracción a partir de 220 gr. de heces con 4200 cc. de agua, se decoloró y se determinó la concentración en bitartrato de potasio sobre 200 cc. del extracto, para saber sobre esta base la cantidad de reactivos necesaria para que se efectúe la precipitación. Se dividió la solución-extracto obtenida en 10 partes iguales, teniendo así 10 porciones de 200 cc. cada una.

a). Las 5 primeras porciones se trataron para su precipitación con la cantidad de cloruro de calcio exactamente necesaria estequiométricamente, y con hidróxido de calcio en cantidades variables para obtener los pH de 4, 4.5, 5, 5.5, 6, y 6.5.

b). Las otras 5 porciones se trataron de una manera similar, sólo con la diferencia de que la cantidad de cloruro de calcio fué aumentada en un 10%.

Se dejaron asentar los cristales 6 horas, y se separaron, lavaron y secaron a la estufa a 60°C durante 4 horas.

7.—Se pesaron los precipitados obtenidos, observando así en qué caso se obtuvo mayor peso, con o sin exceso de cloruro de calcio.

8.—Viendo que el mayor peso se obtuvo con exceso de cloruro de calcio, se determinó la riqueza en ácido tártrico de los precipitados correspondientes a esa experiencia, para saber la cantidad neta de tartrato de calcio contenido en ellos, y así conocer el mejor pH para la precipitación y el porciento de efectividad de la recuperación.

Todo lo anterior nos dará las mejores condiciones para la recuperación de productos de esta naturaleza.

CAPITULO IV

RESULTADOS

RESULTADOS

Los resultados de las experiencias efectuadas, indicadas en el capítulo anterior fueron los siguientes:

1. Las heces tienen:

Humedad	5.23%
Acido tártrico total	24.00%
Bitartrato de potasio	29.26%
Tartrato cálcico	1.13%

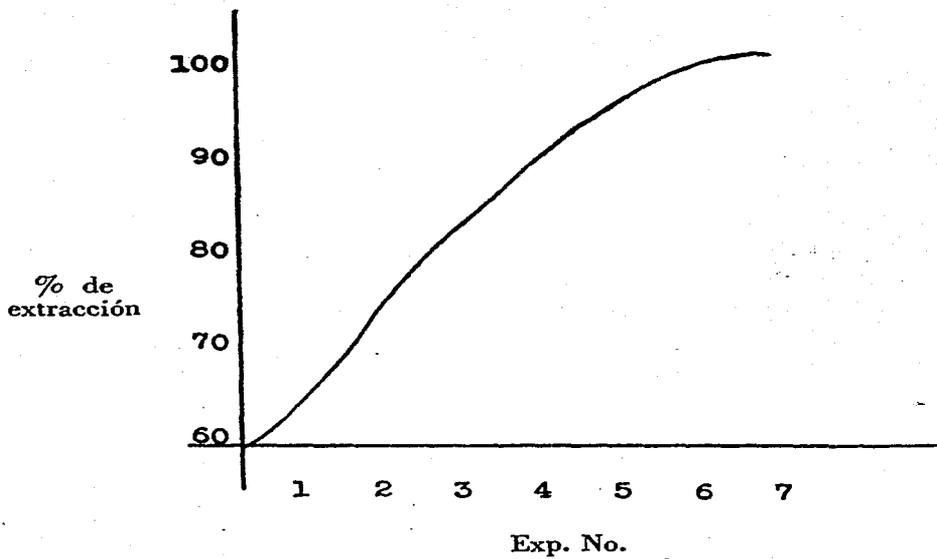
2. Se halló que el hidróxido de calcio empleado tiene un contenido de 60% de CaO.

3. Los resultados de las pruebas de extracción fueron:

Exp. No.	Relación de Agua:Heces	g. de KHT en el extr.	% de KHT extraído
1	3:1	4.03	65.0
2	3.5:1	4.27	73.0
3	4:1	4.93	82.7
4	5:1	5.19	88.6
5	8:1	5.50	94.0
6	10:1	5.78	98.9
7	15:1	5.80	99.4

Nota.—Todas las extracciones se verificaron sobre 20 g. de heces, los cuales contienen 5.85 g. de bitartrato de potasio.

KHT = bitartrato de potasio



4. Se encontró que la cantidad de carbón óptima para obtener un líquido-extracto claro, es de 1.25 gr., lo que equivale a 6.25% del peso de las heces.

5. La pérdida que ocasiona la decoloración es de 5.1% en la concentración del bitartrato de potasio en el extracto.

6 y 7. Los resultados de las pruebas de precipitación fueron:

Concentración de bitartrato de potasio en 200 cc. de extracto, equivalente a la extracción de 20 g. de heces, 5.45 g.

a). Sin exceso de cloruro de calcio.

Exp. No.	g. de CaCl_2	g. de $\text{Ca}(\text{OH})_2$	pH	peso del precipitado en g.
1	1.6	1.50	4	6.15
2	1.6	1.72	4.5	6.32
3	1.6	1.95	5	6.50
4	1.6	2.10	5.5	6.87
5	1.6	2.35	6	7.30
6	1.6	2.60	6.5	7.88

b). Con exceso de 10% de cloruro de calcio.

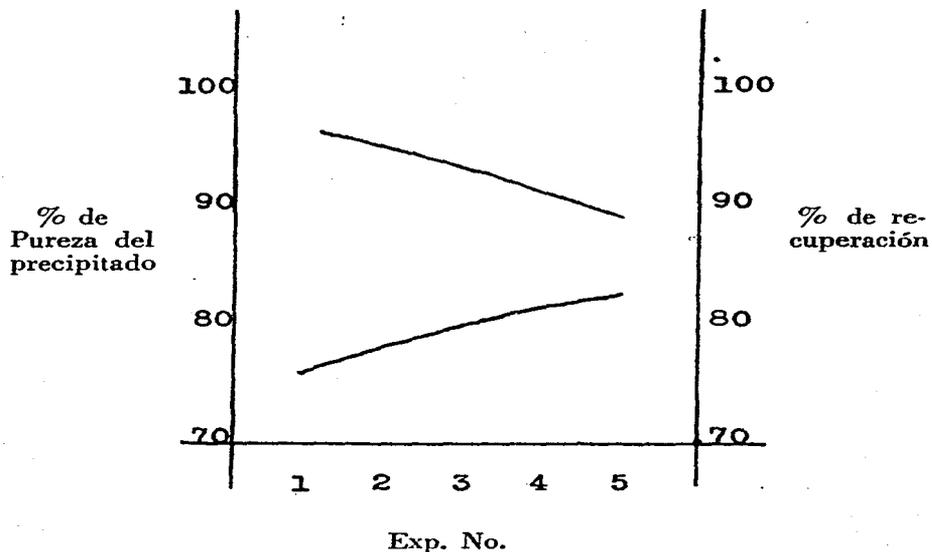
1	1.76	1.60	4	6.64
2	1.76	1.90	4.5	6.82
3	1.76	2.15	5	7.05
4	1.75	2.40	5.5	7.35
5	1.76	2.65	6	7.90
6	1.76	2.85	6.5	8.45

8. Los resultados de la recuperación son:

Exp. No. (b)	% de H_2T en el precipitado	Pureza del precipitado	g. netos de CaT en el precipitado	% de re- cuperación
1	54.0	93.9	6.24	75.0
2	53.5	93.0	6.35	76.3
3	53.0	92.1	6.50	78.1
4	52.0	90.4	6.65	80.0
5	49.5	86.1	6.80	81.5

H₂T = ácido tártrico.
CaT = tartrato cálcico.

Nota.—El por ciento de recuperación se calculó tomando como base 8.32 g. de tartrato cálcico, que es el 100% del rendimiento teórico; y refiriendo a esta cifra las diferentes cantidades recuperadas.



CAPITULO V

DISCUSION

DISCUSION

Obesrvando los resultados obtenidos en el capítulo anterior vemos que:

Las heces de nuestra muestra son de bastante buena calidad, porque tienen un alto contenido en ácido tártrico, del cual casi todo es bitartrato de potasio y sólo una cantidad ínfima corresponde al tartrato cálcico.

Debido a lo anterior, y como puede notarse, no es necesario teórica ni prácticamente efectuar tratamiento con medio ácido para la solubilización de los tartratos, ya que para la solubilización del bitartrato de potasio es suficiente un tratamiento acuoso y la cantidad de tartrato de calcio contenida en la muestra, debido a su pequeñísima concentración, puede suponerse que se disuelve totalmente en agua.

La extracción en medio acuoso debe efectuarse con agua caliente y no fría, porque en esta última disminuye en un 80% la solubilidad de los tartratos. Se puede efectuar la extracción con solución ácida si se desea, pero esto sólo es conveniente en el caso de que la concentración del tartrato cálcico sea apreciable (6%). (15).

Industrialmente se recomienda usar el medio acuoso porque el ácido aumenta más los gastos de producción, puesto que se necesita una instalación especial anticorrosiva, así como mayor gasto de reactivos, tales como ácido clorhídrico para la extracción é hidróxido de calcio para ajustar al pH requerido.

Ahora bien, viendo los datos de extracción obtenidos, concluimos que la mejor relación de agua-heces es de 10:1; porque si ésta es menor, por no ser suficiente para una solubilización completa, disminuye el porciento de extracción; y si la relación es mayor, ya no aumenta este porciento y se tendría un gasto inútil, lo cual, a su vez,

require mayores dimensiones del equipo; no teniendo, por lo tanto, objeto usar más agua que la necesaria para que se establezca la proporción antes indicada.

Por lo que se refiere a la precipitación, observando los resultados, vemos que el por ciento de la recuperación aumenta cuando ésta se hace con un exceso de 10% en la cantidad de cloruro de calcio necesaria; esto se debe a que así se disminuye la solubilidad del tartrato cálcico; no se usa más cloruro de calcio para evitar la precipitación de fosfatos y pectatos de calcio que se encuentran en solución.

Para que la reacción de precipitación sea completa, es necesario que se efectúe en un pH cercano a la neutralidad, siendo ésto imposible en nuestro caso, porque de hacerlo así se precipitarían, además, junto con el tartrato, ciertas substancias coloidales que, como ya sabemos, flocculan a un pH de 6.2 y contaminan el precipitado impuriándolo, facilitando, además, el ataque microbiano; por lo tanto, como se puede notar, para la precipitación no se trabajó a pH superior a 6.5, en el cual, a simple vista, se observó que hubo una precipitación flocculenta. De los pH restantes se obtuvo mayor rendimiento a pH 6, pero observando los resultados se ve que el pH 5 es el óptimo para la precipitación; pues de los de mayor pureza es al que le corresponde el mayor rendimiento, y aunque a pH 6 éste es mayor, se tendrá más gasto para purificarlo y mayor riesgo para su descomposición, redundando ésto en una menor ganancia. Por lo tanto se recomienda, para evitar impurezas y obtener un buen producto, trabajar a pH 5.

CAPITULO VI

CONCLUSIONES

CONCLUSIONES

Se hizo un estudio de las heces de vino tinto procedentes de la Cía. Vinícola de Sto. Tomás, S. A., con el fin de conocer las condiciones óptimas para la recuperación de tartratos.

Se encontró que contienen 24% de ácido tártrico, siendo éste un buen porcentaje para este tipo de materia prima.

Para la recuperación de los tartratos, las heces fueron sometidas a una serie de experiencias; y las condiciones más favorables fueron: extraer los tartratos con agua caliente en relación de 10:1 con respecto a las heces, clarificar el extracto y precipitar de esta solución los tartratos como tartrato cálcico, con cloruro de calcio en exceso de 10% en relación a la cantidad estequiométrica y a un pH de 5, regulado éste con hidróxido de calcio. Se obtiene así alrededor de un 80% de rendimiento en la recuperación.

Por lo tanto y concluyendo, se puede decir lo siguiente: como el rendimiento logrado es bastante considerable y se trata del beneficio de un producto de desecho, esta recuperación es conveniente desde muchos puntos de vista ya que de realizarse prácticamente en la industria vitivinicultora, constituiría la transformación de un subproducto, sin aprovechamiento actualmente, en una nueva fuente de riqueza, contribuyendo así al desarrollo industrial y económico de nuestro país.

CAPITULO VII

BIBLIOGRAFIA

1. CRUICK, W. V. "*The principles and practice of Wine Making*". The Avi Publishing Co., New York, (1947).
2. GRIFFIN, R. C. "*Technical methodes of analysis*". McGraw-Hill Book Co., Inc., New York, (1927).
3. HALPERIN, Z. "*Tartrates recovered from winery wastes*". Chem. and Met. Eng., 52 No. 9, 116-119, (1945).
4. HALPERIN, Z. "*How tartrates are recovered from winery wastes*". Food Industries. October, (1945).
5. HILL, A. G. AND KELLY, L. "*Organic Chemistry*". The Blakiston Co., Philadelphia, (1944).
6. HODGMAN CH. "*Handbook of Chemistry and Physics*". Chemical Rubber Publishing Co., Cleveland Ohio, (1945).
7. HOLLEMAN, A. F. Y RICHTER, F. "*Tratado de Química Orgánica*". Manuel Marín, Barcelona, (1942).
8. MARSH, G. L. "*Recovery of tartrates from winery wastes*". Proceedings of Institute of Food Technologists, New York, (1943).
9. MATCHET, J. R.; LEGAULT, R. R.; NIMMO, C. C., AND NOTTER, G. K. "*Tartrates from grape wastes*". Ind. Eng. Chem., 36, 871-7, (1944).
10. MOLINARI, H. "*Química General y aplicada a la industria*". Gustavo Gili, Barcelona, (1935).
11. PRESCOTT, S. C. AND DUNN, C. G. "*Industrial Microbiology*". McGraw-Hill Book Co., Inc., New York, (1940).
12. SANINO, F. A., "*Tratado de Enología*". Gustavo Gili, Barcelona, (1925).
13. SEIDELL, A. "*Solubility Tables*". D. Van Nostrand Co., Inc., New York, (1943).
14. THORPE, E. "*Enciclopedia de Química Industrial*". Ediotrial Labor, Barcelona, (1925).
15. ULLMAN, F. "*Enciclopedia de Química Industrial*". Gustavo Gili, Barcelona, (1935).
16. WHITMORE, F. C. "*Organic Chemistry*". D. Van Nostrand Co., Inc., (1938).