

Characterization of the microfiltration process for the treatment of nixtamalization wastewaters

Caracterización del proceso de microfiltración para el tratamiento de aguas residuales de la nixtamalización

Roberto Castro-Muñoz¹; Carlos Orozco-Álvarez¹; Genaro Iván Cerón-Montes²; Jorge Yáñez-Fernández^{1*}

¹Departamento de Biotecnología Alimentaria, Unidad Profesional Interdisciplinaria de Biotecnología, Instituto Politécnico Nacional. Av. Acueducto s/n, col. Barrio La Laguna, Ticoman, Distrito Federal, C.P. 07340, MÉXICO.

Correo-e: jyanezfe@ipn.mx, tel.: (+52) 5557 296 000 ext. 56477 (*Autor para correspondencia).

²Universidad Tecnológica de Tecámac. Carretera Federal México-Pachuca km 37.5, col. Sierra Hermosa, Tecámac, Estado de México, C. P. 55740, MÉXICO.

Abstract

The corn processing industry has increased its product output, resulting in a considerable increase in wastewater due to the treatment called nixtamalization. The extract is discharged directly into the sewer system, and there is significant evidence of its contribution to environmental pollution. The aim of this paper is to propose a membrane process for the treatment of these wastewaters, in order to reduce their pollutant load in terms of polyphenols, carbohydrates, turbidity, total soluble solids (TSS), total solids content (TSC), pH, calcium, electrical conductivity and total organic carbon (TOC). The wastewaters had a high content of polyphenols (1,190.74 mg_{gallic acid}·liter⁻¹), turbidity (538.09 NTU), TSC (1.34 %), pH (13.48), electrical conductivity (2,424.00 μS·cm⁻¹), calcium (1,078.3 mg·liter⁻¹), TOC (2,984.10 mg·liter⁻¹) and low content of carbohydrates (3.47 mg·mL⁻¹) and TSS (1.53 °Brix). The wastewaters were subjected to a microfiltration separation process using a hollow fiber membrane (pore size: 0.2 μm). The viability of the process was analyzed in terms of productivity (709 kg·m⁻²·h⁻¹ permeate flux), fouling index (22.68 %) and washing efficiency (99.82 %) by enzymatic methods. The membrane showed high retention in turbidity (72.76 %), followed by TSC (23.74 %), electrical conductivity (21.75 %), TSS (15.14 %), carbohydrates (14.69 %) and calcium (11.36 %). Finally, a significant decrease in organic concentration, in terms of TOC, was achieved in the effluent.

Keywords: nixtamalization, wastewater, treatment, microfiltration, total organic carbon.

Resumen

La industria del procesamiento de maíz ha incrementado su demanda de producción, provocando aumento considerable de aguas residuales debido al tratamiento denominado nixtamalización. El extracto es descargado directamente al alcantarillado, y existe importante evidencia de su contribución a la contaminación ambiental. El objetivo de este trabajo es proponer un proceso de membrana para el tratamiento de estas aguas residuales; con el fin de reducir su carga contaminante en términos de polifenoles, carbohidratos, turbidez, sólidos solubles totales (TSS), contenido de sólidos totales (TSC), pH, calcio, conductividad eléctrica y carbono orgánico total (COT). Las aguas residuales presentaron alto contenido en polifenoles (1,190.74 mg_{ácido gálico}·litro⁻¹), turbidez (538.09 NTU), TSC (1.34 %), pH (13.48), conductividad eléctrica (2,424.00 μS·cm⁻¹), calcio (1,078.3 mg·litro⁻¹), COT (2,984.10 mg·litro⁻¹) y bajo contenido de carbohidratos (3.47 mg·mL⁻¹) y TSS (1.53 °Brix). Las aguas residuales fueron sometidas a un proceso de separación por microfiltración, usando una membrana de fibras huecas (tamaño de poro: 0.2 μm). Se analizó la viabilidad del proceso en términos de productividad (flujo de permeado 709 kg·m⁻²·h⁻¹), índice de ensuciamiento (22.68 %) y eficiencia de lavado (99.82 %) mediante procedimientos enzimáticos. La membrana presentó alta retención en turbidez (72.76 %), seguido por el TSC (23.74 %), conductividad eléctrica (21.75 %), TSS (15.14 %), carbohidratos (14.69 %) y calcio (11.36 %). Finalmente, una importante disminución en la concentración orgánica, en términos de COT, fue lograda en el efluente.

Palabras clave: nixtamalización, agua residual, tratamiento, microfiltración, carbono orgánico total.

Introduction

The nixtamalization process is a treatment involving the application of calcium hydroxide to the corn, carried out prior to the procedure for obtaining dough for tortilla production or other related products; this methodology uses large amounts of water and produces an effluent commonly known as nejayote. Nixtamalization wastewaters are considered highly alkaline and rich in various components such as lime (calcium hydroxide), soluble solids, pericarp and fiber, as well as high value-added ingredients such as carbohydrates and phenolic compounds (Acosta-Estrada, Lazo-Vélez, Nava-Valdez, Gutiérrez-Urbe, & Serna-Saldivar, 2014).

The physicochemical properties of the effluent reported by Valderrama-Bravo et al. (2012) are: pH (11.39), turbidity (963 NTU), chemical oxygen demand ($40,058 \text{ mg}_O_2 \cdot \text{liter}^{-1}$), electrical conductivity ($4510 \mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$), total suspended solids ($8,342.5 \text{ mg} \cdot \text{liter}^{-1}$), carbohydrates (0.862 %) and total solids (2.28 %). Taking into account the physicochemical composition and high organic load of the effluent, the extract and the process of obtaining nixtamalized products represent a major source of environmental pollution, especially water pollution (Valderrama-Bravo et al., 2012).

Currently, the effluent is discharged into the urban sewer system, or used as additional animal supplement, without any treatment (Acosta-Estrada et al., 2014). Tangential flow membrane filtration processes, such as microfiltration (MF), ultrafiltration (UF) and nanofiltration (NF), have been widely used in treating various types of wastewater, due to their unique advantages in terms of absence of phase transition, low power requirements, high separation efficiency, and easy scaling compared to conventional technologies (Cassano, Conidi, & Drioli, 2011a; Cassano, Conidi, & Drioli, 2011b; Dova, Petrotos, & Lazarides, 2007a; Dova, Petrotos, & Lazarides, 2007b).

The filtration of nixtamalization wastewaters by membrane technologies could be an alternative for separating solid fractions of the effluent, and could even be a solution for reducing and preventing water pollution. Different types of wastewaters from the food industry have been treated by the membrane process, such as those generated by the processing of olive (García-Castello, Cassano, Criscuoli, Conidi, & Drioli, 2010) and artichoke (Conidi, Cassano, & García-Castello, 2014), as well as orange press liquor generated by citrus processing (Conidi, Cassano, & Drioli, 2012); this is done in order to reduce their organic load, and to try to prevent the environmental pollution caused by these byproducts. The treatment of these wastewaters has even allowed the recovery of components present in the effluents. To date, there are no reported studies on nixtamalization wastewater treatment by separation

Introducción

El proceso de nixtamalización es un tratamiento con hidróxido de calcio aplicado al maíz, previo al procedimiento de obtención de masa para la producción de tortilla u otros productos relacionados; esta metodología usa grandes cantidades de agua y produce un efluente, mejor conocido como nejayote. Las aguas residuales de la nixtamalización son consideradas altamente alcalinas y ricas en diversos componentes como: cal (hidróxido de calcio), sólidos solubles, pericarpio y fibra; así como, ingredientes de alto valor agregado como carbohidratos y componentes fenólicos (Acosta-Estrada, Lazo-Vélez, Nava-Valdez, Gutiérrez-Urbe, & Serna-Saldivar, 2014).

Las propiedades fisicoquímicas del efluente reportadas por Valderrama-Bravo et al. (2012) son: pH (11.39), turbidez (963 NTU), demanda química de oxígeno ($40,058 \text{ mg}_O_2 \cdot \text{litro}^{-1}$), conductividad eléctrica ($4510 \mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$), sólidos suspendidos totales ($8,342.5 \text{ mg} \cdot \text{litro}^{-1}$), carbohidratos (0.862 %) y sólidos totales (2.28 %). Tomando en cuenta la composición fisicoquímica y la alta carga orgánica del efluente, el extracto y la obtención de productos nixtamalizados representan una importante fuente de contaminación ambiental, y directamente a la contaminación del agua (Valderrama-Bravo et al., 2012).

Actualmente, el efluente se desecha en el alcantarillado urbanizado, o bien como suplemento adicional de animales, sin tratamiento alguno (Acosta-Estrada et al., 2014). Los procesos de filtración tangencial con membrana, tales como microfiltración (MF), ultrafiltración (UF), y nanofiltración (NF), han sido ampliamente utilizados en el tratamiento de diferentes aguas residuales; debido a sus ventajas particulares en términos de ausencia de transición de fase, bajos requerimientos energéticos, alta eficiencia de separación, y fácil escalamiento comparado con tecnologías convencionales (Cassano, Conidi, & Drioli, 2011a; Cassano, Conidi, & Drioli, 2011b; Dova, Petrotos, & Lazarides, 2007a; Dova, Petrotos, & Lazarides, 2007b).

La filtración de las aguas procedentes de la nixtamalización, por tecnologías de membrana, podría ser una alternativa para separar fracciones sólidas del efluente, e incluso podría ser una solución para reducir y evitar la contaminación del agua. Diferentes tipos de aguas residuales, provenientes de la industria de los alimentos, han sido tratadas mediante proceso de membrana tales como: procesamiento de la oliva (García-Castello, Cassano, Criscuoli, Conidi, & Drioli, 2010), alcachofa (Conidi, Cassano, & García-Castello, 2014) y licor proveniente del procesamiento de la naranja (Conidi, Cassano, & Drioli, 2012); lo anterior con el fin de reducir su carga orgánica, y tratar de evitar la contaminación ambiental a causa de estos sub-productos.

using tangential membrane filtration. Such a study could provide a real alternative for the treatment of these byproducts that, up until now, have been poorly treated.

The aim of this study was to analyze the microfiltration process in order to reduce the physicochemical load in nixtamalization wastewaters, in terms of total soluble solids (TSS), total solids content (TSC), turbidity, pH, electrical conductivity, total carbohydrates, polyphenols, calcium and total organic carbon (TOC). Furthermore, the feasibility of the process in terms of productivity (permeate flow), fouling index and washing efficiency of the membrane by enzymatic cleaning procedures was evaluated.

Materials and methods

Wastewater preparation

To prepare the wastewaters, the nixtamalization process was carried out as follows: 5 kg of corn were cooked for 38 min at 92 °C in a prepared solution with 50 g of calcium hydroxide (Nixtocal-Mexico) dissolved in 10 liters of water. The cooked grains were allowed to stand for 12 h; the wastewaters (cooked liquor) were drained by decantation.

Microfiltration of nixtamalization wastewaters

Experimental conditions and procedures

To carry out MF, a lab-scale module with a feed container in a water bath (to maintain constant temperature), a peristaltic pump, pressure gauges and regulating valves were used. The laboratory-level system was equipped with a polysulfone hollow fiber membrane (Amersham Biosciences Corp. Model CFP-1-E-4A, USA), with 0.2 µm pore size. The MF experiments with the extract were conducted in recirculation mode (recirculating the permeate and retentate to the feed) at a temperature of 25 ± 1 °C at different transmembrane pressures (0.3, 0.6, 1.0 and 1.3 bar), in order to find the optimum pressure provided by the limiting flow of the process.

Separation by batch configuration

The MF system with the extract was operated at a transmembrane pressure (TMP) of 1.3 ± 0.1 bar, feed flow to the system (Q_f) of 58 liter·h⁻¹ and a temperature of 25 ± 1 °C, based on the batch concentration mode; that is, recirculating the retentate flux to the food and separately collecting the permeate (Figure 1). The permeate fluxes (J_p) of nixtamalization wastewaters were measured gravimetrically as the volume reduction factor (VRF) increased; this was calculated as the relationship between initial feed volume and retentate volume in the process time, as expressed in equation 1 (García-Castello et al., 2011):

Inclusive, el tratamiento de estas aguas residuales ha permitido la recuperación de componentes presentes en los efluentes. Hasta el momento, no existen estudios reportados sobre tratamiento de aguas residuales de la nixtamalización por separación mediante filtración tangencial con membrana. El desarrollo de este estudio podría proporcionar una alternativa real para el tratamiento de estos sub-productos que han sido escasamente tratados.

El objetivo de este estudio fue analizar el proceso de microfiltración con el fin de reducir la carga fisicoquímica en las aguas residuales de la nixtamalización; en términos de sólidos solubles totales (TSS), contenido de sólidos totales (TSC), turbidez, pH, conductividad eléctrica, carbohidratos totales, polifenoles, calcio y carbono orgánico total (COT). Además, se evaluó la factibilidad del proceso en términos de productividad (flujo de permeado), índice de ensuciamiento y eficiencia de lavado de la membrana mediante procedimientos de limpieza enzimática.

Materiales y métodos

Preparación de las aguas residuales

Para preparar aguas residuales, el proceso de nixtamalización fue llevado a cabo de la siguiente manera: se cocieron 5 kg de maíz durante 38 min, a 92 °C en una solución preparada con 50 g de hidróxido de calcio (Nixtocal-México) disuelto en 10 litros de agua. Los granos cocidos se dejaron reposar durante 12 h; las aguas residuales (licor cocido) fueron drenadas por decantación.

Microfiltración de las aguas residuales de la nixtamalización

Condiciones experimentales y procedimientos

Para llevar a cabo la MF se empleó un módulo, a escala laboratorio, con un recipiente de alimentación en baño de agua (para mantener la temperatura constante), una bomba peristáltica, manómetros y válvulas reguladoras de presión. El sistema a nivel laboratorio fue equipado con una membrana de polisulfona de fibras huecas (Amersham Biosciences Corp. Model CFP-1-E-4A, USA), con tamaño de poro de 0.2 µm. Los experimentos de MF con el extracto fueron llevados a cabo en modo recirculación (recirculando el permeado y retenido a la alimentación), a temperatura de 25 ± 1 °C a diferentes presiones transmembranales (0.3, 0.6, 1.0 y 1.3 bar); lo anterior con el fin de encontrar la presión óptima que proporcione el flujo limitante del proceso.

Separación por configuración en lotes

El sistema de MF con el extracto fue operado a una presión transmembranal (TMP) de 1.3 ± 0.1 bar, flujo de

$$VRF = \frac{V_F}{V_R} = 1 + \frac{V_P}{V_R} \quad (1)$$

where V_F , V_P and V_R are the feed, permeate and retentate volumes, respectively. Samples collected during the experimental trials were stored at -17°C until analysis.

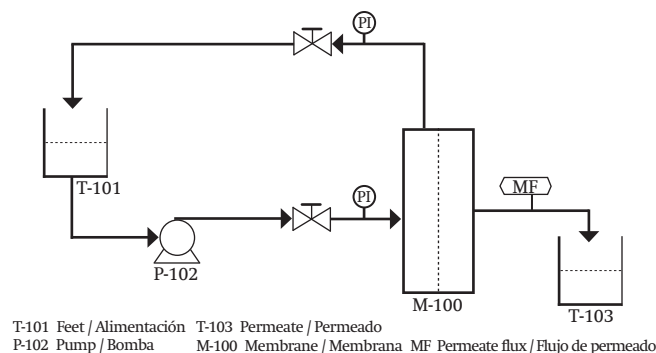


Figure 1. Diagram showing the microfiltration process used to treat nixtamalization wastewaters.

Figura 1. Esquema del proceso de microfiltración usado para el tratamiento de las aguas residuales de la nixtamalización.

Membrane parameters

Membrane water permeability

Water permeability (L_p) was determined based on Darcy's law (Strathmann, Giorno, & Drioli, 2006):

$$L_p = \frac{J_v}{TMP} \quad (2)$$

where the L_p of the membrane was determined by the slope of the straight line obtained by plotting the water flow values by membrane surface (J_v); this is a function of the TMP applied to the system under constant temperature conditions (25°C).

Membrane fouling index

The fouling index (I_f), expressed as the percentage drop in water permeability, was estimated by measuring the permeability before and after treatment of the nixtamalization wastewaters, based on the following equation:

$$I_f = \left(\frac{1 - Wp_1}{Wp_0} \right) \cdot 100 \quad (3)$$

where Wp_0 and Wp_1 are water permeabilities measured before and after filtration, respectively.

After treatment, the MF membrane was subjected to enzymatic cleaning with Ultrasil 67 detergent (Ecolab, Minnesota; USA) at 0.5 % (v/v) (60 min, 55°C). At the end of the enzymatic process, the membrane was

alimentación al sistema (Q_f) de $58 \text{ litro}\cdot\text{h}^{-1}$ y temperatura de $25 \pm 1^\circ\text{C}$ acorde al modo de concentración por lotes; es decir, recirculando la corriente de retenido a la alimentación y colectando por separado el permeado (Figura 1). Los flujos de permeado (J_p), de aguas residuales de la nixtamalización, fueron medidos gravimétricamente a medida que aumentó el factor de reducción de volumen (VRF); este se calculó como la relación entre el volumen inicial de alimentación y el volumen retenido, en el tiempo de proceso acorde con la ecuación 1 (García-Castello et al., 2011):

$$VRF = \frac{V_F}{V_R} = 1 + \frac{V_P}{V_R} \quad (1)$$

donde V_F , V_P y V_R son los volúmenes de alimentación, permeado y retenido, respectivamente. Las muestras colectadas durante los ensayos experimentales fueron almacenadas a -17°C hasta su análisis.

Parámetros de la membrana

Permeabilidad al agua de la membrana

La permeabilidad al agua (L_p) fue determinada con base en la ley de Darcy (Strathmann, Giorno, & Drioli, 2006):

$$L_p = \frac{J_v}{TMP} \quad (2)$$

donde la L_p de la membrana fue determinada por la pendiente de la línea recta, obtenida de graficar los valores de flujo de agua por superficie de membrana (J_v); esto en función de la TMP aplicada al sistema, en condiciones constantes de temperatura (25°C).

Índice de ensuciamiento de la membrana

El índice de ensuciamiento (I_f), expresado como la caída porcentual de la permeabilidad al agua, fue estimado a través de la medición de la permeabilidad, antes y después del tratamiento de las aguas residuales de la nixtamalización; acorde con la siguiente ecuación:

$$I_f = \left(\frac{1 - Wp_1}{Wp_0} \right) \cdot 100 \quad (3)$$

donde Wp_0 y Wp_1 son las permeabilidades al agua, medidas antes y después de la filtración, respectivamente.

Después del tratamiento, la membrana MF fue sometida a limpieza enzimática con detergente Ultrasil 67 (Ecolab, Minnesota; USA) al 0.5 % (v/v) (60 min, 55°C). Al final del procedimiento enzimático, la membrana se enjuagó con agua durante 30 min y la permeabilidad fue medida nuevamente.

Eficiencia de lavado

La eficiencia de lavado fue evaluada mediante la recuperación de la permeabilidad inicial de la membrana,

rinsed with water for 30 min and permeability was measured again.

Washing efficiency

Washing efficiency was assessed by the recovery of the initial permeability of the membrane, in terms of flux recovery (FR, %), using the method described by Chen, Li, Tan, and Petrus (2006), based on the following equation:

$$F_R = \frac{Wp_2}{Wp_0} \cdot 100 \quad (4)$$

where Wp_2 is the water permeability measured after enzymatic washing.

Physicochemical parameters evaluated in nixtamalization wastewaters

Feed samples, permeate and retentate, from membrane operation were analyzed in terms of TSS, turbidity, total carbohydrates, polyphenols, electrical conductivity, pH, TSC, calcium and TOC:

Total soluble solids (TSS): were measured in terms of °Brix, using a portable PAL-3 refractometer (Atago Co., Tokyo, Japan), with a scale in the range of 0 - 50 °Brix.

Turbidity: was analyzed with a model HI 93703 microprocessor-based turbidity meter (Hanna instruments, Romania), calibrated with 0 - 1,000 NTU stock solutions.

Total solids content (TSC): was determined using the method reported by Valderrama-Bravo et al. (2012), defined by the following equation:

$$TSC = 100 - H \quad [\%] \quad (5)$$

where moisture (H) was determined by method 925.09 (AOAC, 1998).

Total Carbohydrates: in terms of sugars, were estimated colorimetrically using the Dubois method (Dubois, Gilles, Hamilton, Rebers, & Smith, 1956); results were expressed as $\text{mg}_{\text{glucose}} \cdot \text{mL}^{-1}$.

Electrical conductivity: was measured utilizing a pH 510 meter (OAKTON, L.A., USA), using a special electrode to determine electrical conductivity. It was calibrated with a 0.1 M KCl solution. Electrical conductivity was expressed in microSiemens ($\mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$).

pH: was measured using a model 510 pH potentiometer pH (OAKTON, L.A., USA), calibrated with buffer solutions pH 4 and 7.

en términos de recuperación de flujos (FR, %), método descrito por Chen, Li, Tan, y Petrus (2006), con base en la siguiente ecuación:

$$F_R = \frac{Wp_2}{Wp_0} \cdot 100 \quad (4)$$

donde Wp_2 es la permeabilidad al agua medida después del lavado enzimático.

Parámetros fisicoquímicos evaluados en las aguas residuales de la nixtamalización

Las muestras de alimentación, permeado y retenido, provenientes de la operación de membrana, fueron analizadas en términos de TSS, turbidez, carbohidratos totales, polifenoles, conductividad eléctrica, pH, TSC, contenido de calcio y COT:

Sólidos solubles totales (TSS): fueron medidos en términos de °Brix, usando un refractómetro portátil PAL-3 (Atago Co., Tokyo, Japan), con escala en rango de 0 - 50 °Brix.

Turbidez: se analizó con un turbidímetro Microprocessor modelo HI93703 (Hanna instruments, Romania); calibrado con soluciones patrón 0 - 1,000 NTU.

Contenido de sólidos totales (TSC): fue determinado utilizando el método reportado por Valderrama-Bravo et al. (2012), definido por la siguiente ecuación:

$$TSC = 100 - H \quad [\%] \quad (5)$$

donde la humedad (H) fue determinada por el método 925.09 (AOAC, 1998).

Carbohidratos totales: Los carbohidratos totales, en términos de azúcares, fueron estimados colorimétricamente usando el método de Dubois (Dubois, Gilles, Hamilton, Rebers, & Smith, 1956); los resultados fueron expresados como $\text{mg}_{\text{glucosa}} \cdot \text{mL}^{-1}$.

Conductividad eléctrica: fue medida utilizando un potenciómetro pH meter, modelo 510 (OAKTON, L.A., USA), usando un electrodo especial para determinar conductividad eléctrica. Se calibró con una solución de KCl 0.1 M. La conductividad eléctrica fue expresada en micro siemens ($\mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$).

pH: se midió empleando un potenciómetro pH meter, modelo 510 (OAKTON, L.A., USA). Se calibró con soluciones buffer pH 4 y 7.

Polifenoles totales: se estimaron colorimétricamente usando el método de Folin-Ciocalteu (Singleton, Orthofer, & Lamuela-Raventós, 1999). El método está basado en la reducción de turgstato a molibdato, en el reactivo de Folin- Ciocalteu por los fenoles en medio alcalino

Total phenols: were estimated colorimetrically using the Folin-Ciocalteu method (Singleton, Orthofer, & Lamuela-Raventós, 1999). The method is based on reducing tungstate to molybdate in Folin Ciocalteu reagent by phenols in alkaline medium, resulting in a blue-colored product ($\lambda_{\max} = 756 \text{ nm}$); results were expressed as $\text{mg}_{\text{gallic acid}} \cdot \text{liter}^{-1}$.

Total organic carbon (TOC): was determined using a Shimadzu model TOC-5000 analyzer and expressed in $\text{mg} \cdot \text{liter}^{-1}$ (Akechi, Abe, & Fujiyama, 2008. Patent No. WO2008114410A1).

Calcium content: was analyzed by atomic absorption spectroscopy. Samples were previously hydrolyzed with 2 % nitric acid. Measurements were performed using an atomic absorption spectrometer (GBC, model SavantAA version 3.02, Australia) at 422.7 nm; results were expressed in $\text{mg} \cdot \text{liter}^{-1}$.

Statistical analysis

All measurements of the physicochemical parameters were performed in triplicate. Results are expressed as mean \pm standard deviation (SD). An analysis of variance (ANOVA) was performed using SAS statistical software (Statistical Analysis System [SAS], 2004). Tukey's test was used to compare means; differences among means with probability ($P < 0.05$) were considered significant.

Membrane retention of each physicochemical parameter evaluated in the wastewater

Membrane retention (R_i) of each specific component was determined by the following equation (Cissé, Vaillant, Pallet, & Dornier, 2011):

$$R_i = \left(1 - \frac{C_{p_i}}{C_{f_i}}\right) \cdot 100 \quad (6)$$

where C_{p_i} and C_{f_i} are the concentration of each specific component evaluated in the permeate and feed stream, respectively.

Results and discussion

TMP effect on permeate flux in the filtration of nixtamalization wastewaters

MF experiments carried out in total recirculation mode were performed in order to study the effect of TMP on permeate fluxes of nixtamalization wastewaters. Figure 2 shows the steady-state permeate flux values as a function of the TMP applied. The permeate flux behavior is directly proportional to the pressures applied in the system. This regime only occurs at low operating pressures, but as the operating pressure increases the fluxes show a deviation in independent

resultando un producto de color azul ($\lambda_{\max} = 756 \text{ nm}$), los resultados fueron expresados como $\text{mg}_{\text{ácido gálico}} \cdot \text{liter}^{-1}$.

Carbono orgánico total (COT): fue determinado empleando un equipo Shimadzu (Model TOC-5000), expresado en $\text{mg} \cdot \text{liter}^{-1}$ (Akechi, Abe, & Fujiyama, 2008. Patent No. WO2008114410A1).

Contenido de calcio: se analizó por espectroscopia de absorción atómica. Las muestras se hidrolizaron previamente con ácido nítrico al 2 %. Las mediciones fueron realizadas usando un espectrómetro de adsorción atómica (GBC, modelo SavantAA versión 3.02, Australia) a 422.7 nm. Los resultados fueron expresados en $\text{mg} \cdot \text{liter}^{-1}$.

Análisis estadístico

Todas las mediciones de los parámetros fisicoquímicos fueron realizadas por triplicado. Los resultados se expresaron como media \pm desviación estándar (SD). La prueba de análisis de varianza (ANOVA) fue realizada utilizando el software estadístico SAS (Statistical Analysis System [SAS], 2004). La prueba de Tukey fue utilizada para comparar las medias; diferencias entre las medias con probabilidad ($P < 0.05$) se consideraron significativas.

Retención de la membrana hacia cada parámetro fisicoquímico evaluado en el agua residual

Para determinar la retención (R_i) por la membrana hacia cada componente específico fue determinada con la siguiente ecuación (Cissé, Vaillant, Pallet, & Dornier, 2011):

$$R_i = \left(1 - \frac{C_{p_i}}{C_{f_i}}\right) \cdot 100 \quad (6)$$

donde C_{p_i} y C_{f_i} son la concentración de cada componente específico evaluado en la corriente de permeado y alimentación, respectivamente.

Resultados y discusión

Efecto de la TMP en el flujo de permeado en la filtración de las aguas residuales de la nixtamalización

Los experimentos de MF llevados a cabo, conforme al modo en recirculación total, se realizaron con el fin de estudiar el efecto de la TMP en los flujos de permeado de aguas residuales de la nixtamalización. La Figura 2 muestra los valores de flujo de permeado en estado estacionario en función de la TMP aplicada. El comportamiento de flujo de permeado es directamente proporcional a las presiones aplicadas en el sistema. Este régimen solo se presenta a presiones de operación bajas, pero a medida que aumenta la presión de operación, los flujos muestran una desviación en comportamiento

pressure-flow behavior; that is, at high operating pressures the permeate flux is governed by the fouling and polarization phenomenon in the process (Cassano, Marchio, & Drioli, 2007). In these conditions a limiting flow is reached at TMP values of 1.3 bar, and any increase in pressure does not result in a significant increase in the permeate flux of nixtamalization wastewaters.

The presence of a limiting flow is related to the phenomenon of concentration polarization, which arises through a convection process of the raw feed solution towards the membrane surface, where the separation of the solutes present in the solution takes place (Cassano et al., 2007).

The concentration profile of substances near the membrane surface is generated by the retention of accumulated material, resulting in the formation of a viscous-gelatinous layer responsible for resistance to permeate flux (Cassano et al., 2007). Basically, limiting TMP values depend on the physicochemical properties of the solution and cross-flow velocity. Cross-flow velocity affects the shear stress on the membrane surface and consequently the removal rate of the deposited particles, which are responsible for the decrease in permeate flux.

Separation: Batch concentration configuration

Results show the characteristic decrease in permeate flux as a function of operating time, as a result of an increase in the VRF (Figure 3), due to the phenomenon of concentration polarization (Cassano et al., 2007).

The initial permeate flow of the nixtamalization wastewaters was $709 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{h}^{-1}$ (equivalent to $716.16 \text{ liter}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{h}^{-1}$), which decreased to $558 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{h}^{-1}$ (equivalent to $563.63 \text{ liter}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{h}^{-1}$) when the VRF value was 7. Essentially, the permeate flux decreased by around 21 % during the membrane process. The process showed high permeate fluxes compared to other studies where microfiltration processes have been used to treat wastewaters. Hua et al. (2007) and Abadi, Sebzari, Hemati, Rekabdar, and Mohammadi (2011) used MF to treat wastewaters generated by vegetable oil processing, studies in which peak permeate fluxes of 170 and 250 $\text{liter}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{h}^{-1}$, respectively, were reported. To date, there is no reported study on the treatment of nixtamalization wastewaters using membrane processes. Recently, Valderrama-Bravo et al. (2012) proposed conventional filtration systems using different filter materials (nylon, paper), with pore sizes from 1.58 to 4.76 mm and filters (nylon, paper and polyester) from 6 to 24 μm (Valderrama-Bravo et al., 2013). However, both studies report cake formation soon after system start-up; this operational disadvantage has resulted in MF technology replacing conventional filtration because it largely prevents fouling of the filter medium and

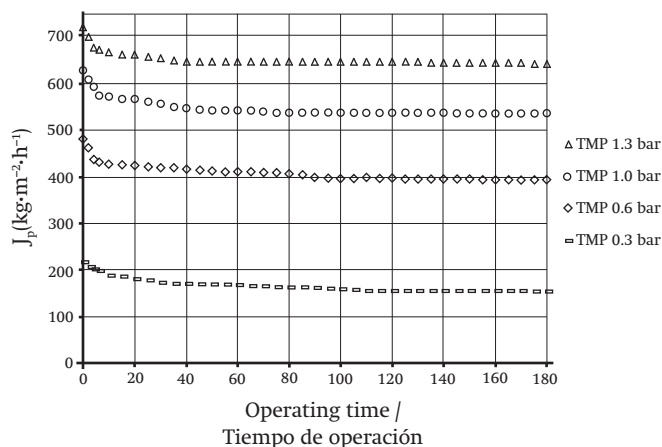


Figure 2. Permeate flow as a function of operating time at different TMP (Conditions: T = 25 °C, 58 liter·h⁻¹).

Figura 2. Flujo de permeado en función del tiempo de operación a diferentes TMP (Condiciones: T = 25 °C, 58 litro·h⁻¹).

presión-flujo independiente; es decir, a presiones de operación elevadas, el flujo de permeado es gobernado por el ensuciamiento y fenómeno de polarización en el proceso (Cassano, Marchio, & Drioli, 2007). En estas condiciones un flujo limitante es alcanzado a valores de TMP de 1.3 bar, y cualquier incremento en la presión no determina aumento significativo en el flujo de permeado de las aguas residuales de la nixtamalización.

La presencia de un flujo limitante está relacionada al fenómeno de polarización de la concentración; el cual, surge a través de un proceso de convección de la solución cruda de alimentación hacia la superficie de la membrana, donde se lleva a cabo la separación de los solutos presentes en la solución (Cassano et al., 2007).

El perfil de concentración de sustancias, cerca de la superficie de la membrana, es generada por la retención de material acumulado; de manera que, forma una capa viscosa-gelatinosa responsable de una resistencia al flujo de permeado (Cassano et al., 2007). Básicamente, los valores de TMP limitante dependen de las propiedades fisicoquímicas de la solución y la velocidad en flujo cruzado. La velocidad en flujo cruzado afecta el esfuerzo de corte en la superficie de la membrana y consecuentemente, la velocidad de remoción de las partículas depositadas; las cuales son responsables de la disminución del flujo de permeado.

Separación: Configuración en concentración por lotes

Los resultados muestran disminución característica en el flujo de permeado en función del tiempo de operación, por incremento del VRF (Figura 3), debido al fenómeno de polarización de la concentración (Cassano et al., 2007).

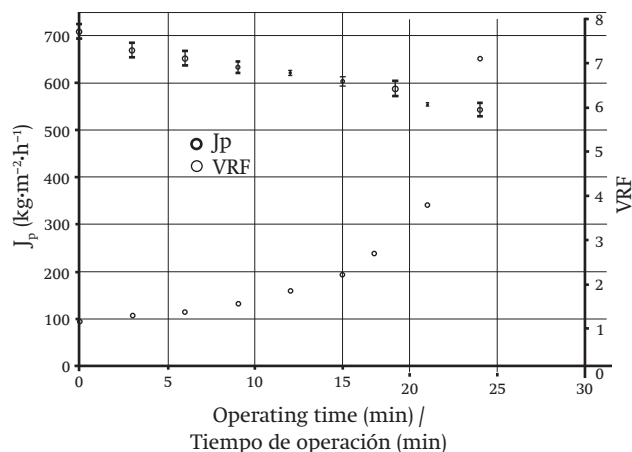


Figure 3. Behavior of permeate flow and VRF as a function of operating time (TMP = 1.3 bar, T = 25 °C, Q_f = 58 liter·h⁻¹).

Figura 3. Comportamiento del flujo de permeado y VRF en función del tiempo de operación (TMP = 1.3 bar, T = 25 °C, Q_f = 58 liter·h⁻¹).

embedding of macromolecules from the wastewaters. Furthermore, MF technology offers other advantages, such as high productivity in terms of flux, manipulation of operating parameters and even more importantly, MF is used in continuous production systems, which is not encouraged in conventional filtration (Field, Wu, Howell, & Gupta, 1995).

MF process viability: fouling index and washing efficiency

Table 1 shows the permeabilities of the membrane to water as determined by Darcy's law. The initial permeability of the membrane was 756.96 liter·m⁻²·h⁻¹·bar at 25 °C, at a feed stream of 58 liter·h⁻¹.

However, after treatment with the nixtamalization wastewaters, permeability decreased sharply to 584.69 liter·m⁻²·h⁻¹·bar (Figure 4), meaning a fouling index of 22.68 % by the treatment with the extract (Table 1).

After enzymatic washing, the water permeability of the membrane was 756.38 liter·m⁻²·h⁻¹·bar; that is, 99.82 % of the initial permeability of the membrane was recovered by the enzymatic cleaning process. This is because the detergent ULTRASIL 67 consists of enzymes, which hydrolyze the polysaccharides and proteins retained by the membrane surface.

Effect of the MF process on the physicochemical composition of nixtamalization wastewaters

Table 2 shows the physicochemical composition of the nixtamalization wastewaters processed by the membrane. The initial effluent had a TSS content of 1.53 °Brix; after the separation process, the final permeate and retentate had a content of 1.3 and 1.02 °Brix,

El flujo inicial de permeado, de las aguas residuales de la nixtamalización, fue de 709 kg·m⁻²·h⁻¹ (equivalente a 716.16 litero·m⁻²·h⁻¹); el cual decreció hasta 558 kg·m⁻²·h⁻¹ (equivalente a 563.63 litero·m⁻²·h⁻¹) cuando el valor de VRF fue de 7. Esencialmente, el flujo de permeado disminuyó alrededor de 21 % durante el proceso de membrana. El proceso implementado presentó altos flujos de permeado, comparados con otros estudios donde se han utilizado procesos de microfiltración para el tratamiento de aguas residuales. Hua et al. (2007) y Abadi, Sebzari, Hemati, Rekabdar, y Mohammadi (2011) usaron MF para el tratamiento de aguas residuales provenientes del procesado de aceite vegetal; estudios en los cuales se reportaron flujos máximos de permeado de 170 y 250 litero·m⁻²·h⁻¹, respectivamente. Hasta el momento, no se encuentra reportado estudio alguno sobre el tratamiento de las aguas residuales de la nixtamalización mediante procesos de membrana. Recientemente Valderrama-Bravo et al. (2012) han propuesto sistemas de filtración convencional utilizando distintos materiales filtrantes (nylon, papel), con tamaños de cavidad desde 1.58 hasta 4.76 mm y filtros (nylon, papel y poliéster) de 6 a 24 μm (Valderrama-Bravo et al., 2013). Sin embargo, ambos estudios reportan la formación de torta a temprana operación del sistema; esta desventaja operacional ha provocado que la tecnología de MF sustituya a la filtración convencional debido a que se evita, en gran medida, el ensuciamiento del medio filtrante así como la incrustación de macromoléculas provenientes de las aguas residuales. Además, la tecnología de MF ofrece otras ventajas, tales como: alta productividad en términos de flujo, manipulación de los parámetros de operación y aún más importante, la MF es utilizada en sistemas de producción continuos, lo cual no se fomenta en la filtración convencional (Field, Wu, Howell, & Gupta, 1995).

Viabilidad del proceso de MF: índice de ensuciamiento y eficiencia de lavado

El Cuadro 1 muestra las permeabilidades de la membrana al agua determinadas por la ley de Darcy. La permeabilidad inicial de la membrana fue de 756.96 litero·m⁻²·h⁻¹·bar a 25 °C, a un flujo de alimentación de 58 litero·h⁻¹.

Sin embargo, después del tratamiento con las aguas residuales de la nixtamalización la permeabilidad decreció considerablemente hasta 584.69 litero·m⁻²·h⁻¹·bar (Figura 4), esto significa un índice de ensuciamiento del 22.68 % por el tratamiento con el extracto (Cuadro 1).

Después del lavado enzimático, la permeabilidad al agua de la membrana fue de 756.38 litero·m⁻²·h⁻¹·bar; es decir, 99.82 % de la permeabilidad inicial de la membrana fue recuperada por el procedimiento de limpieza enzimática. Lo anterior debido a que el detergente

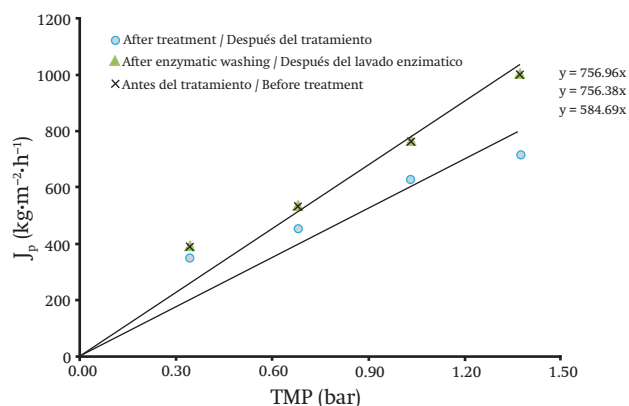


Figure 4. Water permeability of the MF membrane before and after treatment ($T = 25\text{ }^{\circ}\text{C}$, $Q_f = 58\text{ liter}\cdot\text{h}^{-1}$).

Figura 4. Permeabilidad al agua de la membrana MF antes y después del tratamiento ($T = 25\text{ }^{\circ}\text{C}$, $Q_f = 58\text{ litro}\cdot\text{h}^{-1}$).

respectively, meaning 15.14 % retention of these components (Figure 5). Furthermore, the TSC was about 1.34 %, which decreased to 1.02 % in the permeate samples, while the retentate had a content of 1.66 % and the retention by the MF membrane in TSC was 23.74 %. Regarding TSC, a total of 11.36 % of the initial content in calcium was removed from the effluent and concentrated in the retentate. The wastewater initially contained $1,078.3\text{ mg}\cdot\text{liter}^{-1}$ of calcium; after the MF process, the permeate presented $955.60\text{ mg}\cdot\text{liter}^{-1}$ and the retentate $1,787.7\text{ mg}\cdot\text{liter}^{-1}$.

Regarding pH no significant changes were found, since the initial pH was 13.48 and the final values in the permeate and retentate were 13.42 and 13.62, respectively. The retention in this property was 0.45 %, which can be attributed to the fact there were no components that provide high alkalinity to the extract, such as the calcium hydroxide added in the corn nixtamalization process (Valderrama-Bravo et al., 2012). On the other hand, the electrical conductivity of the extract was $2,424\text{ }\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$ and decreased to a value of $1,896.66\text{ }\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$ in the permeate; however, this property increased to $2,792.33\text{ }\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$ in the retentate, representing a 21.75 % decrease in the permeate (Figure 5).

The membrane process had a considerable impact on extract turbidity content. The initial turbidity of 538.09 NTU's decreased to 146.51 NTU's in the final permeate, while the retentate samples had an increase of 1,767.8 NTU's, since the retention percentage was 72.76. As for the total carbohydrates content in the nixtamalization wastewaters, it was $3.47\text{ mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ in terms of sugars (glucose), which represents a valuable source of bioactive components; the final permeate had a carbohydrate content of $2.96\text{ mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ and the retentate showed $4.51\text{ mg}\cdot\text{mL}^{-1}$. MF membrane retention in terms

Table 1. Permeability, fouling index and recovery of MF membrane permeability.

Cuadro 1. Permeabilidad, índice de ensuciamiento y recuperación de la permeabilidad de la membrana MF.

Membrane properties ($\text{liter}\cdot\text{m}^2\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{bar}^{-1}$) / Propiedades de la membrana ($\text{litro}\cdot\text{m}^2\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{bar}^{-1}$)	MF $0.2\text{ }\mu\text{m}$
Wp_0	756.96*
Wp_1	584.69*
Wp_2	756.38*
Fouling index (%) / Índice de ensuciamiento (%)	22.68
Washing efficiency (%) / Eficiencia de lavado (%)	99.82

*The results are the product of three experimental measurements, in which a linear line is adjusted (Figure 2).

*Los resultados son producto de tres mediciones experimentales, en los cuales se ajusta una recta lineal (Figura 2).

ULTRASIL 67 está conformado por diferentes enzimas, que hidrolizan los polisacáridos y proteínas retenidas por la superficie de la membrana, provenientes de las aguas residuales de la nixtamalización.

Efecto del proceso MF en la composición fisicoquímica de las aguas residuales de la nixtamalización

El Cuadro 2 muestra la composición fisicoquímica de las aguas residuales de nixtamalización procesadas por la membrana. El efluente inicial presentó un contenido de TSS de $1.53\text{ }^{\circ}\text{Brix}$; después del proceso de separación, el permeado y retenido final presentaron un contenido de 1.3 y $1.02\text{ }^{\circ}\text{Brix}$, respectivamente. Esto significa, una retención de 15.14 % de estos componentes (Figura 5). Además, el TSC fue alrededor de 1.34 %, el cual disminuyó hasta 1.02 % en las muestras de permeado; mientras que el retenido presentó un contenido de 1.66 %, la retención por la membrana de MF en TSC fue del 23.74 %. Con respecto al TSC, un total de 11.36 % del contenido inicial en calcio fue retirado del efluente y concentrado en el retenido, el agua residual contenía inicialmente $1,078.3\text{ mg}\cdot\text{litro}^{-1}$ de calcio, después del proceso de MF el permeado presentó $955.60\text{ mg}\cdot\text{litro}^{-1}$ y el retenido $1,787.7\text{ mg}\cdot\text{litro}^{-1}$.

Con respecto al pH no se encontraron cambios importantes, debido a que el pH inicial fue 13.48 y los valores finales en el permeado y retenido fueron de 13.42 y 13.62, respectivamente. La retención en esta propiedad fue 0.45 %, esto puede ser atribuido a que no se tuvieron componentes que proporcionan alta alcalinidad al extracto, como el hidróxido de calcio añadido en el proceso de nixtamalización del maíz (Valderrama-Bravo et al., 2012). Por otro lado, la conductividad eléctrica del extracto fue $2424\text{ }\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$

Table 2. Physicochemical composition of nixtamalization wastewaters before and after the MF process.**Cuadro 2. Composición fisicoquímica de las aguas residuales de la Nixtamalización antes y después del proceso MF.**

Property/Propiedad	Feed/Alimentación	Permeate/Permeado	Retentate/Retenido
TSS (°Brix)/TSS (°Brix)	1.53 ± 0.05 ^a	1.3 ± 0.00 ^b	1.02 ± 0.10 ^c
Turbidity (NTU)/Turbidez (NTU)	538.09 ± 12.12 ^b	146.51 ± 3.73 ^c	1767.8 ± 5.55 ^a
TSC (%) / TSC (%)	1.34 ± 0.05 ^b	1.02 ± 0.06 ^c	1.66 ± 0.12 ^a
pH	13.48 ± 0.00 ^b	13.42 ± 0.00 ^c	13.62 ± 0.00 ^a
Polyphenols (mg·liter ⁻¹) / Polifenoles (mg·litro ⁻¹)	1190.74 ± 23.62 ^b	964.81 ± 20.47 ^c	1350.92 ± 43.59 ^a
Conductivity (μS·cm ⁻¹) / Conductividad (μS·cm ⁻¹)	2424.00 ± 5.29 ^b	1896.66 ± 0.57 ^c	2792.33 ± 2.51 ^a
Carbohydrates (mg·mL ⁻¹) / Carbohidratos (mg·mL ⁻¹)	3.47 ± 0.09 ^b	2.96 ± 0.20 ^c	4.51 ± 0.04 ^a
TOC (mg·liter ⁻¹) / TOC (mg·litro ⁻¹)	2984.10 ± 0.94 ^b	2485.5 ± 0.77 ^c	3620.4 ± 0.91 ^a
Calcium (mg·liter ⁻¹) / Calcio (mg·litro ⁻¹)	1078.3 ± 3.40 ^b	955.70 ± 3.04 ^c	1787.7 ± 6.79 ^a

*Results expressed as mean ± standard deviation for each sample. Different superscript letters in a row indicate significant difference ($P < 0.05$) according to Tukey's test.

*Los resultados expresados como media ± desviación estándar para cada muestra. Letras superíndices diferentes en la fila indican diferencia significativa ($P < 0.05$) acorde con la prueba de Tukey.

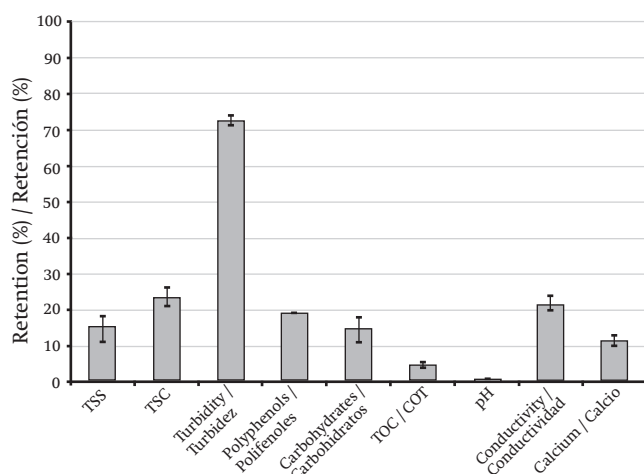


Figure 5. Retention of the MF membrane of each property and component.

Figura 5. Retención de la membrana MF hacia cada propiedad y componente.

of carbohydrates was 14.69 %; carbohydrates can also be associated with the high initial turbidity presented by the extract.

Regarding total polyphenols content, the extract had a high content of these components, about 1,190.74 mg·liter⁻¹, which means wastewater can be viewed as an important source of high-value-added nutraceutical components. Basically, the membrane did not retain a significant amount of these components; however, the low retention (18.96 %) can be attributed to their interaction with other retained components. The final

y disminuyó hasta valores de 1,896.66 μS·cm⁻¹ en permeado; sin embargo, esta propiedad incrementó hasta 2,792.33 μS·cm⁻¹ en el retenido, representando disminución en el permeado de 21.75 % (Figura 5).

El proceso de membrana influyó considerablemente en el contenido de turbidez en el extracto. La turbidez inicial de 538.09 NTU's disminuyó hasta 146.51 NTU's en el permeado final; mientras que las muestras de retenido presentaron incremento de 1,767.8 NTU's, ya que el porcentaje de retención fue de 72.76. Para el caso del contenido de carbohidratos totales en las aguas procedentes de la nixtamalización fue de 3.47 mg·mL⁻¹ en términos de azúcares (glucosa), lo cual representa una fuente valorable de componentes bioactivos; el permeado final presentó contenido de carbohidratos de 2.96 mg·mL⁻¹ y el retenido mostró 4.51 mg·mL⁻¹. La retención de la membrana MF en carbohidratos fue del 14.69 %, carbohidratos que también pueden estar asociados a la alta turbidez inicial que presentó el extracto.

Con respecto al contenido de polifenoles totales, el extracto presentó un alto contenido de estos componentes, alrededor de 1,190.74 mg·litro⁻¹, lo cual puede representar a esta agua residual como fuente importante de componentes nutraceuticos y de alto valor agregado. Básicamente, la membrana no retuvo contenido importante de estos componentes; sin embargo, la baja retención (18.96 %) puede atribuirse a su interacción con otro tipo de componentes retenidos. El permeado final conservó una concentración de 964.81 mg·litro⁻¹ en polifenoles, mientras que el retenido presentó 1,350.92 mg·litro⁻¹ de estos componentes.

permeate retained a concentration of 964.81 mg·liter⁻¹ of polyphenols, while the retentate presented 1,350.92 mg·liter⁻¹ of these components.

On the other hand, the organic concentration of the extract was 2,984 mg·liter⁻¹ in terms of TOC. This concentration decreased by 4.64 % in permeate samples because it showed a content of 2,485 mg·liter⁻¹; conversely, the retentate showed an increase in organic load with TOC values of around 3,620 mg·liter⁻¹. The reduced organic load is positive in that it helps prevent environmental pollution due to wastewater. Finally, the statistical test applied to the different streams shows significant differences ($P < 0.05$) in the physicochemical composition of the extract after the separation process; differences were observed in all properties evaluated. In addition, a decrease in the composition of the extract was corroborated, obtaining a permeate with a lower concentration of the components, while an increased concentration in the retentate was observed, as shown by the superscripts obtained in the Tukey test (Table 2). Essentially, the statistical analysis consistently supports a significant change in the composition of nixtamalization wastewaters after being subjected to the MF process.

Conclusions

The MF process, using a membrane with a 0.2 μm pore size, showed high retention values in the effluents generated by the corn nixtamalization process in terms of TSC, calcium, and carbohydrates, as well as a significant reduction in turbidity and electrical conductivity. The MF allowed separation, reaching a VRF value of 7, with a limiting TMP pressure of 1.3 bar. The final permeate flux decreased by around 21 % relative to the initial permeate level. Membrane permeability decreased by 22.68 %, which was recovered with a washing efficiency of 99.82 % by enzymatic methods. These results reveal that the MF is a viable process for treating nixtamalization effluents. Finally, the high retention of the membrane processes opens up the possibility of recovering components present in the effluent such as polyphenols, carbohydrates and calcium; moreover, recovering the components would contribute to the considerable decrease in the extract's organic load.

Acknowledgements

The authors thank Mexico's National Science and Technology Council (CONACYT) (Grant 439602/267705) and the National Polytechnic Institute (IPN) (SIP Project 20,150,178) for their financial support, and the *Istituto per la tecnologia delle membrane (ITM-CNR)*, Italy, for the research stay in its laboratories.

Por otro lado, la concentración orgánica del extracto fue de 2,984 mg·litro⁻¹ en términos de COT. Esta concentración disminuyó 4.64 % en las muestras de permeado debido a que mostró un contenido de 2,485 mg·litro⁻¹; por el contrario, el retenido presentó un aumento de carga orgánica con valores de COT alrededor de 3,620 mg·litro⁻¹. La disminución de la carga orgánica es positiva con el fin de evitar la contaminación ambiental debido al agua residual. Finalmente, la prueba estadística aplicada a las distintas corrientes muestra diferencias significativas ($P < 0.05$) en la composición fisicoquímica del extracto después del proceso de separación, diferencias observadas en todas las propiedades evaluadas. Además, se corrobora una disminución en la composición del extracto, obteniendo un permeado con menor concentración de componentes, mientras que un aumento en concentración en el retenido fue observado; tal como lo muestran los superíndices obtenidos en la prueba de Tukey (Cuadro 2). Esencialmente, el análisis estadístico soporta, de manera consistente, un cambio significativo en la composición de las aguas residuales de la nixtamalización utilizando un proceso de MF.

Conclusiones

El proceso de MF, utilizando una membrana con tamaño de poro de 0.2 μm, presentó altos valores de retención en los efluentes del proceso de nixtamalización de maíz en términos de TSC, calcio, carbohidratos y reducción significativa de la turbidez y conductividad eléctrica. La MF permitió la separación alcanzando un valor de VRF igual a 7, con una presión TMP limitante de 1.3 bar. El flujo de permeado final disminuyó alrededor del 21 % con respecto al flujo de permeado inicial. La permeabilidad de la membrana disminuyó 22.68 %, la cual se recuperó con una eficiencia de lavado de 99.82 % mediante procedimientos enzimáticos. Estos resultados revelan que la MF es viable para tratamiento de los efluentes del proceso de nixtamalización. Finalmente, la alta retención de los procesos de membrana abren la posibilidad a la recuperación de componentes presentes en el efluente como: polifenoles, carbohidratos y calcio; asimismo, la recuperación de componentes soportará la disminución considerable de la carga orgánica en el extracto.

Agradecimientos

Los autores agradecen al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) (Beca 439602/267705) y al Instituto Politécnico Nacional (IPN) (Proyecto SIP 20150178) por el financiamiento. Al *Istituto per la tecnologia delle membrane (ITM-CNR)*, Italia, por la estancia de investigación realizada en sus laboratorios.

End of English version

Fin de la versión en español

References / Referencias

- Abadi, S. R. H., Sebzari, M. R., Hemati, M., Rekabdar, F., & Mohammadi, T. (2011). Ceramic membran performance in microfiltration of oily wastewater. *Desalination*, 265, 222-228. doi: 10.1016/j.desal.2010.07.055
- Acosta-Estrada, B., Lazo-Vélez, M., Nava-Valdez, Y., Gutiérrez-Urbe, J., & Serna-Saldivar, S. (2014). Improvement of dietary fiber ferulic acid and calcium contents in pan bread enriched with nejayote food additive from white maize (*Zea mays*). *Journal of Cereal Science*, 60, 264-269. doi: 10.1016/j.jcs.2014.04.006
- Akechi, M., Abe, H., & Fujiyama, Y. (2008). Patent No. WO2008114410A1. In Shimatzu.
- AOAC (1998). Official Methods of Analysis. Official Method. 16th ed. Association of Official Analytical Chemists. Maryland. USA.
- Cassano, A., Marchio, M., & Drioli, E. (2007). Clarification of blood orange juice by ultrafiltration: analyses of operating parameters, membrane fouling and juice quality. *Desalination*, 212, 15-27. doi: 10.1016/j.desal.2006.08.013
- Cassano, A., Conidi, C., & Drioli, E. (2011a). Comparison of the performance of UF membranes in olive mill wastewaters treatment. *Water research*, 45, 3197-3204. doi: 10.1016/j.watres.2011.03.041
- Cassano, A., Conidi, C., & Drioli, E. (2011b). Clarification and concentration of pomegranate juice (*Punica granatum* L.) using membrane processes. *Journal of Food Engineering*, 107, 366-373. doi: 10.1016/j.jfoodeng.2011.07.002
- Chen, V., Li, H., Tan, D. S., & Petrus, H. B. (2006). Cleaning strategies for membrane fouled with proteins mixtures. *Desalination*, 200, 198-200. doi: 10.1016/j.desal.2006.03.294
- Cissé, M., Vaillant, F., Pallet, D., Dornier, M. (2011). Selecting ultrafiltration and nanofiltration membranes to concentrate anthocyanins from roselle extract (*Hibiscus sabdariffa* L.). *Food Research International*, 44, 2607-2614. doi: 10.1016/j.foodres.2011.04.046
- Conidi, C., Cassano, A., & Drioli, E. (2012). Recovery of phenolic compounds from orange press liquor by nanofiltration. *Food and Bioproducts Processing*, 90, 867-874. doi: 10.1016/j.fbp.2012.07.005
- Conidi, C., Cassano, A., & Garcia-Castello, E. (2014). Valorization of artichoke wastewaters by integrated membrane process. *Water research*, 48, 363-374. doi: 10.1016/j.watres.2013.09.047
- Dova, M. I., Petrotos, K. B., & Lazarides, H. N. (2007a). On the direct osmotic concentration of liquid foods. Part I: Impact of process parameters on process performance. *Journal of Food Engineering*, 78, 422-430. doi: 10.1016/j.jfoodeng.2005.10.010
- Dova, M. I., Petrotos, K. B., & Lazarides, H. N. (2007b). On the direct osmotic concentration of liquid foods: Part II. Development of a generalized model. *Journal of Food Engineering*, 78, 431-437. doi: 10.1016/j.jfoodeng.2005.10.011
- Dubois, M., Gilles, K. A., Hamilton, J. K., Rebers, P. A., & Smith, F. (1956). Colorimetric method for determination of sugars and related substances. *Analytical Chemistry*, 28, 350-356. doi: 10.1021/ac60111a017
- Field, R. W., Wu, D., Howell, J. A., & Gupta, B. B. (1995). Critical flux concept for microfiltration fouling. *Journal of Membrane Science*, 100, 259-272. doi: 10.1016/0376-7388(94)00265-Z
- Garcia-Castello, E., Cassano, A., Criscuoli, A., Conidi, C., & Drioli, E. (2010). Recovery ad concentration of polyphenols from olive mill wastewaters by integrated membrane system. *Water research*, 44, 3883-3892. doi: 10.1016/j.watres.2010.05.005
- Garcia-Castello, E. M., Mayor, L., Chorques, S., Arguelles, A., Vidal-Brotons, D., & Gras, M. L. (2011). Reverse osmosis concentration of press liquor from orange juice solid wastes: flux decline mechanisms. *Journal of Food Engineering*, 106, 199-205. doi: 10.1016/j.jfoodeng.2011.05.005
- Hua, F. L., Tsang, Y. F., Wang, Y. J., Chan, S. Y., Chua, H., & Sin, S. N. (2007). Performance study of ceramic microfiltration membrane for oily wastewater treatment. *Chemical Engineering Journal*, 128, 169-175. doi: 10.1016/j.cej.2006.10.017
- Singleton, V. L., Orthofer, R., & Lamuela-Raventós, R. M. (1999). Analysis of total phenols and other oxidation substrates and antioxidants by means of Folin-Ciocalteu reagent. *Methods in Enzymology*, 299, 152-178. doi: 10.1016/S0076-6879(99)99017-1
- Statistical Analysis System (SAS Institute). (2004). SAS/ETS User's Guide, Version 9.1. Cary, NC, USA: Author.
- Strathmann, H., Giorno, L., & Drioli, E. (2006). An introduction to Membrane Science and Technology. Consiglio Nazionale delle Ricerche. Rome, Italy.
- Valderrama-Bravo, C., Gutiérrez-Cortez, E., Contreras-Padilla, M., Rojas-Molina, I., Mosquera, J. C., Rojas-Molina, A., Beristain, F., & Rodríguez-García, M. E. (2012). Constant pressure filtration of lime water (nejayote) used to cook kernels in maize processing. *Journal of Food Engineering*, 110, 478-486. doi: 10.1016/j.jfoodeng.2011.12.018
- Valderrama-Bravo, C., Gutiérrez-Cortez, E., Contreras-Padilla, M., Oaxaca-Luna, A., Del Real-López, A., Espinosa-Arbelaez, D. G., & Rodríguez-García, M. E. (2013). Physico-mechanic treatment of nixtamalization by-product (nejayote). *CyTA-Journal of Food*, 110, 478-486. doi: 10.1080/19476337.2013.781680