

Universidad de Matanzas
Sede "Camilo Cienfuegos"
Facultad de Ciencias Técnicas
Departamento de Química



Trabajo de diploma presentado en opción al título de Ingeniero Químico

TÍTULO: Metodología de diseño de un filtro de tambor rotatorio para la extracción de sustancias húmicas.

Autor:

Yoandra Quintana Ortega

Tutores:

MSc. Irina Pedroso Rodríguez

Matanzas, Cuba 2021

Declaración de autoridad

Yo, Yoandra Quintana Ortega, me declaro como único autor de este trabajo realizado en la Universidad de Matanzas, como requisito parcial para optar por el título de Ingeniero Químico y autorizo que el mismo sea utilizado por la mencionada Institución como material de consulta. Para que así conste, debajo firma:

Yoandra Quintana Ortega

Nota de aceptación

Presidente del tribunal:

Firma:

Miembro del tribunal:

Firma:

Miembro del tribunal:

Firma:

La ciencia puede divertirnos y fascinarnos, pero es la ingeniería la que cambia el mundo.

Isaac Asimov

A mis padres por creer siempre en mí.

A mi hermano por su apoyo y preocupación.

AGRADECIMIENTOS

A mis padres, Layda y Fernando, por el apoyo incondicional, por los consejos y los sacrificios para poder cumplir este sueño.

A mi hermano Yasmany por su apoyo y por estar siempre ahí para todo cuanto necesité.

A mis amigas Katherine, Claudia y Yanelys por brindarme su amistad incondicional, por los buenos y malos momentos que pasamos juntas, por el apoyo y la motivación a lo largo de estos años de estudio.

A mis compañeros de aula porque de una forma u otra todos contribuyeron en mi formación.

A mi tutora Irina por toda la ayuda brindada, sin su apoyo no hubiese sido posible.

A todos los profesores del departamento de Ingeniería Química por toda la dedicación y contribución en mi formación profesional.

A todos los que se preocuparon y de alguna manera formaron parte de este proceso...

¡Muchas Gracias!

RESUMEN

El uso indiscriminado de fertilizantes químicos ha provocado serios problemas de degradación y pérdida de capacidad productiva de los suelos. Una solución a esta problemática es la combinación de fertilizantes químicos con orgánicos, donde una de las variantes es la utilización de las sustancias húmicas. El objetivo de este trabajo es proponer una metodología de diseño de un filtro para la separación de las sustancias húmicas. La metodología propuesta para el diseño permite determinar el área superficial y los tiempos de filtración, lavado y escurrido del filtro. Se utiliza como fuente de materia orgánica la cachaza por su alta disponibilidad en la provincia (605 641,6 kg/día). La metodología de extracción de sustancia húmicas utiliza como extractantes básico y ácido el NaOH (0,5 mol/L) y HCl (6 mol/L) respectivamente. El tiempo de filtrado del filtro tambor rotatorio para las condiciones establecidas es de 3,8 h con un área de filtración de 1,92 m² y un costo de adquisición de \$ 200 000,00.

ABSTRACT

The indiscriminate use of chemical fertilizers has caused serious degradation problems and loss of productive capacity of the soils. A solution to this problem is the combination of chemical and organic fertilizers, where one of the variants is the use of humic substances. The objective of this work is to propose a design methodology for a filter for the separation of humic substances. The methodology proposed for the design allows to determine the filter surface area and the times of filtration, washing and draining.

The filter cake is used as a source of organic matter due to its high availability in the province (605 641.6 kg / day). The humic substance extraction methodology uses NaOH (0.5 mol / L) and HCl (6 mol / L) as basic and acid extractants respectively. The rotary drum filter filtration time for the established conditions is 3.8 h with a filtration area of 1.92 m² and an acquisition cost of \$ 200,000.00.

ÍNDICE

Introducción.....	1
CAPÍTULO 1: FUNDAMENTACIÓN TEÓRICA.....	4
1.1 Sustancias húmicas	4
1.1.1 Ácidos húmicos.....	6
1.1.2 Ácidos Fúlvicos.....	7
1.1.3 Huminas.....	8
1.2 Métodos de extracción de sustancias húmicas	9
1.2.1 Extractantes fuertes.....	9
1.2.2 Extractantes medios.....	10
1.2.3 Extractantes suaves.....	10
1.2.4 Ácido Fórmico.....	10
1.3 Materias primas usadas para la extracción	11
1.4 Aplicaciones de las sustancias húmicas	13
1.4.1 Uso de los ácidos húmicos como fertilizante.....	13
1.4.2 Otros usos de los ácidos húmicos.....	14
1.5 Procesos de separación de sistemas sólido-líquido	17
1.5.1 Sedimentación.....	17
1.5.2 Centrifugación.....	18
1.5.3 Filtración.....	19
1.6 Conclusiones parciales	24
CAPÍTULO 2. METODOLOGÍA PARA EL DISEÑO DE UN FILTRO DE TAMBOR ROTATORIO.....	26
2.1 Metodología de extracción de sustancias húmicas	26
2.2 Propuesta de metodología de diseño del filtro tambor rotatorio	28
2.3 Conclusiones parciales del capítulo	32
CONCLUSIONES.....	33
RECOMENDACIONES.....	34
BIBLIOGRAFÍA.....	35
Anexos	43

Introducción

Los fertilizantes químicos han tenido un rol importante en la agricultura desde la segunda década del siglo pasado. El uso indiscriminado de los mismos, ha provocado serios problemas medioambientales, con la degradación de la capacidad productiva de los suelos, así como la afectación de la salud de la población en el consumo de alimentos tratados con ellos. Según De Oliveira *et al.* (2016) una de las causas principales del incremento de enfermedades de cáncer en el mundo, es el uso abusivo e inadecuado de los fertilizantes químicos en la producción de cultivos a corto plazo.

Una solución a esta problemática es la combinación de fertilizantes químicos con orgánicos, donde una de las variantes es la utilización de las sustancias húmicas, dada la importancia que se les atribuye a estas en la agricultura, las cuales se basan en primera instancia, en sus posibilidades para mejorar las propiedades físicas y químicas de los suelos (Hernández *et al.*, 2012).

En la última década las sustancias húmicas han surgido como una alternativa para reducir los efectos del estrés salino en diversidad de cultivos ya que además de mejorar la estructura del suelo tienen un efecto bioprotector ante diferentes tipos de estrés, por lo que pueden ser consideradas una alternativa en la reducción de los efectos adversos de estrés salino en varios cultivos (Zambrano, 2021).

Diversos estudios avalan el efecto de las sustancias húmicas (SH) y sus fracciones sobre el suelo, la fisiología y metabolismo de diversos cultivos, reduciendo los efectos negativos de diferentes tipos de estrés vegetal, interviniendo en la retención de agua y nutrientes, este efecto bioprotector se ha relacionado sobre todo con el incremento del tamaño radicular, altura de la planta y por consiguiente el aumento de la producción (Veobides-Amador *et al.*, 2018).

Las SH son macromoléculas de estructura altamente heterogénea y compleja, representan el mayor reservorio de carbono de la materia orgánica (60-80%). Pueden ser fraccionadas en ácidos húmicos (AH), fúlvicos (AF) y huminas (H) mediante el uso de reactivos alcalinos (NaOH y KOH) y ácidos (HCl y H₂SO) (Mosa *et al.*, 2020; Olk *et al.*, 2019; Sun *et al.*, 2020; Verrillo *et al.*, 2021).

Las sustancias húmicas se han producido de diversas fuentes de materia orgánicas. Las materias primas con mayor disponibilidad en el territorio son la cachaza y el estiércol de ganado vacuno, además de ser residuos de procesos agropecuarios. Estudios realizados por Madero (2019) demuestran que al utilizar la cachaza como fuente orgánica el tiempo óptimo de recopilación es a la segunda semana y Mesa (2019) determina que para el estiércol de ganado vacuno entre 4 y 5 semanas. Ambas materias primas no necesitan de condiciones específicas de almacenamiento, aunque si se mantienen bajo techo los porcentajes de extracción de materia orgánica son superiores.

Varias investigaciones han permitido definir las condiciones óptimas de operación para la extracción de sustancias húmicas. Santiago (2017) define que los extractantes básico y ácido más adecuados son NaOH (0,5 mol/L) y H₂SO₄ (6 mol/L) respectivamente. Domínguez (2018) y Vazquez (2018) establecen que las variables operacionales óptimas en la extracción son: 1/10 de relación sólido/líquido, y tiempos de extracción básica y ácida igual a 10 h para cada una.

Medina (2018) establece que para la etapa de separación de sustancias húmicas, la operación más adecuada es la filtración. Por las características de la torta y el objetivo de este proceso se hace necesario el diseño del equipamiento necesario para esta operación. Por ello se plantea como **problema de investigación**:

Necesidad de una metodología de diseño de un filtro para la separación de las sustancias húmicas.

Se formula la siguiente **hipótesis de trabajo**:

Si se analizan las metodologías de diseño de filtros, podrá proponerse la más adecuada para la separación de las sustancias húmicas.

Objetivo General:

Proponer una metodología de diseño de un filtro para la separación de las sustancias húmicas.

Objetivos Específicos:

1. Definir la materia prima y las condiciones operacionales para la extracción de las sustancias húmicas

2. Proponer una metodología de diseño del filtro de tambor rotatorio para la separación de las sustancias húmicas
3. Estimar el costo de adquisición del filtro de tambor rotatorio

CAPÍTULO 1: FUNDAMENTACIÓN TEÓRICA

En este capítulo se abordan temáticas relacionadas con el tema de investigación. Se definen que son las sustancias húmicas, sus características, formas de extracción y usos. Además, se explican los diferentes tipos de separación, haciendo énfasis en la filtración, por ser el objetivo del trabajo.

1.1 Sustancias húmicas

Las sustancias húmicas, (SH), se definen como los productos orgánicos más ampliamente distribuidos de biosíntesis en la superficie de la tierra. Respecto al origen y formación de las sustancias húmicas Veobides-Amador *et al.* (2018) plantean que dichos materiales orgánicos son resultantes de la descomposición de los residuos vegetales, animales y de microbios.

Según Weber (2020), las sustancias húmicas representan una fuente importante de material orgánico inanimado. Aproximadamente el 80% del carbono total en los medios terrestres y el 60% del carbono disuelto en los medios acuáticos están compuestos por sustancias húmicas.

En varios estudios Olk *et al.* (2019); Weber (2020); Zhang *et al.* (2018), coinciden con el criterio de Stevenson (1997), que utiliza este término como nombre genérico para denominar la materia coloreada o las fracciones de esta, basándose en sus características de solubilidad. Son una serie de sustancias de peso molecular relativamente grande, coloreadas desde amarillo hasta negro.

Las sustancias húmicas según su solubilidad se pueden clasificar en tres fracciones. Los ácidos húmicos (AH) representan la fracción que es insoluble en agua bajo condiciones ácidas ($\text{pH} < 2$), pero es soluble en altos valores de pH. Los ácidos fúlvicos son solubles en agua bajo cualquier condición de pH, mientras que la humina es insoluble en agua a cualquier valor de pH (Rodríguez *et al.*, 2016; Saito y Seckler, 2014; Stevenson, 1997; Susic, 2016; Veobides-Amador *et al.*, 2018; Weber, 2020; Xu *et al.*, 2017; Zhang *et al.*, 2018; Zularisam *et al.*, 2017). La autora

considera que la técnica de fraccionamiento más común y aceptada de las SH, es la basada en las diferentes solubilidades en agua de valores de pH.

La Figura 1.1 muestra que las sustancias húmicas están compuestas por ácidos húmicos, ácidos fúlvicos y huminas, que difieren en su peso molecular, número de grupos funcionales, grado de polimerización, solubilidad (Raposo *et al.*, 2016) y composición general (Saito y Seckler, 2014; Stevenson, 1997; Tadini *et al.*, 2015). Según Bettoni *et al.* (2016) estos son derivados de transformaciones bioquímicas de compuestos de material orgánica, tales como la lignina, celulosa, azúcares y aminoácidos después de la descomposición microbiana.

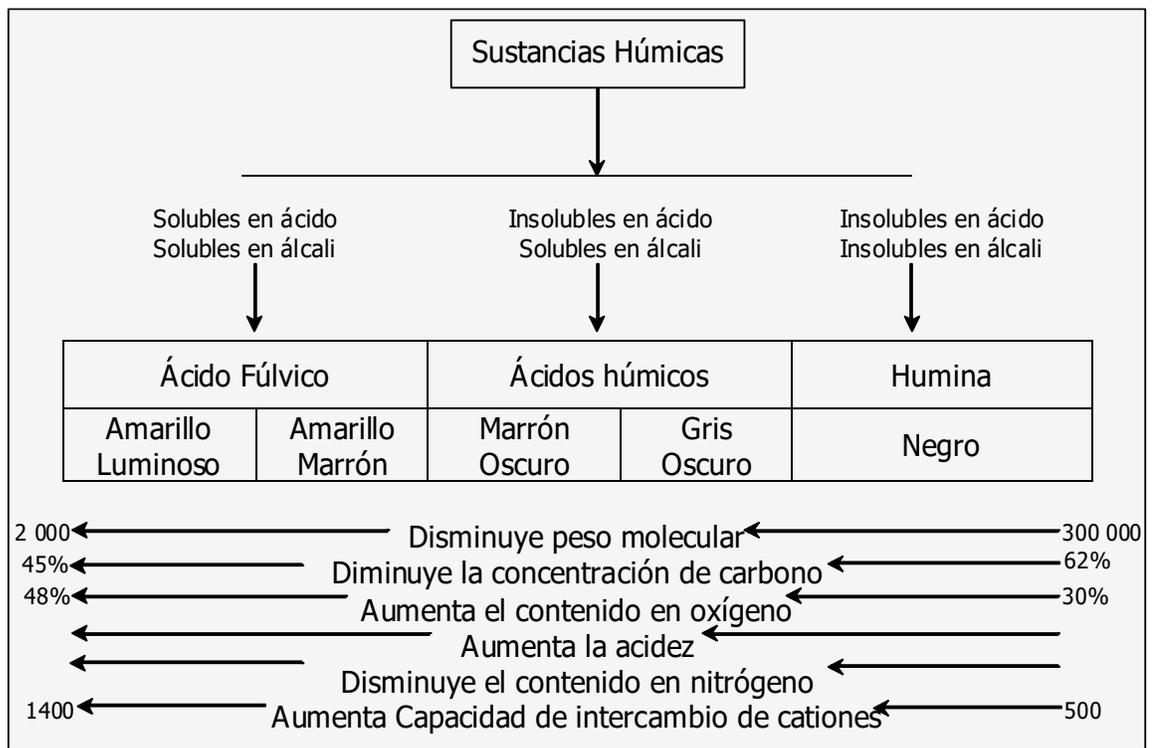


Figura 1.1: Fraccionamiento y propiedades de las sustancias húmicas. Fuente: Ramos (2000); Stevenson (1997); Weber (2020) citado por (Domínguez, 2018; Medina, 2018; Mesa, 2019; Santiago, 2017; Vazquez, 2018).

1.1.1 Ácidos húmicos

Los ácidos húmicos (AH) son el componente principal del humus y es omnipresente en los minerales, el suelo, los sedimentos y el agua (Chandan *et al.*, 2016; Roba *et al.*, 2011).

Varios autores plantean que los ácidos húmicos son el grupo en el que se engloban las materias que se extraen del suelo por disolventes (NaOH, KOH, NH₄OH, Na₂HCO₃, Na₄P₂O₇, NaF, oxalato sódico, urea, y otros) y que, al acidificar con ácidos minerales, se precipitan de las soluciones obtenidas en forma de un gel oscuro (Gomes de Melo *et al.*, 2016; Raposo *et al.*, 2016).

Según Susic (2016) los ácidos húmicos constituyen una compleja mezcla de polímeros y copolímeros y, por tanto, están constituidos por monómeros, que a su vez están formados por otras unidades estructurales. El término de ácidos húmicos se usa para los ácidos marrones, negros, poliméricos y solubles en álcalis que se encuentran en suelos, plantas, pastos marinos, hongos, sedimentos y aguas terrestres y marinas.

El ácido húmico (HA) es una molécula orgánica compleja con un alto peso molecular que varía de aproximadamente 5.000 a 100.000 daltons. Es de color marrón oscuro o negro, soluble en solución alcalina e insoluble en condiciones ácidas (Davies y Ghabbour, 1998; ZHOU *et al.*, 2000).

Los ácidos húmicos del suelo contienen de 53 a 58 % de carbono y de 32 a 38 % de oxígeno (Kulikowska *et al.*, 2015), mientras que Gomes de Melo *et al.* (2016) demuestra que la composición de ácidos húmicos extraídos de diferentes fuentes, incluyendo los comerciales, son aproximadamente 50 % de carbono, 35 % de oxígeno y 5 % de hidrógeno, con el porcentaje restante distribuido entre nitrógeno y azufre.

Al realizarse estudios agudos de toxicidad, los ácidos húmicos obtenidos a partir de sales de sodio no son tóxicos para los humanos. No existen reportes de toxinas

asociados a estos compuestos. Varios estudios de toxicidad citados por Santiago (2017) han demostrado que es no tóxico ni irritante, en pruebas en animales. La literatura publicada reporta que es no genotóxico, no teratogénico y no mutagénico, también probado en animales.

En resumen, la autora considera que las principales propiedades de los ácidos húmicos son la solubilidad, la dependencia del pH y la interacción con grupos hidrofóbicos.

1.1.2 Ácidos Fúlvicos

Los ácidos fúlvicos son la fracción de las sustancias húmicas solubles en agua bajo cualquier condición de pH. Ellos permanecen en solución después de removido el ácido húmico por la acidificación (Stevenson, 1997; Weber, 2020). Los ácidos fúlvicos (AF) son solubles en ácidos y alcohol (Chandan *et al.*, 2016) y junto a los ácidos húmicos son los compuestos más característicos de las sustancias húmicas del suelo.

Estos compuestos se diferencian de los ácidos húmicos por su coloración más clara, por su contenido relativamente bajo en carbono (menos del 55 %). Estos contienen sustancias reductoras y posiblemente en cantidades mayores que los ácidos húmicos, aproximadamente entre un 20 y 25 % (Romera, 2005; Stevenson, 1997). Las propiedades comunes de los ácidos húmicos y fúlvicos son su heterogeneidad y posibilidad de separación en una serie de fracciones por distintos procedimientos (mediante precipitación fraccionada por ácidos y soluciones buffer, métodos de ultra centrifugación, electroforesis y cromatografía) (Pérez, 2009).

Los ácidos fúlvicos son más bajos en peso molecular que los ácidos húmicos, y son los constituyentes que se encuentran a menudo en las aguas coloridas de lagos, arroyos y acuíferos (Kulikowska *et al.*, 2015). Los ácidos fúlvicos del suelo contienen menos carbono y más oxígeno, lo que nos reporta un contenido similar de ambos (40-50 %), además contienen más grupos funcionales que los ácidos húmicos, principalmente carboxílico (61,8-88,4 %) y grupos hidroxilo (11,6-37,2 %).

Muchos informes muestran que los ácidos fúlvicos, debido a su mayor contenido de grupos funcionales, son generalmente la fracción de sustancias húmicas que reacciona principalmente con los metales, independientemente del origen ácido (suelos naturales o contaminados o compost). Pueden actuar como portadores metálicos, principalmente debido a su menor peso molecular y mayor contenido de grupos funcionales (Kulikowska *et al.*, 2015).

Romera (2005) refiere que los ácidos fúlvicos, poseen en esencia unidades estructurales similares a los ácidos húmicos, se caracterizan por la presencia de una fracción nuclear poco pronunciada (rejillas aromáticas de carbono) con predominio de cadenas laterales. Esto da fundamento para considerarlos como los representantes menos “maduros” del grupo de los ácidos húmicos.

1.1.3 Huminas

Se conoce como huminas a la fracción de las sustancias húmicas que no es soluble en agua bajo ningún valor de pH (Gomes de Melo *et al.*, 2016; Raposo *et al.*, 2016; Weber, 2020). Según estudios realizados por Chandan *et al.* (2016); Stevenson (1997) la humina también es insoluble en ácidos y alcoholes (Tadini *et al.*, 2015). En otras palabras, las huminas son las sustancias que no se extraen con soluciones alcalinas, de un suelo descalcificado (incluso por tratamientos múltiples) (Romera, 2005).

Se debe señalar, que algunos autores (Chang *et al.*, 2014; Jisheng *et al.*, 2017; Rice, 2001; Song *et al.*, 2011) afirman que la humina no se ajusta a las definiciones clásicas para considerarla como una sustancia húmica y Stevenson (1997) define las sustancias no húmicas como el extracto de porción que permanece insoluble en soluciones acuosas a todos los niveles de pH, y Tadini *et al.* (2015) recomienda que se trate de forma operativa como el residuo de materia orgánica disuelta.

En cuanto a la composición de estas sustancias Tan (2014), determina que son biopolímeros vegetales degradados, que contienen una variedad de materiales tales como lípidos y ácidos húmicos unidos a minerales del suelo, y residuos

insolubles con un alto contenido de cenizas, lo que coincide con los estudios realizados por Schnitzer y Monreal (2011); Stevenson (1997). Varios autores (Jisheng et al., 2017; Chang et al., 2014), suponen que la insolubilidad de la humina está asociada con el predominio de estructuras de hidrocarburos alifáticos.

1.2 Métodos de extracción de sustancias húmicas

Las metodologías de extracción de ácidos húmicos se clasifican en tres tipos, en correspondencia con la agresividad del reactivo que se utilizará para disolver las sustancias húmicas del suelo. Susic (2016) plantea que estas dependen del extractante y material a extraer y clasifica las metodologías de extracción de ácidos húmicos en:

- Extractantes Fuertes
- Extractantes Medios
- Extractantes Suaves

También se utiliza el ácido fórmico como extractante, aunque en algunas bibliografías definen a los extractantes suaves y medios en un solo grupo, sin embargo, en este trabajo se hace distinción entre ellos.

1.2.1 Extractantes fuertes

Entre los extractantes fuertes que se conocen se encuentran el hidróxido de sodio (NaOH) o también puede utilizarse el hidróxido de potasio (KOH) (Saito y Seckler, 2014). Es el procedimiento más utilizado para la extracción de sustancias húmicas de tipo comercial. Ramos (2000) expone que para obtener mayor rendimiento se realizan extracciones sucesivas. La mayor ventaja de este método es el alto porcentaje de extracción que se obtiene siendo de 80%, debido a esto es el más utilizado en la industria (Fuentes *et al.*, 2016; Lukyanov *et al.*, 2016; Barbara Scaglia *et al.*, 2016; Stevenson, 1997).

1.2.2 Extractantes medios

Estos extractantes producen mínimas alteraciones en la materia orgánica. En algunos casos se emplean junto a productos alcalinos para aumentar su efectividad. Algunos de estos ejemplos son el pirofosfato de sodio ($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$), el oxalato amónico y algunas otras sales neutras. De todos ellos, sin dudas, el más utilizado es el pirofosfato sódico, que, aunque muestra una efectividad extractiva de tan sólo un 30% produce mínimas alteraciones en la materia orgánica (Fuentes *et al.*, 2016).

1.2.3 Extractantes suaves

Entre los extractantes suaves que se utiliza se encuentra el EDTA, la cetilcetona, el cupferrón y disolventes orgánicos de varios tipos como el tetrahidrofurano. Una manera de aumentar la efectividad es la mezcla de estos reactivos con otros productos, como la urea a altas concentraciones. Obviamente, aunque las alteraciones que se producen en la materia orgánica extraída son menores, la efectividad que muestran estos productos es mucho menor (Hamati *et al.*, 2012).

1.2.4 Ácido Fórmico

La extracción de la materia orgánica del suelo con ácido fórmico demuestra que bajo ciertas condiciones se obtiene desde un 55 % de extracción de materia orgánica en suelos minerales, hasta un 80 % en compost. Esto se logra con ácido fórmico que contenga fluoruro de litio y bromuro de litio. La extracción con ácido fórmico es la más eficiente donde la mayoría de las sustancias orgánicas están parcialmente humificadas (Ramos, 2000). La extracción con agentes fuertes es la que permite mayor porcentaje de extracción, pero provoca alteraciones en las sustancias húmicas, por lo que la Sociedad Internacional de Sustancias Húmicas recomienda que a nivel industrial este proceso se lleve a cabo en atmósfera inerte (en presencia de N_2) y ocurra a pH mayores que 7. Pérez (2009) cita a Ramos (2000), el cual demuestra que tanto las alteraciones en las sustancias húmicas como la cantidad de materia orgánica extraída, son mayores cuanto más concentrada es la base y cuanto mayor es el tiempo de contacto.

La Tabla 1.2 muestra un resumen de los extractantes que se utilizan para la separación de las sustancias húmicas.

Para el fraccionamiento de las sustancias húmicas (ácidos húmicos y fúlvicos) es necesario una etapa de acidificación de las sustancias húmicas hasta valores de pH entre 1 y 2. Los extractantes ácidos más utilizados son el HCl (IHSS, 2008; Lukyanov *et al.*, 2016; Raposo *et al.*, 2016; Santiago, 2017; Barbara Scaglia *et al.*, 2016) y H₂SO₄ (Medina, 2018; Pérez, 2009; Saito y Seckler, 2014; Tsuda *et al.*, 2014; Vazquez, 2018).

1.3 Materias primas usadas para la extracción

Existen diversos materiales orgánicos de los cuales se pueden extraer sustancias húmicas y en particular los ácidos húmicos. A continuación, se hace referencia a alguno de ellos:

- Estiércol de ganado (Guo *et al.*, 2016; Huang y Wei, 2018; Ranganathan, 2006; Ueda y Sakamoto, 2006)
- Lodos de plantas de tratamientos de agua (Yang *et al.*, 2016)
- Humus de lombriz (Chandan *et al.*, 2016; Barbara Scaglia *et al.*, 2016)
- Compost (Huang y Wei, 2018; La Montagne, 2002; Plaza *et al.*, 2005; Ranganathan, 2006; Barbara Scaglia *et al.*, 2016)
- Turba (Saito y Seckler, 2014)
- A partir de la hoja de piña (Ahmed *et al.*, 2002)
- A partir de residuos de jardinería (Montoneri *et al.*, 2008; Pérez, 2009).
- Residuos de la industria azucarera, la cachaza (Galba *et al.*, 2010; Medina, 2018; Vazquez, 2018)
- Sistemas acuáticos (Fuentes *et al.*, 2016; Tsuda *et al.*, 2014)
- Leonardita (Fuentes *et al.*, 2016)

Tabla 1.2: Extractantes utilizados para la extracción de sustancias húmicas.

Extractante		Fundamentos	Referencias
Fuertes	NaOH	Es el procedimiento más utilizado para la extracción de sustancias húmicas de tipo comercial, por su alto porcentaje de extracción (80 %).	Fuentes <i>et al.</i> (2016); IHSS (2008); Lukyanov <i>et al.</i> (2016); Medina (2018); Raposo <i>et al.</i> (2016); Santiago (2017); Barbara Scaglia <i>et al.</i> (2016); Vazquez (2018)
	KOH		Fuentes <i>et al.</i> (2016); Lukyanov <i>et al.</i> (2016); Pérez (2009); Saito y Seckler (2014)
Medios	Na ₄ P ₂ O ₇ , EDTA	Estos extractantes producen mínimas alteraciones en la materia orgánica. En algunos casos se emplean junto a productos alcalinos para aumentar su efectividad.	Asing <i>et al.</i> (2009); Fuentes <i>et al.</i> (2016); Olk <i>et al.</i> (2019)
Suaves	(EDTA, acetilcetona, cupferrón y disolventes orgánicos de varios tipos como el tetrahidrofurano)	Una manera de aumentar la efectividad es la mezcla de estos reactivos con otros productos, como la urea a altas concentraciones. Obviamente, aunque las alteraciones que se producen en la materia orgánica extraída son menores, la efectividad que muestran estos productos es mucho menor.	Hamati <i>et al.</i> (2012)
Ácido Fórmico (HCOOH)		Se obtiene desde un 55 % de extracción de materia orgánica en suelos minerales, hasta un 80 % en compost. La extracción con ácido fórmico es la más eficiente para donde la mayoría de las sustancias orgánicas están parcialmente humificadas.	Ramos (2000)

Se debe destacar que la leonardita no está disponible en Cuba, mientras la turba es una reserva ecológica, y en el caso de los residuos de jardinería es muy complejo el proceso de recolección. Por otra parte, el humus de lombriz y el compost se utilizan como fertilizante con buenos rendimientos, por lo que no es factible procesarlos para extraerles las SHs.

En este trabajo se utiliza la cachaza, por la disponibilidad existente en la provincia de Matanzas, además se considera una fuente rica y renovable de materia orgánica. Según estudios de Galba *et al.* (2010) la cachaza presenta altos contenidos de nutrientes, principalmente calcio y sulfuro, que permiten remover los sólidos en el suelo. Además, la carencia de aluminio, el alto contenido de fósforo y la débil acidez favorecen su uso como enmienda en el suelo y promueve las condiciones químicas óptimas para estabilizar la materia orgánica.

1.4 Aplicaciones de las sustancias húmicas

Las sustancias húmicas tienen disímiles de aplicaciones, aunque en la agricultura es la más recomendada y usada.

1.4.1 Uso de los ácidos húmicos como fertilizante

Las sustancias húmicas se usan principalmente en la agricultura como fertilizante orgánico por las grandes ventajas que le proporciona tanto al suelo como a las plantas, entre ellas se pueden mencionar (Calvo *et al.*, 2014; Pedroso, 2007; Susic, 2016):

- Liberación biológica de nutrientes por parte de minerales insolubles
- Fuerza, vigorosidad y crecimiento de la raíz de la planta
- Respiración
- Fotosíntesis
- Biohabilidad mineral y estabilización
- Estabilización del nitrógeno y eficiencia fertilizante
- Resistencia a las enfermedades
- Mejora las propiedades físicas del suelo
- Incrementa la energía para plantas y suelos

- Incrementa la velocidad de germinación de las semillas
- Elimina toxinas
- Agrega oxígeno al suelo
- Incrementa las poblaciones de microorganismos en el suelo
- Reduce el uso de herbicidas entre un 25 – 50 %

Estudios han demostrado que los compuestos húmicos, como el ácido húmico y el ácido fúlvico, estimulan el crecimiento de las plantas en términos de aumentar la altura de la planta y el peso seco o fresco, así como también mejorar la absorción de nutrientes (Alarcón-Zayas *et al.*, 2018; Ponce, 2019; Reyes *et al.*, 2017).

Estos efectos parecen depender de la concentración (Lee *et al.*, 2009) y la fuente de la sustancia y de las especies de plantas. Las diferencias entre ácidos húmicos y fúlvicos desde el punto de vista de aplicación, son principalmente relacionadas con su peso molecular y su movilidad en la solución del suelo por lo que ácidos húmicos con alto peso molecular tienen mayor impacto en las propiedades físicas y efectos biológicos locales del suelo, mientras que los ácidos fúlvicos con bajo peso molecular pueden primeramente influir en el transporte de micronutrientes en la solución del suelo así como tiene efectos biológicos en la rizósfera. Utilizándose el ácido húmico como tratamiento contra la erosión de los suelos por sus propiedades de absorción y retención de agua. (Calvo *et al.*, 2014).

1.4.2 Otros usos de los ácidos húmicos

Los ácidos húmicos se utilizan además en diferentes tipos de industrias (Pérez, 2009), tales como:

- Industria del cemento o concreto: puede usarse como agente licuante en concreto u hormigón, pues no reacciona con concreto, solo puede retardar o acelerar la aplicación de formulaciones. No solo reduce el consumo de concreto, además mejora las propiedades físico-mecánicas. También tienen potencial como aditivo especial de control de densidad (peso ligero) en cemento. Disminuye la tensión superficial de agua, lo que favorece a una mejor utilización de partículas sólidas en el concreto.

- Industria del papel: se usa para colorear el papel, mientras mejora el grosor y elimina la penetración de sustancias tóxicas en las aguas residuales, todo esto al mismo tiempo. Además, puede usarse como aditivo especial para ciertos tipos de papeles oscuros, particularmente los papeles que requieren el uso de aceites, ceras, resinas, entre otros.
- Agua de perforado: los ácidos húmicos tienen tres tipos de funciones cuando son usados en fluidos de perforación; primero, reducen la viscosidad y la concentración de materiales gelatinosos formados por coagulación (gel); segundo, como disolvente, anticoagulante, dispersante y como agente de control reológico; tercero, como un emulsificante.
- Tratamiento de aguas residuales: puede ser usado el ácido húmico y sus derivados para eliminar metales tóxicos y sus iones de dichas aguas. Ayuda a la eliminación de grasas, aceites, líquidos orgánicos y materia suspendida. Se considera como una ayuda especial en la coagulación, y además ser usado en conjugación con polímeros floculantes solubles en agua para eliminar materia orgánica soluble. Su mayor efecto se observa en la eliminación de plomo, mercurio, cadmio, cobre, zinc, níquel y cromo.
- Prolongar la vida útil de las baterías: como materiales de superficie activa, los ácidos húmicos influyen en el tamaño y la morfología del plomo y el sulfato de plomo durante los ciclos de carga y descarga.
- Arenas para fundición: los ácidos húmicos pueden ser usados como aditivos para la arena de las fundiciones, debido a sus propiedades dispersantes y características ligantes ambos en arenas de fundición con base de aceite y agua.
- Grasa y lubricantes: debido a la naturaleza organofílica y estabilidad, incluso a altas temperaturas, los ácidos húmicos pueden ser usados como un aditivo especial para modificar la estructura gelatinosa y otras propiedades saponíficas de las grasas y lubricantes.
- Inmovilización de enzimas: debido a las características hidrofóbicas y superficie potencialmente reactiva, los ácidos húmicos pueden inmovilizar ciertos tipos de enzimas.

- Pinturas y recubrimientos industriales: los ácidos húmicos pueden ser utilizados como agentes de color negro, pigmentos especiales y aditivos de control reológico en pinturas con base de aceite, recubrimientos industriales, barnices y lacas. Pueden ser especialmente usados en el coloreado de madera, cuero y alfombras.
- Tintas para impresión: los ácidos húmicos pueden ser aplicados para modificar las propiedades reológicas de las tintas para impresión de color oscuro o negro. Estos tienen propiedades dispersantes (control de flujo) en ciertos tipos de sistemas basados en solventes. Pueden ser usados como agentes de teñido coloidales debido a su color negro. Una propiedad importante de los ácidos húmicos es la propiedad de limitar la penetración de ciertos aceites en los poros de los sustratos.

Diversos autores, citados por (Santiago, 2017) señalan otros usos de los ácidos húmicos en la industria farmacéutica y de cosméticos :

- Son utilizados para la protección solar, anti-envejecimiento y cuidado de la piel, sin embargo Klöcking *et al.* (2013) estudió su potencial como un componente de barras de labios para prevenir la reactivación del virus del herpes simple.
- En concentraciones superiores a 100 µg ml⁻¹ fueron capaces de proteger las células U937 de daño inducido por rayos ultravioletas (Gomes de Melo *et al.*, 2016).
- Aeschbacher *et al.* (2012); Dhanapal y Sekar (2014) sugieren el uso de derivados de AHs como antioxidantes naturales para conservantes de alimentos, además de su utilización en suplementos nutricionales donde asegura su eficiencia y rentabilidad en comparación con otros antioxidantes alimenticios.
- Ghosal (2003); Khanna *et al.* (2010) desarrollan sistemas de sustancias húmicas (SHs) para ingredientes activos (farmacéuticos, nutricionales y cosméticos) con baja solubilidad. Estos sistemas consisten en complejos fármacos producidos por unión hidrófoba, unión covalente o quelación. Que son capaces de aumentar la solubilidad del fármaco, la permeabilidad y biodisponibilidad y son adecuados para uso tópico u oral.

- Tratamientos terapéuticos: algunos productos médicos con contenidos de ácidos húmicos son utilizados con este objetivo. Por ejemplo Pérez (2009) cita que en los atletas se usan para mejorar su desempeño mental y físico ya que aumenta las defensas del organismo.

1.5 Procesos de separación de sistemas sólido-líquido

El problema general de la separación de sólidos y líquidos, puede resolverse de distintas maneras según la naturaleza de los sólidos y de la proporción sólido a líquido en la mezcla que quiere separarse (Batule, 2005).

En la tecnología química se encuentran ampliamente difundidas las operaciones relacionadas con las separaciones mecánicas de sistemas sólido-líquido (Kasatkin, 1987).

Las técnicas están basadas en las diferencias físicas entre las partículas, tales como tamaño, forma o densidad. De forma general son aplicables a la separación de sólidos de gases, .de gotas líquidas de gases, sólidos de sólidos y sólidos de líquidos (McCabe *et al.*, 2007).

La figura 1.2 muestra las principales tecnologías empleadas para la separación en sistemas solido-líquido (Perry y Green, 2008; Walas, 1990).

1.5.1 Sedimentación

La sedimentación consiste en la separación por acción de la gravedad, de partículas suspendidas cuyo peso específico es mayor que el del fluido (McCabe *et al.*, 2007; Rosabal y Valle, 1998).

Según Medina (2018), aunque aumente el grado de separación de las fases en el proceso, en comparación con otros procedimientos de separación de sistemas heterogéneos, la sedimentación resulta menos costosa, pues cuenta con la ventaja económica de que aprovecha los efectos de la gravedad, donde el gasto energético es menor (Kasatkin, 1987; Rosabal y Valle, 1998).

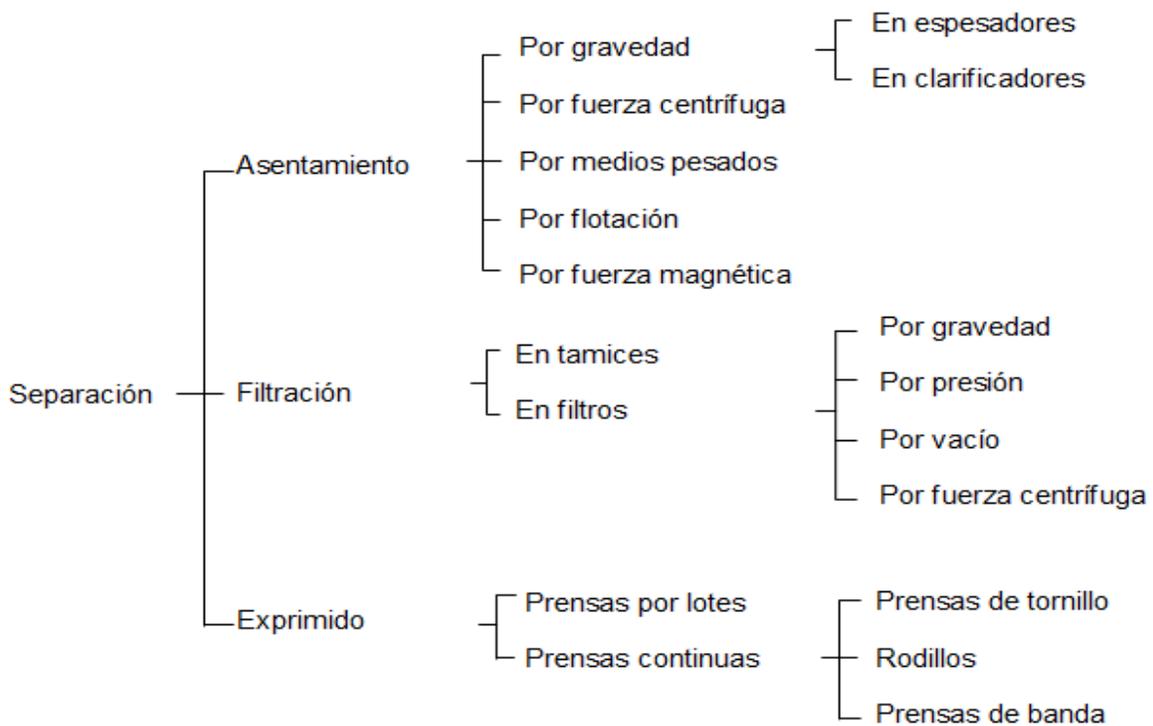


Figura 1.2: Tecnologías para la separación de sistemas heterogéneos sólido-líquido (Perry y Green, 2008; Walas, 1990).

Los sedimentadores se pueden clasificar en espesadores y clarificadores (Rosabal y Valle, 1998) de acuerdo con la importancia del producto en el proceso. Según la forma de operación pueden ser de acción periódica o discontinua, continuos o semicontinuos (Kasatkin, 1987; Rosabal y Valle, 1998).

1.5.2 Centrifugación

La centrifugación es el procedimiento de separación de sistemas heterogéneos, en particular emulsiones y suspensiones, en el campo de las fuerzas centrífugas empleando paredes divisorias herméticas o permeables para el líquido (Mercado, 2014; Rosabal y Valle, 1998).

Según McCabe *et al.* (2007) y Mercado (2014), la centrifugación se clasifica en dos grandes grupos: sedimentación centrífuga y filtración centrífuga. Los equipos donde se lleva a cabo esta operación se denominan, por tanto, centrifugas de sedimentación y centrifugas de filtración.

- Las centrifugas filtrantes son aparatos con paredes permeables donde se efectúa la separación de las suspensiones según el principio de filtración, en este caso la diferencia de presiones se sustituye por la acción de la fuerza centrífuga.
- Las centrifugas de sedimentación se utilizan para la separación de suspensiones, cuando la velocidad de sedimentación es muy pequeña, cuando las partículas sólidas son muy pequeñas y cuando la diferencia de densidades entre las fases es pequeña.

Las operaciones en las centrifugas antes mencionadas son más complicadas que las correspondientes a los sedimentadores y filtros debido a la presencia de la fuerza centrífuga, que alcanza magnitud considerable, y en vez de capas planas de sedimento y líquido se forman capas con superficie de líquido cilíndricas, complicando así la dependencia del procedimiento respecto a los factores geométricos (Kasatkin, 1987).

1.5.3 Filtración

Se denomina filtración a la operación unitaria que consiste en separar suspensiones en sus componentes utilizando membranas o cuerpos porosos que retienen la fase sólida y dejan pasar la fase fluida. (Ospino y Agamez 2015; Rosabal y Valle, 1998).

Según Foust *et al.* (1982) la filtración es una de las aplicaciones más comunes del flujo de fluidos a través de lechos compactos.

La operación de filtración comprende, además de la formación de la torta, las etapas de purga, lavado y desecado. El uso de estas etapas es opcional y depende de las características de la tecnología de que se trate (Rosabal y Valle, 1998).

La filtración y los filtros se pueden clasificar de acuerdo a:

- Fuerza motriz: la separación ocurre por acción de la gravedad, presión aplicada aguas arriba del medio filtrante, vacío o presión aplicada aguas abajo del medio filtrante, o fuerza centrífuga a través del medio (McCabe *et al.*, 2007; Perry y Green, 2008).
- Ciclo de funcionamiento: la filtración puede ser continua o de acción periódica (McCabe *et al.*, 2007; Perry y Green, 2008; Rosabal y Valle, 1998). Los filtros de acción periódica se usan fundamentalmente para pequeñas producciones, cuando se desea obtener un filtrado muy limpio y la resistencia de la torta es grande, aunque el uso de sustancias auxiliares en la filtración continua, borra en gran parte las desventajas tradicionales de los filtros continuos frente a los de acción periódica en cuanto a la calidad del filtrado (Rosabal y Valle, 1998)
- Objetivo: puede ser sólidos secos (la torta), líquido clarificado (el filtrado), o ambos. (Perry y Green, 2008).
- Mecanismo de filtración: cuando los sólidos se detienen en la superficie del medio filtrante y se amontonan unos sobre otros formando una torta, se denomina filtración de torta, cuando los sólidos se quedan atrapados dentro de los poros o el cuerpo del medio se denomina filtración de profundidad (Perry y Green, 2008).
- Naturaleza de los sólidos: los sólidos pueden ser comprensibles o incomprensibles (Perry y Green, 2008; Rosabal y Valle, 1998). Los comprensibles son aquellos cuya porosidad disminuye al aumentar la diferencia de presión, mientras que los incomprensibles la porosidad no cambia al aumentar la presión (Rosabal y Valle, 1998).

En las tortas obtenidas por filtración, la resistencia específica de ésta varía con la caída de presión producida a medida que ésta se deposita; esto se explica porque la torta se va haciendo más densa a medida que la presión se hace mayor y dispone por ello de menos pasadizos con un tamaño menor para que pase el flujo. Tortas muy comprensibles serán aquellas que derivan de sustancias blandas y floculentas, en contraste con sustancias duras y granulares, como el azúcar y los cristales de sal, que se ven muy poco afectados por la presión (la velocidad es independiente de la presión) (Sánchez 2004).

Diversos autores (McCabe *et al.*, 2007; Perry y Green, 2008; Rosabal y Valle, 1998) consideran que entre los factores que influyen en el proceso de filtración están:

- Presión: según las características del sólido, un aumento de la presión podría provocar tanto un incremento proporcional de la velocidad de filtración, como la disminución de la misma.
- Temperatura: la temperatura de la lechada de alimentación puede ser tanto una ayuda como una limitación. A medida que aumenta la temperatura de la lechada de alimentación, la viscosidad de la fase líquida se reduce, lo que provoca un aumento en la tasa de filtración y una disminución en el contenido de humedad de la torta. Para tortas incomprensibles el aumento de la temperatura favorece la velocidad de filtración, mientras que para tortas comprensibles, por lo general, se obtienen resultados similares.
- Medio filtrante: el medio filtrante de cualquier filtro ha de cumplir las características siguientes (McCabe *et al.*, 2007).
 - Ha de retener los sólidos a filtrar, dando lugar a un filtrado razonablemente claro.
 - No debe obstruirse o cegarse.
 - Ha de ser químicamente resistente y tener suficiente resistencia física para soportar las condiciones del proceso.
 - Ha de permitir que la torta formada se desprenda de una forma limpia y completa.
 - No ha de ser excesivamente caro.

1.5.3.1 Filtración al vacío

La filtración al vacío es un método de separación por presión, que utiliza tejidos de fibras naturales, tejidos metálicos (láminas perforadas o pantallas), hilos sintéticos o mixtos como medio de filtrado primario. El medio filtrante secundario requiere de un medio poroso denominado torta, formado por el propio material sólido que es retenido en la pantalla metálica, que retiene partículas sólidas permitiendo el paso de los fluidos (Spirandeli *et al.*, 2016).

En todos los filtros continuos de vacío el líquido es succionado a través de un medio filtrante sobre el que se deposita una torta de sólidos. La torta se aleja de la zona de filtración, se lava, se seca por aspiración y se descarga del medio filtrante para reiniciar el ciclo con la entrada de suspensión. En todo momento una parte del medio filtrante se encuentra en la zona de filtración, otra parte en la zona de lavado y otra en la etapa de descarga de sólidos, de forma que la salida de líquido y de sólido se realiza ininterrumpidamente (Ospino y Agamez 2015).

El filtro al vacío permite una tasa de filtración especialmente alta. Sin embargo, la elección del equipo de filtrado depende de la economía del proceso, y las ventajas económicas variarán de acuerdo a las siguientes características: viscosidad del fluido, densidad y relatividad química, tamaño y forma de las partículas, distribución del tamaño de las partículas, concentración de la suspensión de la alimentación, cantidad de material a operar, grado de separación deseado, entre otros (Foust *et al.*, 1982).

1.5.3.2 Filtro de tambor rotatorio

Un filtro es un equipo de operaciones unitarias mediante el cual se realiza la filtración. El medio filtrante o tabique es la barrera que deja pasar el líquido mientras retiene la mayor parte del sólido puede ser una pantalla, tela, papel o lecho de sólidos. El líquido que pasa a través del medio filtrante se llama filtrado (Perry y Green, 2008). El filtro de tambor rotatorio es el más utilizado de los filtros continuos (Ospino y Agamez 2015). Hay muchas variaciones de diseño incluido el funcionamiento como filtro de presión o de vacío. La principal diferencia entre los diseños está en la técnica para descarga de torta (Perry y Green, 2008).

La figura 1.3 muestra la sección transversal de un filtro de tambor rotatorio, el cual consiste en un cilindro horizontal revestido con una malla metálica que su vez va forrada por una tela como medio filtrante, que gira parcialmente sumergido en la suspensión que contiene un recipiente o batea (Quispe, 2013; Rosabal y Valle, 1998).

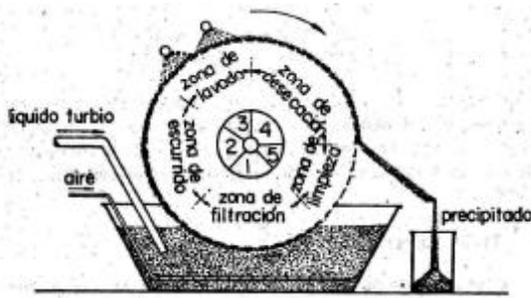


Figura 1.3: Esquema de la sección vertical de un filtro rotatorio al vacío.

Estos filtros tienen una capacidad comprendida normalmente entre 0,1 y 5 kg de sólido/m²s, variando según la naturaleza de la torta. Tiene lugar a presión prácticamente constante, excepto en la fase inicial. Se fabrican para dar superficie de filtración entre 0,37-93 m² (Escudero, 2012).

El grado de inmersión es variable. La mayor parte de los filtros alimentados por el fondo operan con aproximadamente el 30% de su superficie filtrante sumergida en la suspensión. Cuando se desea una elevada capacidad de filtración sin lavado, se puede utilizar un filtro muy sumergido, con una inmersión de 60-70%. La capacidad de cualquier filtro rotativo depende considerablemente de las características de la suspensión de alimentación y, sobre todo, del espesor de la torta. Las tortas formadas en filtros rotativos de tipo industrial tienen un espesor comprendido entre 3 mm y 40 mm. Los tamaños estándar de tambores varían desde 0,3 hasta 3 m de diámetro y desde 0,3 hasta 4,3 m de longitud (McCabe *et al.*, 2007).

Ventajas de un filtro tambor rotatorio:

- Funcionamiento automático
- Formación de tortas de cualquier espesor alterando la velocidad de rotación del filtro. El espesor puede ser desde 3 mm para sólidos finos hasta 100 mm para sólidos muy gruesos
- Capacidad grande, dado su tamaño es utilizado para grandes cantidades de materiales de fácil filtración
- Si la torta es de sólidos gruesos, puede separarse de ella la mayor parte del líquido antes de descargarla

Desventajas:

- La diferencia de presiones máxima disponible es limitada, resultando difícil la filtración de líquidos calientes debido a su tendencia a la ebullición
- No pueden utilizarse para tortas relativamente impermeables o difíciles de separar de la tela
- Difícil lavado
- Es difícil obtener una torta seca
- Gastos elevados.

La filtración ha sido ampliamente utilizada en diversas investigaciones sobre la separación de sustancias húmicas (Asing *et al.*, 2009; Chandan *et al.*, 2016; Pedroso, 2007; Roba *et al.*, 2011; Rosenblum *et al.*, 2018) en sistemas acuáticos a escala de laboratorio. Algunas de las técnicas más utilizadas son la ultrafiltración (Weng *et al.*, 2012; Zavarzina *et al.*, 2002) y la nanofiltración (Wang *et al.*, 2016).

En este trabajo se utilizará un filtro de tambor rotatorio al vacío, de acción continua, cuyo objetivo es la obtención del líquido clarificado (filtrado). Se emplea el mecanismo de filtración de torta, por ser la misma comprensible.

1.6 Conclusiones parciales

1. Las sustancias húmicas son compuestos producto de la descomposición de materiales orgánicos, cuyas características varían en función de la solubilidad en agua.
2. Las sustancias húmicas se clasifican en ácidos húmicos (insoluble bajo cualquier valor de pH) y los ácidos fúlvicos (solubles a condiciones básicas).
3. Existen varias vías de extracción de sustancias húmicas, la más utilizada es la basada en la solubilidad en extractantes básicos y ácidos.
4. Existen diversos materiales que pueden ser utilizados como fuentes para la extracción de sustancias húmicas, siendo las más adecuadas para nuestras condiciones, el estiércol de ganado vacuno y la cachaza, residuos con elevada disponibilidad en el territorio.

5. Las sustancias húmicas tienen diversas aplicaciones, pero el más común es en la agricultura, favoreciendo las propiedades del suelo y el desarrollo de los cultivos.
6. Para la extracción de sustancias húmicas se aplicará un filtro de tambor rotatorio al vacío, de acción continua.

CAPÍTULO 2. METODOLOGÍA PARA EL DISEÑO DE UN FILTRO DE TAMBOR ROTATORIO

En este capítulo se describe la metodología de extracción de las sustancias húmicas, una propuesta preliminar de diseño del filtro de tambor rotatorio para la separación de las sustancias húmicas, y se estiman los costos del mismo.

2.1 Metodología de extracción de sustancias húmicas

El método de extracción de sustancias húmicas que se aplica es el recomendado por la Sociedad Internacional de Sustancias Húmicas (Asing *et al.*, 2009) (Anexo 1). El mismo consta de dos etapas fundamentales, una extracción básica y posteriormente una ácida. La materia a utilizar es la cachaza, por su elevada disponibilidad diaria en la provincia (605 641,6 kg/día) según Vazquez (2018).

Primera etapa: extracción básica

En esta etapa ocurre la extracción de las sustancias húmicas (SH) presentes en la cachaza utilizando como extractante hidróxido de sodio 0,5 mol/L (De Souza y Roca, 2018; Santiago, 2017; Zhang *et al.*, 2017), con una relación sólido – líquido igual a 1/10 (Vazquez, 2018). Se mantiene la suspensión con agitación durante 10 h (Vazquez, 2018) El contenido de materia orgánica en las sustancias húmicas se determina por balance de masa por componente, mediante la expresión siguiente:

$$m_C * x(MO)_C + m_{NaOH} * x(MO)_{NaOH} = m_H * x(MO)_H + m_{SH} * x(MO)_{SH} \quad (2.1)$$

Donde:

m_C : Masa de cachaza (C), [g]

$x(MO)_C$: Fracción másica de la materia orgánica en la cachaza

m_{NaOH} : Masa de hidróxido de sodio (NaOH), [g]

$x(MO)_C$: Fracción másica de la materia orgánica en el hidróxido de sodio (igual a 0)

m_H : Masa de humina (H), [g]

$x(MO)_H$: Fracción másica de la materia orgánica en la humina (H)

m_{SH} : Masa de sustancias húmicas (SH), [g]

$x(MO)_{SH}$: Fracción másica de la materia orgánica en las sustancias húmicas (SH)

El contenido de materia orgánica de la cachaza y la humina fue determinada por la metodología propuesta por Martínez *et al.* (2004).

Segunda etapa: extracción ácida.

En esta etapa ocurre la extracción del ácido húmico presente en las sustancias húmicas utilizando como extractante el ácido sulfúrico a una concentración de 6 mol/L (Asing *et al.*, 2009; Atiyeh *et al.*, 2002; Santiago, 2017). La extracción se determina por un balance por componente, mediante la expresión siguiente:

$$m_{SH} * x(MO)_{SH} + m_{H_2SO_4} * x(MO)_{H_2SO_4} = m_{AH} * x(MO)_{AH} + m_{AF} * x(MO)_{AF} \quad (2.2)$$

Donde:

$m_{H_2SO_4}$: Masa de ácido sulfúrico [g]

$x(MO)_{H_2SO_4}$: Fracción másica de materia orgánica en el ácido sulfúrico.

m_{AH} : Masa de ácido húmico [g]

$x(MO)_{AH}$: Fracción másica de la materia orgánica en el ácido húmico.

m_{AF} : Masa de ácido fúlvico [g]

$x(MO)_{AF}$: Fracción másica de la materia orgánica en el ácido fúlvico.

El porcentaje de extracción total (ET) se determina a partir de la relación entre la materia orgánica (MO) de la materia prima (C) y el producto final del proceso (AH):

$$ET(\%) = \frac{m_{AH} * x(MO)_{AH}}{m(C)_{BS} * x(MO)_c} * 100 \quad (2.3)$$

Donde:

fc_{AH} : Factor de corrección de humedad de AH

$m(C)_{BS}$: Masa de materia prima en base seca

Diferentes autores recomiendan, para otras metodologías, un reciclado de humina hacia el extractor, o una etapa adicional en la que entre nuevamente en contacto con la solución extractante, con vistas a mejorar el porcentaje de extracción (Stevenson, 1997; Weber,

2020). No obstante, también se refleja en la literatura que el aumento del porcentaje de extracción no es considerable (Romera, 2005) resultando esto en un gasto innecesario de extractante.

Se concluye que las condiciones óptimas para la extracción de sustancias húmicas son:

- Relación-sólido – líquido: 1/10
- Concentración del extractante básico NaOH: 0.5 mol/L
- Tiempo de extracción básica: 10 horas
- Concentración del extractante ácido HCl: 6 mol/L
- Tiempo de extracción ácida: 10 horas

2.2 Propuesta de metodología de diseño del filtro tambor rotatorio

La metodología para el diseño del filtro tambor rotatorio es propuesta por Rosabal y Valle (1998), con consideraciones de otros autores (Hugot, 1967; Perry y Green, 2008; Rein, 2012).

Según Hugot (1967) la superficie del filtro es 0,3 m² / tonelada de cachaza procesada. Para las condiciones óptimas de extracción se procesan 6400 kg de cachaza (Vazquez, 2018), por lo que el área estimada es igual a 1,92 m².

Uno de los parámetros más importantes en el diseño y operación de filtros rotatorios continuos es el espesor del sedimento. En dependencia de las características de la cachaza, se asume para un espesor mínimo de 8 mm, según la tabla 1.2.

Tabla 1.2: Espesor mínimo recomendado de torta (h_{min} , mm) para la operación de filtros rotatorios.

Tipo de filtro	Sedimento granular	Sedimento tenaz y poco húmedo	Sedimento blando y húmedo	Sedimento muy adhesivo
Filtros rotatorios de tambor	8	5	8	10

Fuente: Rosabal y Valle (1998).

Como es un proceso a $(-\Delta P)$ constante, el tiempo de filtrado (t_f) necesario para la formación de una torta de espesor h es:

$$t_f = \frac{\mu}{(-\Delta P)_f} \left[\frac{\alpha (C'_t)^2 h^2}{2C} + \frac{Rm C'_t h}{C} \right] \quad (2.4)$$

Donde:

μ : Viscosidad [cP] .

t_f : Tiempo de filtración.

α : Resistencia específica de la torta [m/kg].

Como la torta es compresible, α depende de la diferencia de presión que actúa sobre la torta:

$$\alpha = \alpha_0 (-\Delta P')^s \quad (2.5)$$

$(-\Delta P')$: Diferencia de presión total a través de la torta y la membrana.

El valor de la resistencia específica de la torta es igual a $0,7 \cdot 10^4$ m/kg (Lionnet, 1984).

La caída de presión estimada para el diseño es de 50 kPa (Rein, 2012).

Rm : Resistencia de la membrana de filtración [m^{-1}]

En la industria azucarera, para el filtrado de la cachaza, no se usa tela sobre la malla metálica, sino una lámina de cobre perforado (Rosabal y Valle, 1998) por lo que se desprecia la resistencia de la membrana de filtración en este caso.

C : Masa de sólidos en la torta/unidad de volumen filtrado recolectado.

El Anexo 2 muestra los volúmenes de sustancias húmicas obtenidos para cada alternativa experimental (Vazquez, 2018). A partir de estos resultados se obtiene un modelo matemático que permite calcular la cantidad de sustancias húmicas separadas, para las condiciones óptimas (ecuación 2.6).

$$V_{SH} = 206.52 - 528.54 * SL + 0.69t_{EB} + 0.09t_{EA} \quad (2.6)$$

Donde:

V_{SH} : Volumen de sustancias húmicas [mL].

SL : Relación sólido-líquido.

t_{EB} : Tiempo de extracción básica [h].

t_{EA} : Tiempo de extracción ácida [h].

Este modelo refleja una correlación estadísticamente significativa para un 95 % de confianza, pues el valor de probabilidad es 0,0113, es decir, menor que 0,05.

Sustituyendo las condiciones óptimas de la extracción: relación sólido/líquido de 0,1 g/mL y tiempos de extracción básica y ácida de 10 h cada una, se obtiene que el volumen de filtrado es igual a 161,47 mL.

$$C'_t = \frac{X}{1+X} \rho_t \quad (2.7)$$

Donde:

C'_t : masa de sólidos/unidad de volumen de torta [g/L].

X : masa de sólidos/masa de líquido en la suspensión.

ρ_t : densidad de la torta [kg/m³].

Resultados de Medina (2018) arrojan que la densidad de la torta es igual a 1795.86 kg/m³ y la viscosidad del filtrado es 2,12 cP . La masa de sólidos/masa de líquido en la suspensión es de 0,10.

La masa de sólidos/unidad de volumen (C'_t) es igual 163,26 g/L.

Sustituyendo en la ecuación (2.4) el tiempo de filtración es de 3,8 h.

La velocidad del tambor (n) que garantiza la formación de una torta de espesor h es:

$$n = \frac{\beta_f}{360t_f} \text{ , rev/s} \quad (2.8)$$

β_f : ángulo de la zona de filtración.

El volumen de torta (Q_t) que se produce en la unidad de tiempo es:

$$Q_t = h 2\pi R n L \quad (2.9)$$

Como $S = 2\pi R L$ la ecuación se transformaría en

$$Q_t = h n S \quad (2.10)$$

Donde:

S: superficie externa del tambor [m²]

La producción de torta (Q_{mt}) por unidad de tiempo, en base seca es:

$$Q_{mt} = C'_t Q_t \quad (2.11)$$

La velocidad (V_{0l}) con que el líquido lavador atraviesa una torta de espesor constante h impulsada por una diferencia de presión (-ΔP) es:

$$V_{0l} = \frac{(-\Delta P)_l}{(\alpha C'_t h + Rm)\mu_l} \quad (2.12)$$

Los tiempos de lavado (t_l) y de escurrido (t_e) se determinan por las ecuaciones (2.13) y (2.14) respectivamente.

$$t_l = \frac{h C'_t (\alpha C'_t h + Rm)\mu_l}{C(-\Delta P)_l} * \frac{Q_l}{Q_f} \quad (2.13)$$

$$t_e = \frac{h C'_t (\alpha_e C'_t h + Rm_e)\mu_e}{(-\Delta P)_e} * \frac{Q_e}{Q_f} \quad (2.14)$$

Para el diseño del filtro se calculan o se determinan experimentalmente los valores de t_r , t_l , t_e y, con ellos mediante las ecuaciones 2.8, 2.15 y 2.16, se calculan los valores de n, seleccionándose el menor de ellos.

$$\frac{\beta_l}{360n} = t_l \quad (2.15)$$

$$\frac{\beta_e}{360n} = t_e \quad (2.16)$$

Se estiman los valores de $\beta_f, \beta_l, \beta_e$, y empleando la tabla 18 del apéndice de Rosabal y Valle (1998) . Con el valor de S se selecciona un filtro en dicha tabla y una vez obtenidos los datos exactos de $\beta_f, \beta_l, \beta_e$, se precisan los cálculos anteriores y se comprueban el valor de n.

Para estimar el costo de adquisición se utiliza el CAPCOST, a partir del índice de costo del año 2020 (596,20 \$), para un área de 1,92 m².

El costo estimado es igual a \$ 200 000.00.

2.3 Conclusiones parciales del capítulo

- La metodología para la extracción de sustancias húmicas que se aplica es el método recomendado por la Sociedad Internacional de Sustancias Húmicas.
- Las variables operacionales definidas son: 1/10 relación-sólido – líquido, 0.5 mol/L concentración de NaOH, 6 mol/L concentración de HCl y un tiempo de extracción de 10 horas para cada una.
- La metodología para el diseño del filtro tambor rotatorio es propuesta por Rosabal y Valle (1998), con consideraciones de otros autores (Hugot, 1967; Perry y Green, 2008; Rein, 2013). El área superficial estimada del filtro es de 1,92 m² y el tiempo de filtración es de 3,8 h.
- El costo de adquisición estimado para el filtro es de \$ 200 000.00.

CONCLUSIONES

En la investigación se concluye que

1. La metodología propuesta para el diseño permite determinar el área superficial y los tiempos de filtración, lavado y escurrido del filtro.
2. Se utiliza como fuente de materia orgánica la cachaza por su alta disponibilidad en la provincia (605 641,6 kg/día).
3. La metodología de extracción de sustancia húmicas utiliza como extractantes básico y ácido el NaOH (0,5 mol/L) y HCl (6 mol/L) respectivamente.
4. El tiempo de filtrado del filtro tambor rotatorio para las condiciones establecidas es de 3,8h con un área de filtración de 1,92 m² y un costo de adquisición de \$ 200 000,00.

RECOMENDACIONES

Para estudios posteriores se recomienda:

1. Desarrollar experimentos que permitan determinar todos los parámetros de diseño del filtro a partir de la metodología propuesta.
2. Estudiar la posibilidad de usar como materia prima la combinación de cachaza y estiércol de ganado vacuno.

BIBLIOGRAFÍA

- Aeschbacher, M., Graf, C., Schwarzenbach, R. P., y Sander, M. (2012). Antioxidant properties of humic substances, . *Environ. Sci. Technol*, *46*, 4916–4925.
- Ahmed, O., Husni, M. H. A., Anuar, A., y Hanafi, M. (2002). Effect of residue management practices on yield and economic viability of malaysian pineapple production. *Journal of Sustainable Agricultura*, *20*, 83-94.
- Alarcón-Zayas, A., Barreiro-Elorza, P., Boicet-Fabré, T., Ramos-Escalona, M., y Morales-León, J. Á. (2018). Influencia de ácidos húmicos en indicadores bioquímicos y físico-químicos de la calidad del tomate. *Revista Cubana de Química*, *30*(2), 243-255.
- Asing, J., Wong, N., y Lau, S. (2009). Optimization of extraction method and characterization of humic acid derived from coals and composts. *J. Trop. Agric. and Fd. Sc*, *37*(2), 211-223.
- Atiyeh, R. M., Lee, S., Edwards, C. A., Arancon, N. Q., y Metzger, J. D. (2002). The influence of humic acids derived from earthworm-processed organic wastes on plant growth. *Bioresource Technology*, *84*, 7-14.
- Batule, E. (2005). Serie Azucarera.
- Bettoni, M. M., Mogor, Á. F., Pauletti, V., Goicoechea, N., Aranjuelo, I., y Garmendia, I. (2016). Nutritional quality and yield of onion as affected by different application methods and doses of humic substances. *Journal of Food Composition and Analysis*, *51*, 37-44.
- Calvo, P., Nelson, L., y Kloepper, J. W. (2014). Agricultural uses of plant biostimulants. *Plant Soil*, *383*, 3-41.
- Chandan, K. J., Nilanjana, D., y Gunindra, N. C. (2016). Improved extraction of humic acids from vermicomposted organic waste by a column-based continuous elution method. *Separation Science and Technology*, *51*(17), 2780-2789.
- Chang, R. R., Mylotte, R., Hayes, M. H. B., McInerney, R., y Tzou, Y. M. (2014). A comparison of the compositional differences between humic fractions isolated by the IHSS and exhaustive extraction procedures. *Naturwissenschaften*, *101*, 197-209.
- Davies, G., y Ghabbour, E. A. (1998). *Humic Substances Structures, Properties and Uses*. Cambridge CB4 OWF, UK.
- De Oliveira, L. K., De Almeida, C., Fernandes, L., Friese, K., y Rosa, A. H. (2016). Interaction of arsenic species with tropical river aquatic humic substances enriched with aluminum and iron

Environ Sci Pollut Res, 23, 6205-6216.

- De Souza, F., y Roca, S. (2018). Extraction and characterization of humic acid from coal for the application as dispersant of ceramic powders. *Journal of Materials Research and Technology*, 7(3), 254-260.
- Dhanapal, S., y Sekar, D. S. (2014). Antioxidant potential of coal extracted humic acid on invitro propagation of *Musa accuminata*: a comparison study with humic rooting and keradix. *Innov. Res. Sci. Eng. Technol*, 3, 13649–13657.
- Domínguez, E. d. I. M. (2018). *Optimización del proceso de separación y fraccionamiento de sustancias húmicas a partir de estiércol de ganado vacuno* [Tesis en opción al título de Ingeniera Química, Universidad de Matanzas, Cuba].
- Escudero, R. M. (2012). *Planta de producción de microalgas con fines energéticos*. [Proyecto de fin de carrera, Universidad de Almería].
- Foust, A. S., Wenzel, L. A., Clump, C. W., Maus, L., y Andersen, L. B. (1982). *Princípio das Operações Unitárias*. Guanabara Dois.
- Fuentes, M., Baigorri, R., González Gaitano, G., y García-Mina, J. M. (2016). New methodology to assess the quantity and quality of humic substances in organic materials and commercial products for agricultura. *Journal soils sediments*.
- Galba, J., Basílio, D., Barros, L., Rocha, A., y Pasqualoto, L. (2010). Humic substances isolated from residues of sugar cane industry as root growth promoter. *Science Agriculture*, 67(2), 206-2012.
- Ghosal, S. (2003). *Patentes delivery system for pharmaceutical, nutritional and cosmetic ingredients* 6558712).
- Gomes de Melo, B. A., Lopes Motta, F., y Andrade Santana, M. H. (2016). Humic acids: Structural properties and multiple functionalities for novel technological developments. *Materials Science and Engineering C*, 62, 967-974.
- Guo, X., Junhao, H., Yanyu, L., Guangchun, S., y Qunliang, L. (2016). The influence of flue gas desulphurization gypsum additive on characteristics and evolution of humic substance during co-composting of dairy manure and sugarcane pressmud. *Bioresource Technology*, 219, 169–174.
- Hamati, A., Aliknani, H., Bagheri, G., y Maohammadi, L. (2012). Assessment of the Possibility of Humic Acid Extraction from Vermicompost with Urea. *Spriger*, 1, 225-228.

- Hernández, R., García, A., Portuondol, L., Muñiz, S., Berbara, R., y Izquierdo, F. (2012). Protección antioxidativa de los ácidos húmicos extraídos de vermicompost en arroz (*Oryza sativa L.*) var. IACuba30. *Revista Protección Vegetal*, 27(2), 102-110.
- Huang, H.-L., y Wei, Y. J. (2018). Speciation of chromium compounds from humic acid-zeolite Y to an ionic liquid during extraction. *Chemosphere*, 194, 390-395.
- Hugot, E. (1967). *Manual para ingenieros azucareros* (E. Revolucionaria, Ed. 3rd ed. ed.).
- IHSS. (2008). From Molecular Understanding to Innovative Applications of Humic Substances. *14th International Meeting of the Internacional humic Substances Society, II*, 380.
- Jisheng, X., Bingzi, Z., Wenying, C., Jingdong, M., y Jiabao, Z. (2017). Chemical nature of humic substances in two typical Chinese soils (upland vs paddy soil): A comparative advanced solid state NMR study. *Science of the Total Environment*, 576, 444–452.
- Kasatkin, A. G. (1987). *Operaciones Básicas y Aparatos en la Tecnología Química* (Vol. 1).
- Khanna, R., ; Agarwal, S. P., y Khar, R. K. (2010). *Fulvic acids and humic acids as novel complexing agents and a process Indian 239574*).
- Klöcking, R., Felber, Y., Guhr, M., Meyer, G., Schubert, R., y Schoenherr, J. I. (2013). Development of an innovative peat lipstick based on the UV-B protective effect of humic substances. *Mires Peat*, 11, 1-9.
- Kulikowska, D., Mariusz, G. Z., Bułkowska, K., y Kierklo, K. (2015). Humic substances from sewage sludge compost as washing agent effectively remove Cu and Cd from soil. *Chemosphere*, 136, 42-49.
- La Montagne, M. (2002). Evaluation of extraction and purification methods for obtaining PCR-amplifiable DNA from compost for microbial community analysis'. *Microbiol Methods*, 49.
- Lee, W. J., Lu, F. J., Wang, S. F., Chen, Y. R., y Tseng, T. H. (2009). In vitro enhancement effect of humic acid on the progression of lung cancer cells. *Chemico-biological interactions*, 181(3), 463-471.
- Lionnet, G. R. E. (1984). Mud conditioning for good filter operation. *Proceedings of The South African Sugar Technologists' Association*.
- Lukyanov, N. V., Syroezhko, A. M., Slavoshevskaya, N. V., Strakhov, V. M., Potekhin, V. M., y Itskovich, V. A. (2016). Extraction of Humic Acids from Kansko Achinsk Lignite. *Coke and Chemistry*, 59(2), 48-53.

- Madero, A. (2019). *Selección de una alternativa de almacenamiento de la cachaza para obtener ácido húmico* [Trabajo de diploma presentado en opción al título de Ingeniero Químico, Universidad de Matanzas, Cuba].
- Martínez, F., Valdés, M., Bahamonde, A., Mena, M., y Peña, E. (2004). *Manual de Técnicas de análisis químico para humus de lombriz*. Departamento de Suelos. MINAG.
- McCabe, W. L., Smith, J. C., y Harriott, P. (2007). *Unit Operations of Chemical Engineering* (séptima ed.).
- Medina, D. (2018). *Diseño de las etapas de separación y fraccionamiento de sustancias húmicas a partir de cachaza y estiércol de ganado vacuno* [Trabajo de diploma presentado en opción al título de Ingeniero Químico, Universidad de Matanzas, Cuba].
- Mercado, A. D. M. (2014). *Centrifugación* [Tesis para optar por el título de Ingeniero de Industrias Alimentarias, Universidad Nacional de San Agustín]. Arquipa-Perú.
- Mesa, A. (2019). *Influencia de los factores de almacenamiento del estiércol de ganado vacuno y las combinaciones de operaciones de separación en el porcentaje de extracción de materia orgánica del proceso de obtención de ácido húmico* [Tesis para optar por el título de Ingeniera Química, Universidad de Matanzas, Cuba].
- Montoneri, E., Savario, P., Bottigliengo, S., Musso, G., Boffa, V., Bianco, A., Fabbri, D., y Pramauro, E. (2008). Humic acid-like matter isolated from green urban wastes. Part II: Performance in chemical and environmental technologies. *BioResources*, 3(1), 217-233.
- Mosa, A. A., Taha, A., y Elsaied, M. J. E. J. o. S. S. (2020). Agro-environmental applications of humic substances: A critical review. *60*(3), 207-220.
- Olk, D. C., Bloom, P. R., Perdue, E. M., McKnight, D. M., Chen, Y., Farenhorst, A., Senesi, N., Chin, Y.-P., Schmitt-Kopplin, P., Hertkorn, N., y Harir, M. (2019). Environmental and Agricultural Relevance of Humic Fractions Extracted by Alkali from Soils and Natural Waters. *Journal Environmental Quality*, 48, 217-232.
- Ospino, I., y Agamez, A. (2015). *Diseño y montaje a escala piloto de un sistema de filtración con filtro prensa para los laboratorios de operaciones unitarias de la Universidad de San Buenaventura de Cartagena* [Trabajo de grado presentado como requisito para optar al título de Ingeniero Químico, Universidad de San Buenaventura de cartagena].

- Pedroso, I. (2007). *Propuesta de una metodología de extracción de ácidos húmicos para su uso como biofertilizante* [Tesis en opción al grado científico de Máster en Contaminación Ambiental, Universidad de Matanzas].
- Pérez, C. (2009). *Propuesta preliminar de una metodología de extracción de Ácido Húmico* Universidad de Matanzas, Cuba].
- Perry, R. H., y Green, D. W. (2008). *Perry's Chemical Engineers' Handbook* (eight ed.).
- Plaza, C., Senesi, N., Polo, A., y Brunetti, G. (2005). Acid base properties of humic and fulvic acids formed during composting. *Environmental science & technology*. 39, 7141–7146.
- Ponce, I. A. (2019). *Comportamiento agronómico y rendimiento del cultivo de arroz (Oryza sativa L.), mediante la aplicación de ácidos húmicos en suelos salinos, en la zona de Yaguachi* Universidad Técnica de Babahoyo]. Los Ríos - Ecuador.
- Quispe, C. M. (2013). *Sistema de tratamiento de efluentes líquidos de la Empresa de Muebles León y su incidencia en el impacto ambiental*. [Trabajo estructurado de manera independiendiente previo a la obtención del título de Ingeniero Mecánico., Universidad Técnica de Ambato].
- Ramos, R. (2000). *Aplicación de sustancias húmicas comerciales como productos de acción bioestimulantes. Efectos frente al estrés salino* [Tesis en opción al grado de Doctor en Ciencias, Universidad de Alicante].
- Ranganathan, L. S. (2006). *Vermibiotechnology: From soil health to human health* (Agrobios, Ed.).
- Raposo, J. C., Villanueva, U., Olivares, M., y Madariaga, J. M. (2016). Determination of humic substances in sediments by focused ultrasound extraction and ultraviolet visible spectroscopy. *Microchemical Journal*, 128, 26-33.
- Rein, P. (2012). *Ingeniería de la caña de azúcar* (V. D. A. B. KG, Ed.).
- Reyes, J. J., Abasolo, F., Yépez , Á. J., Luna, R., Zambrano, D., Vázquez, V. F., Cabrera, D. A., Guzmán, J. A., Torres, J. A., y Rodríguez, W. O. (2017). Ácidos húmicos y su efecto sobre variables morfométricas en plantas de zanahoria (*Daucus carota L.*). *Biotecnia*, XIX(2), 25-29.
- Rice, J. A. (2001). Humin soil *SCI*, 166, 848–857.

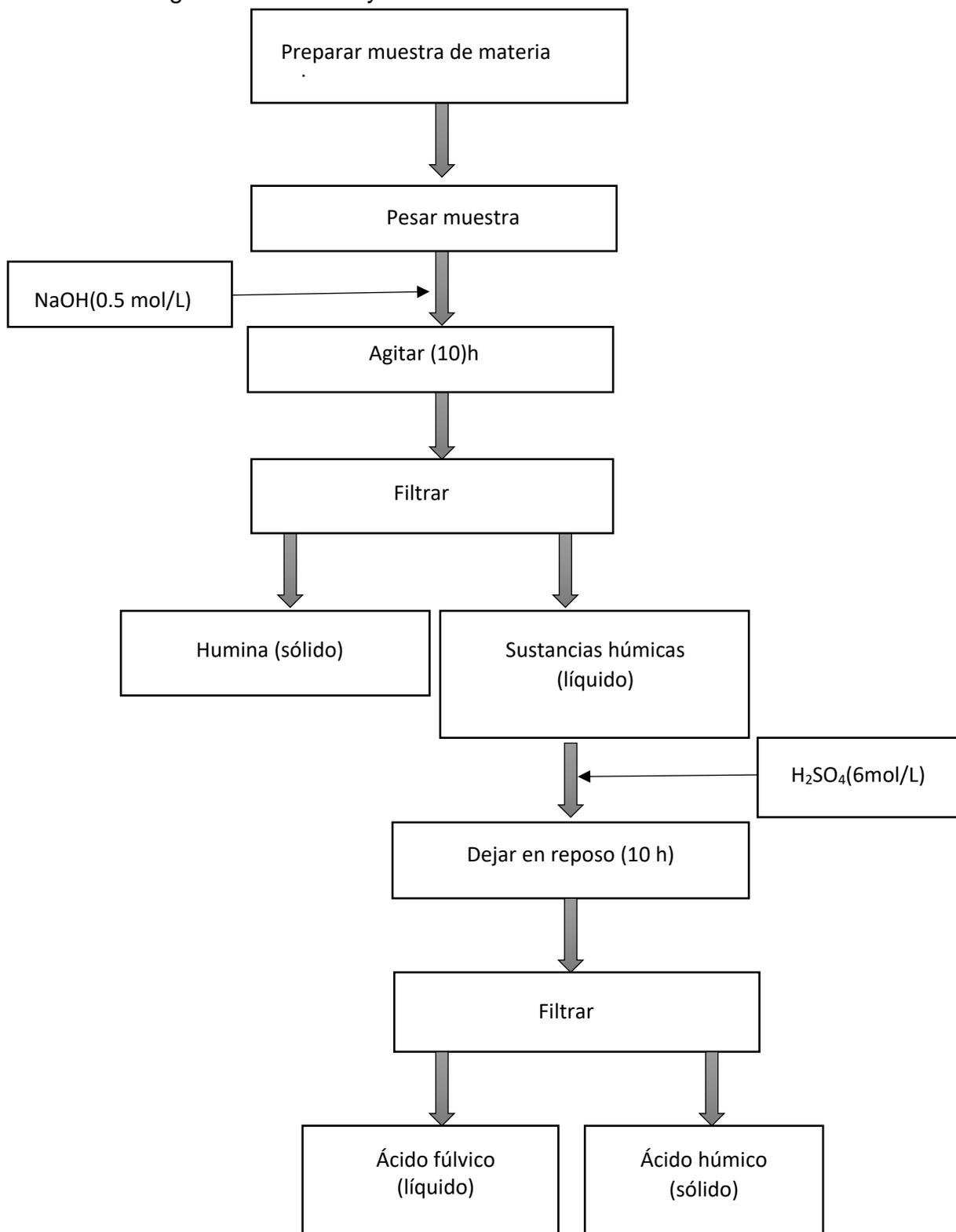
- Roba, C. A., Jimenez, C., Baciú, C., Beldean-Galea, S., Levei, E., y Cordoş, E. (2011). Assessment of different sorbents efficiency for solid phase extraction of aquatic humic acids. *Central European Journal of Chemistry*, 9(4), 598-604.
- Rodríguez, F. J., Schlenger, P., y García-Valverde, M. (2016). Monitoring changes in the structure and properties of humic substances following ozonation using UV–Vis, FTIR and ¹H NMR techniques. *Science of the Total Environment*, 541, 623-637.
- Romera, M. d. P. (2005). *Agricultura Ecológica*. www.infoagro.com
- Rosabal, J., y Valle, M. (1998). *Hidrodinámica y Separaciones mecánicas* (Vol. 2).
- Rosenblum, J., Lee, J., Martin, J., y Bisesi, M. S. (2018). Correlation Between Levels of Humic Acid and Fecal Indicator Bacteria: A Potential Predictor of Biosolids Stabilization. *Environmental Engineering Science*, 35(7), 1-10.
- Saito, B., y Seckler, M. M. (2014). Alkaline extraction of humic substances from peat applied to organic-mineral fertilizer production. *Brazilian Journal of Chemical Engineering*, 31(3), 675-682.
- Sánchez, J. C. (2004). *Determinación de la resistencia específica de la torta de una suspensión de 5 litros de CaO al 3.5%*. [Examen de suficiencia profesional para optar por el título profesional de Ingeniero Químico., Universidad nacional del Altiplano].
- Santiago, E. (2017). *Optimización del proceso de extracción de sustancias húmicas a partir de estiércol de ganado vacuno*. Universidad de Matanzas, Cuba].
- Scaglia, B., Baglieri, A., Tambone, F., Gennari, M., y Adani, F. (2016). Chlorpyrifos-methyl solubilisation by humic acids used as bio-surfactants extracted from lignocelluloses and kitchen wastes. *Chemosphere*, 159, 208-213.
- Scaglia, B., Rachide, R., Oliveira, M. O., Tambone, F., y Adani, F. (2016). Investigating organic molecules responsible of auxin-like activity of humic acid fraction extracted from vermicompost. *Science of the Total Environment*, 562, 289-295.
- Schnitzer, M., y Monreal, C. M. (2011). Quo vadis soil organic matter research a biological link to the chemistry of humification. *Advances in Agronomy*, 113, 143-217.
- Song, G. X., Hayes, M. H. B., Novotny, E. H., y Simpson, A. J. (2011). Isolation and fractionation of soil humin using alkaline urea and dimethylsulphoxide plus sulphuric acid. *Naturwissenschaften*, 98, 7-13.

- Spirandeli, A. B. d. L., Souza, A. S. e., Pinto, C. F., de Paula, J. A. A., Agassi, L. E., Alves, M. O., Correa, T. F., y de Souza, D. L. (2016). Projeto e construção de um filtro de tambor rotativo à vácuo em escala de laboratório. Design and construction of a rotary vacuum-drum filter in laboratory scale. *Bras. Cien., Tec. e Inov*, 1(3), 27-42.
- Stevenson, F. J. (1997). Genesis, composition, reactions humus chemistry. *New York, Estados Unidos, II*.
- Sun, Q., Liu, J., Huo, L., Li, Y. C., Li, X., Xia, L., Zhou, Z., Zhang, M., y Li, B. (2020). Humic acids derived from Leonardite to improve enzymatic activities and bioavailability of nutrients in a calcareous soil. *International Journal of Agricultural Biological Engineering*, 13(3), 200-205. <https://doi.org/10.25165/j.ijabe.20201303.5660>
- Susic, M. (2016). Replenishing Humic Acids in Agriculture Soils. *Agronomy*, 6, 45-53.
- Tadini, A. M., Nicolodelli, G., Mounier, S., Montes, C. R., y Pereira, D. M. (2015). The importance of humin in soil characterisation: A study on Amazonian soils using different fluorescence techniques. *Science of the Total Environment*, 537, 152-158.
- Tan, K. H. (2014). *Humic matter in soil and the environment: principles and controversies* (second ed.). CRC Press Inc.
- Tsuda, K., Mori, H., Asakawa, D., Yanagi, Y., Kodama, H., Nagao, S., Yonebayashi, K., y Fujitake, N. (2014). Characterization and grouping of aquatic fulvic acids isolated from clear-water rivers and lakes in Japan. *Water Research*, 44, 3837-3846.
- Ueda, M., y Sakamoto, Y. (2006). Extraction of groundwater humic substances and characterization by synthetic resin. *Genshiryoku Bakkuendo Kenkyu*, 12, 31-39.
- Vazquez, N. (2018). *Optimización del proceso de separación y fraccionamiento de sustancias húmicas a partir de la cachaza* [Universidd de Matanzas, Cuba].
- Veobides-Amador, H., Guridi-Izquierdo, F., y Vázquez-Padrón, V. (2018). Las sustancias húmicas como bioestimulantes de plantas bajo condiciones de estrés ambiental. *Cultivos Tropicales*, 39(4), 102-109.
- Verrillo, M., Cozzolino, V., Spaccini, R., y Piccolo, A. (2021). Humic substances from green compost increase bioactivity and antibacterial properties of essential oils in Basil leaves. *Chemical and Biological Technologies in Agriculture*, 8(1), 1-14. <https://doi.org/10.1002/jpln.202000525>
- Walas, S. M. (1990). *Chemical Process Equipment: Selection and Design*. ButterwthHeinemann.

- Wang, H., Wang, Y.-n., Li, X., Sun, Y., Wu, H., y Chen, D. (2016). Removal of humic substances from reverse osmosis (RO) and nanofiltration (NF) concentrated leachate using continuously ozone generation-reaction treatment equipment. *Waste Management*, 56, 271-279.
- Weber, J. (2020). Humic Substances and their Role in the Environment. *EC Agriculture*, 03-08.
- Weng, Y.-H., Wang, Y.-C., Tsai, Y.-T., Chuang, C.-J., Huang, C. P., y Li, K.-C. (2012). Effect of hydrophobicity of humic substances on electro-ultrafiltration. *Desalination*, 284, 128-134.
- Xu, J., Zhao, B., Chu, W., Mao, J., y Zhang, J. (2017). Chemical nature of humic substances in two typical Chinese soils (upland vs paddy soil): A comparative advanced solid state NMR study. *Science of the Total Environment*, 576, 442-452.
- Yang, Z., Mengchan, D., y Jie, J. (2016). Reducing capacities and redox potentials of humic substances extracted from sewage sludge. *Chemosphere*, 144, 902-908.
- Zambrano, A. M. (2021). *Influencia de las sustancias húmicas en el desarrollo inicial de dos variedades de arroz, sometidas a estrés salino* La Libertad: Universidad Estatal Península de Santa Elena].
- Zavarzina, A. G., Demin, V. V., Nifant'eva, T. I., Shkinev, V. M., Danilova, T. V., y Spivakov, B. Y. (2002). Extraction of humic acids and their fractions in poly(ethylene glycol)-based aqueous biphasic systems. *ANALYTICA CHIMICA ACTA*, 452, 95-103.
- Zhang, A., Zhang, Y.-J., Zheng, H.-L., Ma, L.-L., Liu, W.-J., y Gong, G.-Q. (2018). Study on the extraction of fulvic acid from lignite by microwave-assisted hydrogen peroxide. *International Journal Oil, Gas and Coal Technology*, 18(1/2), 146-162.
- Zhang, S., Yuan, L., Li, W., Lin, Z., Li, Y., Hu, S., y Zhao, B. (2017). Characterization of pH-fractionated humic acids derived from Chinese weathered coal. *Chemosphere*, 166(334-342).
- ZHOU, Q., CABANISS, S. E., y MAURICE, P. A. (2000). CONSIDERATIONS IN THE USE OF HIGH-PRESSURE SIZE EXCLUSION CHROMATOGRAPHY (HPSEC) FOR DETERMINING MOLECULAR WEIGHTS OF AQUATIC HUMIC SUBSTANCES. *Water Resources*, 13(4), 3505-3514.
- Zularisam, A. W., Ismail, A. F., Salim, M. R., Sakinah, M., y Ozaki, H. (2017). The effects of natural organic matter (NOM) fractions on fouling characteristics and flux recovery of ultrafiltration membranes. *Desalination*, 202, 191-208.

Anexos

Anexo 1: Metodología de extracción y fraccionamiento de sustancias húmicas



Anexo 2: Volúmenes de sustancias húmicas obtenidos para cada alternativa experimental.

Exp.	Relación sólido / líquido	Tiempo de extracción básica(h)	Tiempo de extracción ácida(h)	Volumen de SH (L)
1	0,1	2	8	121,93
2	0,1	8	8	130,20
3	0,07	12	12	215,79
4	0,1	14	8	130,11
5	0,2	4	12	111,00
6	0,07	4	4	204,75
7	0,2	12	12	112,93
8	0,1	8	14	129,08
9	0,25	8	8	99,26
10	0,2	4	4	111,39
11	0,07	12	4	215,61
12	0,05	8	8	197,59

13	0,2	12	4	112,70
14	0,1	8	8	129,11
15	0,07	4	12	207,68
16	0,1	8	2	128,12

