

*Universidad de Matanzas*  
*Facultad de Ciencias Técnicas*  
*Departamento de Química*



*Trabajo de diploma presentado en opción al título de*  
*Ingeniero Químico*

*TÍTULO: 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.*

*Autor:*

*Alianys Mesa Sotolongo*

*Tutores:*

*DrC. Lourdes Y. González Sáez*

*MSc. Irina Pedroso Rodríguez*

*Matanzas, Cuba 2019*

## **Declaración de Autoridad**

Declaro que soy la única autora de este trabajo de diploma 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.

---

Alianys Mesa Sotolongo

## Nota de aceptación

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

\_\_\_\_\_  
Presidente del tribunal

\_\_\_\_\_  
Miembro del tribunal

\_\_\_\_\_  
Miembro del tribunal

*La inteligencia consiste no sólo en el conocimiento, sino también en la destreza de aplicar los conocimientos en la práctica.*

*Aristóteles.*

## *Dedicatoria*

*A mi abuela Obdulia, la luz de mis ojos, mi guía, mi madre quien no pudo verme graduada, pero desde el cielo me está mirando y “mami nuestro sueño se hizo realidad gracias a DIOS”, ya soy ingeniera y te dedico mi título, mi esfuerzo y mi sacrificio durante estos cinco años, el dolor de verte partir me hizo grietas el corazón y aunque todavía no lo he podido superar sé que donde estés debes estar muy orgullosa de mí. Mi viejita todo lo que soy te lo dedico eres el lucero que guía todos mis días, mis noches en vela y vas a estar junto a mí por siempre TE AMO y TE LLEVARÉ EN MI CORAZÓN TODA LA VIDA.*

## **AGRADECIMIENTOS**

*A mis padres los mejores del mundo, quienes amo y amaré por siempre. Le doy gracias por ayudarme a cumplir mi sueño, por su infinita COMPRENSIÓN, AMOR, SACRIFICIO, ESFUERZO y GUIARME POR BUENOS CAMINOS. Gracias máma y pápá por estar siempre a mi lado los amo000.*

*A mi neni Adianis, ese pedacito que nació conmigo el mismo día, gracias por estar siempre a mi lado y aguantar mi mal carácter, mis tormentos por las pruebas y por estar siempre a mi lado. Mi gordi no sabes cómo le doy gracias a DIOS por permitirme tener una hermana como tú, eres mi mejor amiga, la otra parte de mi corazón GRACIAS POR ESTAR SIEMPRE AHÍ, cuidándome.*

*A mi abuela "mami Marta", quien siempre me consiente y cumple mis caprichos TE AMO ABUELA.*

*A mi tato, a mi cosi Daniel, por estar a mi lado durante estos cinco años y gracias a él hoy soy ingeniera, por darme aliento y fuerzas cuando más lo necesité. Amor TE AMO Y TE AMARÉ SIEMPRE, gracias por escuchar mis pesadeces, por convivir con mis defectos y por quererme tanto. Le doy gracias a DIOS por haberte puesto en mi camino.*

*A mis tutores Irina, Dariel y Lourdes por todo su apoyo, confianza y dedicación. Gracias Iri y Lurdi por dedicarme casi todo su tiempo las ADORO.*

*A mis tíos Miguel, Sergito, Mari y Yaquelin por estar siempre ahí apoyándome y dándome mucho amor GRACIAS POR EXISTIR.*

*A mis primos que los adoro y amo con todo mi corazón.*

*A mi sobrinote Carlos Alberto, por llenar de felicidad nuestro hogar.*

*A mis suegros, por estar al tanto de todo mi trabajo hasta el final.*

*A mis mejores amigas Lisbett y Lorena por estar junto a mí durante estos cinco años las voy a QUERER POR SIEMPRE.*

*A mis compañeras de cuarto en especial a Vero por estar durante este período de tesis más unidas que nunca.*

*A Ana excelente amiga y compañera de tesis, gracias por tu compañía durante los dos meses de experimentos y por aguantar mis pesadeces.*

*A Paco por facilitarme los medios para llevar a cabo esta investigación.*

*A todos los profesores que me brindaron sus conocimientos durante el transcurso de la carrera.*

*A mis compañeros de aula por su compañía y solidaridad.*

*A todos los compañeros que de manera valiosa me ofrecieron su colaboración.*

*En especial le agradezco a DIOS por permitir esta gran alegría en mi vida y porque sin él nada hubiera sido posible .....*

**A TODOS MUCHAS GRACIAS**

## Resumen

En la actualidad existe una necesidad urgente de sustituir los fertilizantes químicos por orgánicos, debido al alto grado de degradación y pérdida de la capacidad productiva de los suelos, por el empleo de fertilizantes inorgánicos, así como la contaminación de los alimentos destinados a la población que provoca el uso de estiércol sin tratamiento previo. Una vía de solución es la aplicación de fertilizantes orgánicos como es el ácido húmico y estudios realizados demuestran la influencia de la materia prima utilizada en la extracción del mismo. En este trabajo se utiliza como materia prima el estiércol de ganado vacuno, con el objetivo de determinar la influencia de los factores de almacenamiento de esta materia prima y de diferentes combinaciones de operaciones de separación en el porcentaje de extracción de materia orgánica del ácido húmico, para lo cual se planifica un diseño de experimento multifactorial. Para la extracción del ácido húmico se utilizan los extractantes NaOH y H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Se determina que la materia prima alcanza su período de maduración en las semanas 3, 4 y 5, y se obtiene que el tiempo de almacenamiento es el único factor que influye significativamente en el porcentaje de extracción de materia orgánica del ácido húmico. Se selecciona como alternativa de extracción de ácido húmico más factible: almacenamiento del estiércol a la intemperie durante un tiempo mayor a 28 días y aplicando la operación de separación S-F, la cual aporta un porcentaje de extracción de M.O con tendencia creciente y un beneficio bruto positivo.



## **Abstract**

Currently, there is an urgent need to replace chemical fertilizers with organic fertilizers, due to the high degree of degradation and loss of the productive capacity of the soils, through the use of inorganic fertilizers, as well as the contamination of foods destined for the population that causes the use of manure without previous treatment. One way of solution is the application of organic fertilizers such as humic acid and studies show the influence of the raw material used in the extraction of the same. In this work, cattle manure is used as raw material, with the objective of determining the influence of the storage factors of this raw material and of different combinations of separation operations on the percentage of extraction of organic matter from humic acid, for which a multifactorial experiment design is planned. For the extraction of humic acid, extractants NaOH and H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> are used. It is determined that the raw material reaches its maturation period in weeks 3, 4 and 5, and it is obtained that the storage time is the only factor that significantly influences the percentage of extraction of organic matter from humic acid. It is selected as the most feasible humic acid extraction alternative: storage of the manure outdoors for a period of more than 28 days and applying the SF separation operation, which provides an extraction percentage of OM with an increasing tendency and a positive gross profit.

# Índice

<b>Introducción</b> .....	1
<b>Capítulo 1: Análisis bibliográfico</b> .....	4
1.1 . Transformaciones de la materia orgánica .....	4
1.1.1. Factores que influyen en la calidad de la materia orgánica.....	5
1.1.2. Clasificación de la materia orgánica.....	7
1.2. Sustancias húmicas. Propiedades.....	8
1.2.1. Materias primas utilizadas para la extracción de sustancias húmicas.....	9
1.2.2. Métodos de extracción de sustancias húmicas .....	10
1.2.3. Diferencias entre el ácido fúlvico (AF) y el ácido húmico (AH) .....	12
1.2.4. Beneficios de las sustancias húmicas.....	12
1.2.5. Efectos de las sustancias húmicas en el suelo y zona radicular .....	14
1.2.6. Ventajas que brinda el uso de sustancias húmicas en agricultura.....	14
1.3. Operaciones de separación .....	15
1.3.1. Separación por Sedimentación .....	15
1.3.2. Separación por Filtración .....	16
1.4. Conclusiones Parciales.....	17
<b>Capítulo 2: Materiales y métodos</b> .....	18
2.1. Descripción del esquema para la obtención de ácido húmico .....	18
2.1.1. Muestreo y pretratamiento de la materia prima .....	19
2.1.2. Obtención de ácido húmico (AH) .....	19
2.1.3. Métodos de caracterización de la materia prima (EGV) y Producto final (AH).....	20
2.2. Diseño de experimento.....	22
2.3. Técnicas estadísticas.....	24
2.4. Estimación del beneficio bruto.....	24
<b>Capítulo 3: Análisis de resultado</b> .....	26
3.1. Caracterización de la materia prima (estiércol de ganado vacuno) .....	26
3.2 Caracterización del producto final (ácido húmico).....	33
3.2.1 Efecto de los factores en las características del estiércol de ganado vacuno sobre el producto final (AH) .....	33
3.3. Valoración técnico – económica del producto final (ácido húmico).....	42

3.3.1. Comportamiento del porcentaje de extracción de materia orgánica del ácido húmico.....	42
3.3.2. Valoración económica .....	47
3.4. Conclusiones parciales.....	51
<b>Conclusiones.....</b>	<b>52</b>
<b>Recomendaciones .....</b>	<b>53</b>
<b>Bibliografía.....</b>	<b>54</b>
<b>Anexos .....</b>	<b>.....</b>

## Introducción

En la actualidad, la sostenibilidad de los sistemas de producción agrícolas depende, en gran medida, de la protección del suelo frente a los diversos fenómenos que deterioran su calidad, tales como la erosión, salinización y contaminación (Tortosa, 2011). Es conocido que los fertilizantes químicos solucionan el problema de la nutrición de cultivos, sin embargo, éstos salinizan los suelos por su poder residual, lo que contribuye a la degradación ambiental y la contaminación de los alimentos, los cuales absorben gran parte de los fertilizantes y causan severos daños a los consumidores, por lo que se hace necesario la búsqueda de metodologías ecológica y económicamente factibles (Drozd *et al.*, 1996).

En este sentido, el empleo de fertilizantes orgánicos constituye una necesidad para lograr una agricultura ecológica, debido a la capacidad de la materia orgánica de formar agregados estables y mejorar las condiciones físicas del suelo, lo que favorece el desarrollo y el crecimiento de las plantas (Calvo *et al.*, 2014; Stevenson, 1982). En Cuba se ha intensificado la aplicación de fertilizantes orgánicos como una opción más ecológica y saludable al suelo, a partir de materias primas tales como el estiércol del ganado, el humus de lombriz y la torta de los filtros de la industria azucarera o cachaza.

Sin embargo, de acuerdo con García y Gómez (2012), los residuos orgánicos frescos presentan algunas desventajas para su uso directo en la agricultura, como es la presencia de fitotoxinas (ácidos acéticos, butírico, propiónico y otras moléculas) que afectan las plantas, así como semillas de malezas invasoras y patógenos, este último muy relacionado con los residuos de origen fecal, como es el caso del estiércol. Por tal motivo es necesario el tratamiento previo de los mismos tales como la maduración y el fraccionamiento.

Se ha encontrado que, dentro de los componentes de la materia orgánica las sustancias húmicas muestran una mayor habilidad relativa para promover la formación de agregados estables, y sus efectos son más persistentes (Swift, 1991). Las mismas representan, aproximadamente, entre el 80 y 90 % en peso de la materia orgánica que se encuentra en la corteza terrestre (Aiken *et al.*, 1985).

Las sustancias húmicas juegan un papel importante en el desarrollo vegetal pues, reducen el estrés hídrico en las plantas, estabilizan las temperaturas del suelo y reducen la concentración de sal en suelos de excesiva salinidad, cambian la estructura física del suelo y estimulan la actividad microbiana. Además, interactúan

con el metabolismo celular de las plantas, lo que facilita la absorción de nutrientes y la actividad enzimática (Cooper y Abi-Ghanem, 2017; Aiken *et al.*, 1985). Debido a esto, a nivel internacional se han propuesto diversos métodos para la extracción y purificación de las mismas para su aplicación a los cultivos, sin correr los riesgos que producen el empleo directo de residuos orgánicos.

Las sustancias húmicas son el resultado de la síntesis microbiana y otras transformaciones de la materia orgánica contenida en los residuos frescos, mediante el proceso de humificación (Tortosa, 2011). Dicha descomposición es dinámica y compleja, pues se da otro proceso en paralelo denominado mineralización, a través del cual ocurre la pérdida de la materia orgánica. Por otro lado, las sustancias húmicas formadas, a pesar de ser bioestables, pueden descomponerse mediante una mineralización secundaria (Juma, 1998; Gallardo, 2001). Lo planteado anteriormente indica que utilizar tiempos de almacenamiento de la materia prima relativamente pequeños o muy elevados, provoca pérdidas de sustancias húmicas, específicamente de ácido húmico, el cual constituye una de las fracciones más activas. Domínguez (2018) y Medina (2018) demostraron que el estiércol de ganado vacuno puede utilizarse como materia prima en el proceso productivo de ácido húmico, y Santiago (2017) determina que la disponibilidad de esta materia orgánica en la provincia de Matanzas es suficiente para satisfacer la demanda de dicho proceso. Sin embargo, no se ha estudiado cómo influyen los factores de almacenamiento del estiércol de ganado vacuno (condiciones y tiempo) y las combinaciones de separación en la obtención de ácido húmico. De ahí que se identifica el siguiente problema de investigación:

**Problema:**

¿Cómo influyen 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?

**Hipótesis:**

Si se estudian los factores de almacenamiento del estiércol de ganado vacuno (condiciones y tiempo) y las combinaciones de operaciones de separación (filtración, sedimentación), se podrá determinar su influencia en el porcentaje de extracción de materia orgánica del proceso de obtención de ácido húmico.

**Objetivo general:**

Determinar la 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.

**Objetivos específicos:**

1. Caracterizar el estiércol de ganado y el producto final del proceso de obtención del ácido húmico
2. Determinar la influencia que sobre la materia prima y el producto final del proceso de obtención del ácido húmico ejercen las diferentes condiciones de almacenamiento y operaciones de separación.
3. Determinar la influencia de las condiciones de almacenamiento y las operaciones de separación en el proceso de obtención del ácido húmico a partir del porcentaje de extracción de materia orgánica.
4. Valorar la factibilidad económica de los factores estudiados en el proceso de obtención del ácido húmico.

## **Capítulo 1: Análisis bibliográfico**

Se presenta en este capítulo un análisis de los aspectos que se reflejan en la bibliografía especializada sobre la definición, materias primas, métodos de extracción, beneficios, ventajas y efectos de las sustancias húmicas, así como los usos del ácido húmico.

### **1.1. Transformaciones de la materia orgánica**

El proceso de transformación de la materia orgánica según García y Gómez (2012) se clasifica en tres etapas fundamentales: descomposición o degradación de los residuos, humificación y mineralización.

Estas etapas se llevan a cabo a partir de la degradación de los residuos orgánicos (estiércoles, hojarascas, tallos, etc), donde se transforman de materia orgánica a partir de un conjunto de procesos físicos, químicos y biológicos en humus. Es un proceso rápido de 3 a 4 meses, realizado por toda clase de microorganismos (lombrices, hongos, bacterias, actinomicetos) y puede realizarse en diferentes condiciones ecológicas (García y Gómez, 2012).

El humus que se origina es el estado más avanzado en la descomposición de la materia orgánica. Es un compuesto coloidal de naturaleza ligno-protéico, responsable de mejorar las propiedades físico-químicas de los suelos (García y Gómez, 2012).

La mineralización consiste en la transformación del humus, en compuestos solubles asimilables por las plantas. Es un proceso lento (1año) y sólo se realiza en condiciones ecológicas óptimas (temperatura 18-20 °C, buena humedad, adecuado contenido de oxígeno, pH 6,8) y por organismos altamente especializados (García y Gómez, 2012).

Del 70 a 80 % de restos vegetales que caen al suelo, se mineralizan aportando de esta forma nutrientes para las plantas y de un 20 a 30 % se convierten en humus (Turruella *et al.*, 2002).

Algunos autores mencionan que la temperatura es el factor climático más importante en la descomposición de la materia orgánica, especialmente en condiciones muy húmedas; mientras que otros autores aseguran que es la humedad el factor climático más importante. Sin embargo, Singh y Gupta (1977) plantean que tanto la temperatura como la humedad son los dos factores más importantes (abióticos) que

controlan la tasa de descomposición bajo condiciones naturales y también la aireación y la estructura del suelo, juegan un importante papel indirectamente.

La conservación de los residuos sobre la superficie del suelo no solo proporciona abundantes alimentos, sino que también lo protege de la insolación directa, lo cual, a su vez, regula la temperatura del suelo. Las altas temperaturas afectan adversamente el crecimiento y desarrollo tanto de la población de organismos del suelo como el crecimiento de las raíces (Clapperton, 2003).

Dependiendo de la composición química de los residuos de los cultivos y la materia orgánica, la descomposición es rápida (azúcares, almidones y proteínas), lenta (celulosa, grasas, ceras y resinas) o muy lenta (lignina) (Clapperton, 2003).

La fracción activa o de fácil descomposición de la materia orgánica del suelo es el principal suministro de alimentos para varios organismos vivos del suelo, es fuertemente influenciada por las condiciones climáticas, el estado de humedad, la etapa de desarrollo de la vegetación, la adición de residuos orgánicos y las prácticas culturales como la labranza (Juma, 1998).

La descomposición sucesiva del material muerto y la materia orgánica modificada resulta en la formación de una materia orgánica más compleja llamada humus, que incrementa la agregación del suelo y la estabilidad de los agregados; aumenta la capacidad de intercambio catiónico y aporta nitrógeno, fósforo y otros nutrientes durante su lenta descomposición. Es un compuesto relativamente estable formado por sustancias húmicas, incluyendo ácidos húmicos, ácidos fúlvicos, ácidos hematmelánicos y huminas (Clapperton, 2003).

#### **1.1.1. Factores que influyen en la calidad de la materia orgánica**

Los residuos vegetales y animales pueden colectarse y colocarse en sitios para propiciar su fermentación y descomposición. En esos casos puede añadirse sustancias químicas o biológicas que favorezcan esa descomposición y posibilite obtener los abonos orgánicos más descompuestos, integrados y compensados. Las características de los abonos orgánicos están regidas por su contenido de materia orgánica, la naturaleza de los materiales que participaron en su formación y del proceso de fermentación y descomposición a que fueron sometidos los residuos orgánicos (Pérez, 1998).

Según Pérez (1998) los indicadores de calidad de un abono orgánico están dados por:



### ✓ **Contenido y calidad de humus**

El humus procedente de la descomposición de los residuos orgánicos con baja relación C/N y bajos contenidos de lignina son más sueltos y friables y su flora microbiana es más favorable para las condiciones físicas y biológicas de los suelos donde se apliquen, que cuando el abono orgánico se obtiene con residuos vegetales ricos en lignina con relación C/N muy alta.

Un abono orgánico debe tener 50 % ó más de materia orgánica en base seca. Por debajo de 50 % de materia orgánica se considera de mala calidad.

### ✓ **Contenido de nutrientes**

Los abonos orgánicos deben tener un contenido de nutrientes N, P, K, Ca, Mg equilibrado, de modo que al ser utilizados mejoren la fertilidad de los suelos y beneficien el estado nutricional de las plantas. Además, los abonos orgánicos no deben tener sustancias que acidifiquen o alcalinicen los suelos y que puedan afectar el desarrollo normal de los cultivos.

### ✓ **Contenido de humedad**

El contenido de humedad es el elemento que más limita la utilización de los abonos orgánicos por el costo que significa el transporte y el manejo de grandes cantidades de agua en el abono orgánico.

Por lo general los abonos orgánicos tienen entre 60 y 80 % de humedad dependiendo del proceso de obtención y por la naturaleza de los residuos orgánicos que contienen, que siempre tienen tendencia a retener el agua. Sin embargo, todo el que produce y maneja abonos orgánicos debe procurar que en el momento de utilizarlos éstos tengan aproximadamente 60 % de humedad o menos.

### ✓ **Relación C/N**

La relación C/N es una de las características más importantes del abono orgánico, pues de su valor depende la velocidad de descomposición cuando se aplica a los suelos, la fijación y mineralización de nitrógeno y la posibilidad de la competencia entre los microorganismos del suelo y las plantas por ese elemento, el aprovechamiento del carbono de la materia orgánica y su conversión en humus en el suelo.

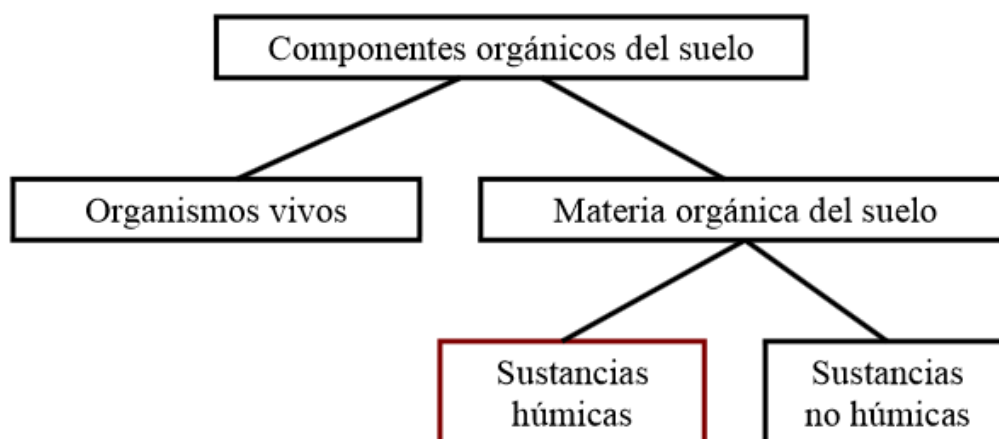
### ✓ **Tiempo de maduración o estabilización de la materia orgánica**

Este es uno de los factores más significativos en la materia orgánica, ya que la utilización directa de los residuos no siempre está exenta de riesgos, ya que además de los problemas derivados de la presencia de metales pesados, contaminantes orgánicos y microorganismos patógenos, el uso de una materia orgánica poco

estabilizada puede dar lugar a la disminución de la concentración de oxígeno a nivel radicular; residuos con elevada relación C/N que conllevan a una inmovilización de N, generando una competencia por éste en el suelo, entre los microorganismos y la planta; también a un aumento de la temperatura del suelo, lo que es incompatible con el desarrollo vegetal; una acumulación de ácidos orgánicos de bajo peso molecular y otros metabolitos orgánicos que son sustancias fitotóxicas; al igual que la destrucción incompleta de los organismos patógenos que afectan directamente el crecimiento de la planta (Gatón, 2002; Acosta *et al.*, 2012; Camacho, 2013).

### 1.1.2. Clasificación de la materia orgánica

Según Gara (2008) el suelo es un sistema complejo de muchos componentes (organismos vivos, material orgánico e inorgánico) que interactúan entre sí, y sus propiedades son el resultado de dicha interacción. La materia orgánica del suelo (MOS) es una mezcla heterogénea que incluye tejidos de origen animal y vegetal, sus productos de descomposición parcial resultantes de las transformaciones microbiológicas y químicas del proceso de humificación, material orgánico de alto peso molecular (como por ejemplo polisacáridos y proteínas) y sustancias simples (como aminoácidos, lípidos y monosacáridos). Suele clasificarse a la materia orgánica del suelo en sustancias húmicas (SHs) y sustancias no-húmicas. Estas últimas incluyen todas las sustancias clasificables (carbohidratos, lípidos, péptidos y aminoácidos, etc.), mientras que las sustancias húmicas incluyen el resto del material orgánico. La distribución de la materia orgánica del suelo se muestra en el siguiente esquema:



**Figura 1.1.** Clasificación de los componentes orgánicos del suelo.

Fuente: Gara (2008)

## 1.2. Sustancias húmicas. Propiedades

Las sustancias húmicas son un conjunto de polímeros de alto peso molecular formadas por procesos bioquímicos a partir de residuos de origen animal o vegetal, bastante resistentes a la degradación microbiológica o química. El término SHs suele utilizarse como nombre genérico para describir al material coloreado del suelo o a las fracciones que se obtienen en base a sus características de solubilidad: ácidos húmicos (AH), ácidos fúlvicos (AF) y huminas. Están compuestas por aproximadamente 50 % de carbono, entre un 35-45 % de oxígeno, 5 % de hidrógeno, 3 % de nitrógeno y azufre (Thurman, 1985; MacCarthy, 2001). Los principales grupos funcionales presentes incluyen grupos ácidos carboxílicos y hidroxifenólicos (Chin y col., 1994; Hautala y col., 2000; Chen y col., 2002).

Por otro lado, las SHs tienen una estructura química compleja, de elevado peso molecular, carácter hidrófilo y propiedades de polielectrólito ácido, formadas por una compleja mezcla de color amorfo, que puede variar de amarillo a negro (Bettoni *et al.*, 2016; Hutta, 2011; Stevenson, 1994).

Las propiedades de las sustancias húmicas pueden explicarse por las variaciones en el peso molecular, el tipo y número de grupos funcionales (carboxilo, fenol, etc.) y el grado de condensación. En el (anexo 1 se muestran las relaciones que existen entre las tres fracciones que la componen. En ella puede verse que el contenido de carbono y oxígeno, la acidez y el grado de condensación cambian sistemáticamente con el peso molecular (Bettoni *et al.*, 2016).

Las sustancias húmicas se clasifican en tres grupos en dependencia de su solubilidad: (Drozd *et al.*, 1996; Weil, 1996)

**Ácidos Húmicos:** fracción de las SHs que no es soluble en soluciones acuosas ácidas ( $\text{pH} < 2$ ) pero sí es soluble a valores mayores de pH. Puede extraérselas del suelo con diferentes reactivos. Son la mayor fracción extraíble de las SHs, presentan una coloración entre marrón oscuro y negro. (Stevenson, 1994; Tlatempa, 2001; Gara, 2008; Raposo, 2016; Islam *et al.*, 2005).

Precipitan en condiciones ácidas y se extraen en medios alcalinos. Se encuentran formados por compuestos aromáticos y cadenas alifáticas y los grupos funcionales que presentan son carboxilos, hidroxilos, metoxilos y fenólicos (Tortosa, 2011).

**Ácidos Fúlvicos:** es la fracción de las SHs que es soluble en soluciones acuosas a cualquier valor de pH. Se las separa de los AH por acidificación, y los AF permanecen

en solución. Son de color amarillo-amarronado (Morales, 2003; Tlatempa, 2001; Gara, 2008).

Según Cruz y Jiménez (2013) los ácidos fúlvicos tienen menor contenido de carbono que los ácidos húmicos, mientras que en hidrógeno y oxígeno presentan un porcentaje superior. Están menos polimerizados y contienen una mayor proporción de cadenas alifáticas, además, son ricos en grupos fenólicos, hidroxilos, carboxilos y cetónicos (Tortosa, 2011).

**Huminas:** fracción de SHs insoluble en agua a cualquier valor de pH. Son de color negro (Morales, 2003; Tlatempa, 2001). Los compuestos húmicos no extraíbles con reactivos alcalinos o huminas, constituyen un grupo de sustancias relativamente diferentes entre sí, cuyo origen puede tener lugar mediante la vía de herencia o la de neoformación. En el primer caso se encuentra la humina heredada (Gara, 2008).

La insolubilidad de las huminas está asociada a la presencia de hidrocarburos alifáticos (Mylotte *et al.*, 2015; Chang *et al.*, 2014) y debido a esa insolubilidad y poca homogeneidad la estructura química de la humina es la menos conocida (Tadini *et al.*, 2015; Song *et al.*, 2008).

### **1.2.1. Materias primas utilizadas para la extracción de sustancias húmicas**

Existen varias fuentes orgánicas de las que se pueden extraer sustancias húmicas y en especial los ácidos húmicos, que contribuyen a fortalecer y mejorar el crecimiento de la planta:

- ✓ Humus de lombriz (Scaglia *et al.*, 2016b; Romera, 2005).
- ✓ Estiércol de ganado (Scaglia *et al.*, 2016b; Tortosa, 2011 y Guo *et al.*, 2016).
- ✓ A partir de residuos de jardinería (Montoneri *et al.*, 2008 citado por Santiago, 2017).
- ✓ Lodos de plantas de tratamientos de agua (Yang *et al.*, 2016 y Tortosa, 2011).
- ✓ Compost (Ranganathan, 2006; Asing, 2009 y Scaglia *et al.*, 2016b).
- ✓ Turba (Sachs, 2005; Saito, 2014; Scaglia *et al.*, 2016a; Susic, 2016 y Ribeiro *et al.*, 2001).
- ✓ A partir de la hoja de piña (Ahmed, 2002).
- ✓ Torta de los filtros de la industria azucarera o cachaza (Cifuentes *et al.*, 2011; Tortosa, 2011; Galba *et al.*, 2010; Casaña, 2018).
- ✓ Leonardita (López, 2014; Hutta *et al.*, 2011; Islam *et al.*, 2005 y Fuentes *et al.*, 2016).
- ✓ Sistemas acuáticos (Gong *et al.*, 2017; de Oliveira *et al.*, 2016; Scaglia *et al.*, 2016a; Tsuda, 2016; Ribeiro *et al.*, 2001).

### 1.2.2. Métodos de extracción de sustancias húmicas

La extracción es el primer paso para aislar y caracterizar las sustancias húmicas, debiéndose extraer en la forma menos inalterada posible y evitando la co-extracción de otro tipo de sustancias con características no húmicas tales como carbohidratos, grasas y aminoácidos, que interfieren su correcta caracterización (Tortosa, 2011).

Las técnicas de extracción de sustancias húmicas son diversas en dependencia del material y la sustancia extractante que se empleen.

Según Stevenson (1994) el método de extracción idóneo debe cumplir los siguientes objetivos:

- El método utilizado no debe alterar la materia orgánica aislada.
- Las sustancias húmicas obtenidas deben estar libres de impurezas inorgánicas como pueden ser arcillas y cationes polivalentes.
- La extracción se puede considerar completa si el peso molecular medio de la fracción obtenida es representativo de la muestra.
- El método debe ser universal para cualquier tipo de sustrato.

Según Pérez (2009) las sustancias extractantes se clasifican de acuerdo con su agresividad como fuertes, medios y saves, aunque hay deferentes autores que consideran las dos últimas clasificaciones como un solo grupo.

#### ✓ Extractantes fuertes

El empleo de agentes fuertes constituye el procedimiento más utilizado para la extracción de SHs debido al alto por ciento de extracción (80 %) (Melo, 2006; Ramos, 2000; Stevenson, 1994). Entre ellos se destaca el hidróxido de sodio (NaOH) (Raposo *et al.*, 2016; Scaglia *et al.*, 2016a; IHSS, 2008) y el hidróxido de potasio (KOH) (Lukyanov *et al.*, 2016; IHSS, 2008).

La Asociación Internacional de Sustancias Húmicas (IHSS, 2008) recomienda el empleo de NaOH para la extracción de SHs de sedimentos o sólidos orgánicos. Aunque estudios realizados por Asing *et al.*, 2009 demuestran que el empleo de KOH es más eficiente que el NaOH. Sin embargo, Pérez (2009) reporta que el volumen de SHs que se extrae de tres materias primas (residuo, humus de lombriz y compost) es prácticamente el mismo al utilizar estos extractantes indistintamente, mientras que la masa de AH depende, además, de la materia prima y el extractante ácido empleado.

Por otro lado, Melo (2006) considera que el empleo de extractantes fuertes presenta diversos inconvenientes como son la disolución de diversos materiales, tales como la sílica del material mineral y los componentes estructurales y protoplasmáticos de los tejidos orgánicos frescos, lo que contamina la fracción que se encuentra en solución acuosa. Además, pueden provocar cambios químicos entre aminoácidos y aldehídos. Diversos autores proponen el empleo de atmósferas inertes o de dinitrógeno ( $N_2$ ), con el objetivo de minimizar los cambios debidos a los procesos de autooxidación, que puede producirse al contacto con el dióxígeno ( $O_2$ ) del aire (Gong *et al.*, 2017; Aguilar *et al.*, 2015; Pedroso y Domínguez, 2006).

✓ Extractantes medios

Estas sustancias producen mínimas alteraciones en la materia orgánica. Algunos de estos ejemplos son el pirofosfato de sodio ( $Na_4P_2O_7$ ), el oxalato amónico y otras sales neutras. El  $Na_4P_2O_7$ , es uno de los más empleados, con una efectividad extractiva de un 30 %, aunque es común que se emplee junto a productos alcalinos para aumentar su efectividad (Fuentes *et al.*, 2016; Asing *et al.*, 2009). Según Pérez (2009) investigaciones realizadas muestran que la extracción con la mezcla 0,1N NaOH/ $Na_4P_2O_7$  es la más efectiva en ciertos tipos de turbas.

De acuerdo con Pérez (2009) estudios realizados han determinado que las SHs extraídas con  $Na_4P_2O_7$  tiene un mayor peso molecular que las obtenidas con hidróxido de sodio.

✓ Extractantes suaves

Estas sustancias se utilizan como alternativa a la agresividad de los extractantes alcalinos. Algunos de los más utilizados son el ácido etildiaminotetraacético (EDTA), acetilcetona, cupferrón y varios disolventes orgánicos. Una manera de aumentar la efectividad es la mezcla de estos reactivos con otros productos, como la urea a altas concentraciones. Aunque las alteraciones que se producen en la materia orgánica extraída son menores, la efectividad que muestran estos productos es mucho menor (Ramos, 2000).

Otra de las sustancias empleadas es el ácido fórmico ( $HCOOH$ ), con la cual 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 aquellos materiales donde la mayoría de las sustancias orgánicas están parcialmente humificadas (Ramos, 2000).

Las sustancias más utilizadas para la extracción ácida son el ácido clorhídrico (HCl) (Fuentes *et al.*, 2016; Raposo *et al.*, 2016; Lukyanov *et al.*, 2016) y el ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) (Tsuda *et al.*, 2016; Saito y Seckler, 2014). Estudios realizados por Pérez (2009) demuestran que la masa de AH es ligeramente superior al emplear HCl. En esta investigación se utiliza el ácido sulfúrico H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, debido a la disponibilidad existente en la provincia.

### **1.2.3. Diferencias entre el ácido fúlvico (AF) y el ácido húmico (AH)**

Los AF son de menor peso molecular, contienen mayor proporción de oxígeno y menor proporción de carbono que los AH (Thurman, 1985; Santiago, 2017). Los AF contienen además más grupos funcionales ácidos, principalmente grupos carboxílico (COOH). La acidez total de los AF (900 - 1400 meq/100g) es considerablemente mayor que la de los AH (400 - 870 meq/100g).

Otra diferencia importante es que el oxígeno en los AF se encuentra asociado principalmente a grupos funcionales conocidos (COOH, OH, C=O), mientras que en los AH está en una alta proporción como componente estructural. Los AF son más abundantes que los AH en aguas naturales. Por ejemplo, en América del Norte las proporciones de AF y AH respecto al total del COD son 54 - 68% y 13 - 29%, respectivamente (Ma y col., 2001).

### **1.2.4. Beneficios de las sustancias húmicas**

Según (Cooper, 2017; Russo y Berlyn, 1990; Tortosa, 2011) las sustancias húmicas presentan beneficios favorables que influyen en el crecimiento de las plantas:

- La presencia de carbono en las sustancias húmicas provocan la atracción de partículas del suelo muy pequeñas para crear una estructura de miga en el suelo superior, que tiene espacios abiertos que permiten un intercambio gaseoso con la atmósfera y una mejor infiltración de agua. Esta estructura del suelo resultante también aumenta la capacidad de retención de agua, lo que protege a las plantas durante los períodos de sequía (Schnitzer, 1986).
- La energía almacenada dentro de los enlaces de carbono representa una excelente fuente de alimento para los microorganismos del suelo que realizan una amplia gama de funciones en pos de la salud del suelo y las plantas. Esto abarca desde la solubilización de los minerales presentes en el suelo hasta la liberación de antibióticos que protegen a las plantas de las plagas (Steinberg, 2003).

- Tienen una propiedad aislante que ayuda a estabilizar las temperaturas del suelo y disminuye la tasa de evaporación del agua, lo que protege a las plantas durante los períodos de cambio de calor y frío (Muller-Wegener, 1988).

- También pueden estabilizar o dejar inactivas ciertas enzimas del suelo liberadas por los patógenos de las plantas, haciéndolas menos capaces de dañar las plantas (Tan, 2003).

- Además, las sustancias húmicas pueden buferizar el pH del suelo, haciendo que el suelo sea menos alcalino o menos ácido. Esto ayuda a que los oligoelementos que están presentes en el suelo debido a las condiciones ácidas o alcalinas queden disponibles como nutrientes para las plantas (Hayes, 1998).

Otros beneficios de los ácidos húmicos es que permiten degradar o desactivar las toxinas que quedan en el suelo debido a los pesticidas y ayudan a reducir la concentración de sal en suelos de excesiva salinidad, haciéndolos más adecuados para el crecimiento de las plantas.

- Las sustancias húmicas ayudan a regular la retención y liberación de los nutrientes de las plantas. La gran capacidad de intercambio catiónico (CIC) que se produce cuando las sustancias húmicas están presentes en el suelo aumenta su capacidad para retener nutrientes vegetales con carga positiva (por ejemplo,  $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Ca}^{2+}$  y  $\text{Na}^+$ ) y reduce el potencial de filtración. La CIC del suelo también influye en las tasas de aplicación de cal y herbicidas requeridas para una máxima eficacia (Nardi, *et al.*, 1996).

- Cuando el suelo contiene los niveles adecuados de sustancias húmicas, las plantas tienen una mayor capacidad de absorción de nitrógeno, fósforo y potasio, lo que reduce las cantidades de fertilizantes N-P-K requeridos (Frank y Roeth, 1996).

- Aplicar ácidos húmicos o fúlvicos a las semillas acelera su germinación, mejora el desarrollo de las raíces y activa los puntos de crecimiento de las plántulas (Calvo, 2014; García y Gómez, 2012).

- Las sustancias húmicas influyen en las hormonas de crecimiento de las plantas y proporcionan radicales libres a las células vegetales, que tienen efectos positivos sobre la germinación de las semillas, la iniciación de las raíces y el crecimiento de las plantas en general (Canellas *et al.*, 2015; Valero *et al.*, 2014).

- Los ácidos húmicos y fúlvicos, aunque no son fertilizantes en sí mismos, son excelentes portadores y activadores de fertilizantes. Se ha demostrado que los fertilizantes foliares que contienen ácidos húmicos o fúlvicos son entre un 100 % y un



500 % más eficaces que otros fertilizantes aplicados al suelo. Las aplicaciones pueden programarse para activar el crecimiento vegetativo, la floración, el conjunto de frutas o el llenado y la maduración de los frutos (Cooper y Abi-Ghanem, 2017; Calvo *et al.*, 2014; García *et al.*, 2014).

#### **1.2.5. Efectos de las sustancias húmicas en el suelo y zona radicular**

Según (Saltillo, 2013; Samaniego, 2013; Hernández, 2011; Singh *et al.*, 1997 y García, 1990) las sustancias húmicas presentan una serie de efectos favorables sobre el suelo como:

- ✓ Mayor capacidad de absorción y retención de agua en el suelo.
- ✓ Mantienen un estado de agregación adecuado en el suelo debido a su interacción con otros componentes del mismo.
- ✓ Favorecen a la flora microbiana del suelo aumentando la mineralización y fijación el nitrógeno de la atmósfera.
- ✓ Retiene los fertilizantes inorgánicos solubles en la zona de la raíz.
- ✓ Incrementa el porcentaje de nitrógeno en el suelo y de sustancias minerales y orgánicas esenciales para el crecimiento de la planta.
- ✓ Posee una alta capacidad de intercambio iónico.
- ✓ Aumenta la permeabilidad de las membranas celulares.
- ✓ Incrementa el contenido de vitaminas en las plantas.
- ✓ Estimula el crecimiento de las raíces.
- ✓ Incrementa la respiración en las raíces.
- ✓ Interviene en el proceso de fotosíntesis.
- ✓ Activador enzimático.

#### **1.2.6. Ventajas que brinda el uso de sustancias húmicas en agricultura**

Según Samaniego (2013) una de las ventajas que ofrece el uso de sustancias húmicas es el notable poder secuestrador de cationes del suelo desbloqueándolos de sus formas insolubles y poniéndolos a disposición de las plantas, actúa como fijador del amoníaco, disminuyendo el proceso de desnitrificación con lo que aumenta la capacidad de fijación y utilización del nitrógeno del suelo, desbloquea los compuestos insolubles de fósforo poniéndolo a disposición de la planta, transporta macro y micronutrientes de las raíces a la parte aérea y trasloca los nutrientes a diferentes partes de la planta, favoreciendo un equilibrio nutricional, facilita la nutrición a través de las hojas, pues modifica la permeabilidad de la membrana, quelata los elementos menores y forma complejos con los elementos mayores que

son aceptados por la planta como parte integral de su fisiología, forma complejos orgánicos con los herbicidas, fungicidas e insecticidas que también son potencializados ampliando su rango de control y eficiencia, modifica la estructura de los suelos defloculados por exceso de sales, removiéndolas de las micelas del suelo mediante quelación y donación de electrones en sustitución de los mismos, incrementando la capacidad de intercambio iónico.

### **1.3. Operaciones de separación**

En la tecnología química están ampliamente difundidos los procedimientos relacionados con la separación de sistemas sólido-líquido a partir de las operaciones mecánicas de sedimentación, filtración y centrifugación. Estos métodos forman la base de los procedimientos hidromecánicos de separación de sistemas heterogéneos (Kasatkin, 1981). Sobre la base de las operaciones utilizadas las más empleadas en el proceso de obtención de ácido húmico son la sedimentación y la filtración. En estudios anteriores se ha demostrado según Domínguez, 2018 que la sedimentación es una operación bastante ventajosa y con rendimientos extraordinarios en este proceso. En esta investigación se evalúan la filtración y la sedimentación para determinar cuál de estas dos operaciones es más factible técnica y económicamente.

#### **1.3.1. Separación por Sedimentación**

A criterio de autores como (Brown, 1965; McCabe, 1998; Geankoplis, 1998; Rosabal, 2006; y Perry, 1999) la sedimentación consiste en la separación, por la acción de la gravedad, de las partículas suspendidas cuyo peso específico es mayor que la del fluido. Este proceso se realiza en los desarenadores, presedimentadores, sedimentadores y decantadores; en estos últimos, con el auxilio de la coagulación. En la industria las operaciones de sedimentación frecuentemente se efectúan en un volumen limitado, y se lleva a cabo en equipos denominados sedimentadores o espesadores, en los cuales las partículas sólidas tienden a descender, siguiendo las leyes de caída de los cuerpos en el seno de fluido, y acumularse en el fondo del equipo, formando allí una capa de polvo (si se trata de una suspensión gas - líquido) o de lodo (si se trata de una suspensión líquido – sólido). En la parte superior del equipo se obtiene un fluido libre de partículas. La operación de sedimentación resulta más barata comparada con otros procedimientos de separación de sistemas heterogéneos (Kasatkin, 1981).

La eficiencia del proceso de sedimentación depende en gran medida de la diferencia de densidades entre el sólido y el fluido, así como la viscosidad de este último. Mientras mayor es la diferencia de densidad mayor será la velocidad de separación.

### **Clasificación de sedimentadores**

Teniendo en cuenta la periodicidad con que operan, se clasifican en sedimentadores de acción periódica o discontinua, continua y semicontinua (Rosabal, 2006).

En los sedimentadores de acción periódica se llena el equipo con la suspensión y se deja en reposo durante un tiempo. Durante el proceso no sale ni entra material del sedimentador. Al final se obtiene un líquido claro en la parte superior y el lodo en el fondo. Son estanques bajos sin dispositivos de agitación. A pesar de su poco uso industrial, el estudio de la sedimentación discontinua puede proporcionar mucha información acerca de las particularidades del proceso, que pueden tener una gran aplicación posteriormente, cuando se estudie la sedimentación continua. El fundamento de esta operación puede ser descrito a partir de la sedimentación de una suspensión contenida en probetas de vidrio.

Por su parte, en los sedimentadores de acción continua se alimenta la suspensión continuamente y de igual manera se extrae el reboso y el fondo. Estos equipos son los más usados industrialmente y se representan por un tanque cilíndrico poco elevado con un fondo plano ligeramente y con un vertedero efluente anular interior alrededor del extremo superior del aparato.

A nivel de laboratorio, resulta poco útil el empleo de la sedimentación para la separación y fraccionamiento de SHs, dado los elevados tiempos de sedimentación que requieren, por lo cual esta operación nunca se ha empleado para dicho fin. Sin embargo, a escala industrial la sedimentación constituye uno de los métodos de separación menos costosos.

### **1.3.2. Separación por Filtración**

Se denomina filtración a la operación unitaria que consiste en separar suspensiones en sus componentes usando membranas o cuerpos porosos que retienen la fase sólida y dejan pasar la fase líquida. El fluido puede ser un líquido o un gas; las partículas sólidas pueden ser gruesas o finas; rígidas o plásticas; redondas o alargadas (McCabe, 1998; Rosabal, 2006).

## **Ventajas y desventajas de los filtros**

La filtración como operación unitaria posibilita el lavado uniforme y completo del sedimento, puesto que el líquido lavado se puede distribuir uniformemente por toda la superficie y además en cantidades necesarias. Sin embargo, tienen como inconveniente que ocupan una superficie relativamente grande del local de producción por cada metro cuadrado (m<sup>2</sup>) de superficie de filtración (Kasatkin, 1981; Rosabal, 2006; Richardon, 2002).

La filtración ha sido ampliamente utilizada en diversas investigaciones sobre la separación de SHs 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).

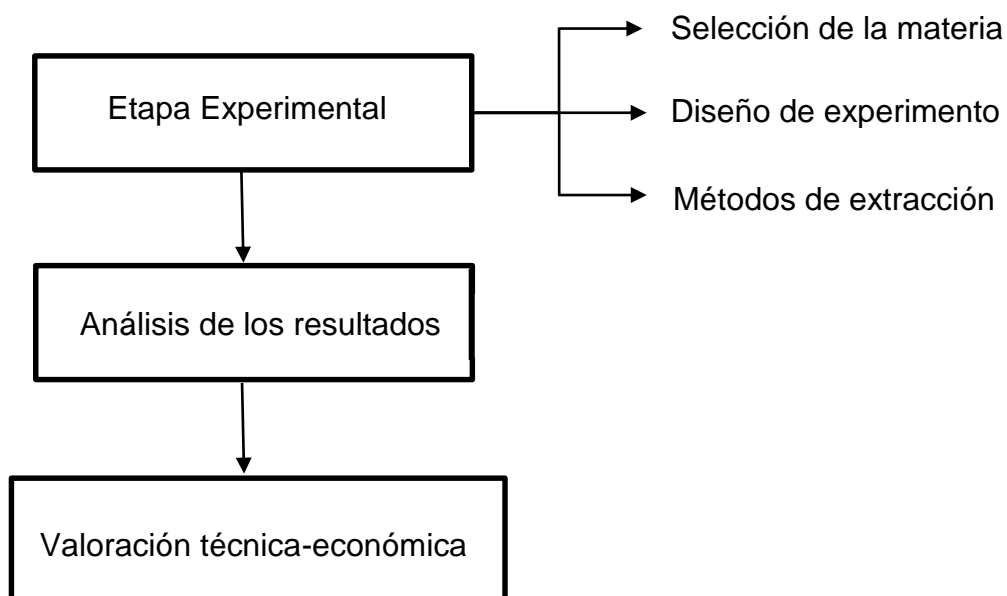
Weng *et al.*, (2012) considera que los estancamientos durante la ultrafiltración limitan el empleo de esta operación, lo que provoca aumento de la resistencia a la filtración y disminuye el flujo de filtrado, por lo que se incrementa el costo de operación debido al reemplazo o mantenimiento de la membrana. Para disminuir este efecto se emplea la técnica electro-ultrafiltración, con un incremento en la remoción de SHs presentes en aguas naturales de aproximadamente el 10 %, pero el empleo de electricidad incrementa los costos de operación.

### **1.4. Conclusiones Parciales**

- 1- Los factores que mayor influencia tienen sobre la descomposición de la materia orgánica son el tiempo de maduración y las condiciones ambientales.
- 2- Para la extracción de sustancias húmicas a partir del estiércol de ganado vacuno, se utilizan NaOH y H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> como extractantes, y se aplica la metodología propuesta por la Asociación Internacional de Sustancias Húmicas.
- 3- Las operaciones utilizadas para la separación y fraccionamiento de sustancias húmicas son la sedimentación y la filtración.

## Capítulo 2: Materiales y métodos

En este capítulo se exponen los materiales y métodos que se aplican en la investigación. Se muestra el diseño experimental aplicado para determinar cómo influyen las condiciones de almacenamiento de la materia prima y las combinaciones de operaciones de separación en el rendimiento de la extracción. Además, se detallan las técnicas analíticas para la caracterización de la materia prima y los productos, así como las diferentes herramientas estadísticas que se utilizan para la interpretación de los resultados. En la figura 2.1 se muestra el algoritmo de trabajo de la investigación.



**Figura 2.1** Algoritmo de trabajo de la investigación

### 2.1. Descripción del esquema para la obtención de ácido húmico

La metodología para la obtención de ácido húmico se basa en dos etapas fundamentales (IHSS, 2008), tal como se muestra en el Anexo 2. Las etapas de experimentación que se tienen en cuenta son las siguientes (Pedroso, 2007):

1. Pretratamiento de la materia prima: estiércol de ganado vacuno (EGV)
2. Obtención de ácido húmico (AH)
  - Extracción básica con hidróxido de sodio (NaOH)
  - Extracción ácida con ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)

### **2.1.1. Muestreo y pretratamiento de la materia prima**

La materia prima utilizada en el proceso de producción de ácido húmico es el estiércol de ganado vacuno (EGV), proveniente de la Empresa Pecuaria Genética de Matanzas. Para la selección de las muestras se emplearon los métodos de muestreo establecido en las Normas ISO 5667-1:2006. Las muestras individuales se combinan y se mezclan, en proporción directa a la fracción que representan, para conformar una muestra compuesta. Esta muestra compuesta es dispuesta en recipientes diseñados para su almacenamiento en dos condiciones: a intemperie y techada, con el objetivo de evaluar su influencia en el proceso de extracción de AH.

Se realizan muestreos puntuales de la materia prima en los recipientes de almacenamientos con una frecuencia semanal por un período de dos meses, para el procesamiento experimental. La metodología empleada para el muestreo puntual es el método de subdivisión por cuarteo sucesivo.

### **2.1.2. Obtención de ácido húmico (AH)**

Para la obtención de ácido húmico (AH) se tiene en cuenta la extracción básica con hidróxido de sodio y la extracción ácida con ácido sulfúrico, para la adecuada separación de los compuestos involucrados con la materia prima (EGV) y obtener así el ácido húmico con buenos rendimientos y calidad.

#### **Separación de las sustancias húmicas o extracción básica**

Para la extracción básica se utiliza una relación sólido – líquido de 0,05 g/ml de acuerdo con investigaciones realizadas por Domínguez (2018) y Medina (2018), la concentración de hidróxido de sodio es 0,5 mol/L (Santiago, 2017) y agitación continua durante 10 horas (Domínguez, 2018). Para la separación de las sustancias húmicas se aplican las operaciones de sedimentación y filtración.

#### **Fraccionamiento de las sustancias húmicas o extracción ácida**

Para el fraccionamiento de las sustancias húmicas se añade ácido sulfúrico concentrado, hasta alcanzar un pH entre 1 y 2. La solución se deja en reposo durante 10 h (Domínguez, 2018) y se fraccionan en ácido fúlvico (AF) (líquido) y ácido húmico (AH) (sólido) mediante la operación de filtración, con las mismas premisas de la etapa anterior.

### 2.1.3. Métodos de caracterización de la materia prima (EGV) y Producto final (AH)

A la materia prima (EGV) y al producto final (AH) se le realiza una caracterización según los parámetros de calidad establecidos en el Manual de Técnicas de Análisis Químicos para el Humus de Lombriz (2004), llevadas a cabo en el Laboratorio Provincial de Suelo: Humedad (H), Contenido de cenizas (C), Contenido de materia orgánica (M.O), Nitrógeno (N), Conductividad (Cond), Fósforo (P), Potasio (K), Sodios totales (Na), Calcio (Ca) y Magnesio (Mg).

#### Humedad:

- ✓ Pesar en la balanza analítica 5 g de material seco (A) al aire en un crisol previamente tarado (B: peso del crisol con la muestra húmeda)
- ✓ Mantener el crisol con la muestra en la estufa a 105 °C por 18 h
- ✓ Pasar el crisol con la muestra a la desecadora y mantenerlo durante 30 min
- ✓ Pesar en la balanza analítica el crisol con la muestra seca a 105 °C (C)

La humedad y el factor de corrección de humedad (fch) se determinan mediante las ecuaciones 2.1 y 2.2 respectivamente.

$$\% \text{ Humedad} = \frac{B-C}{A} \cdot 100 \quad (2.1)$$

$$fch = \frac{100}{100 - \% \text{ Humedad}} \quad (2.2)$$

#### Ceniza (C) y contenido de materia orgánica (MO)

- ✓ Pesar en la balanza analítica 2 g de material seco al aire en un crisol previamente tarado (E: peso del crisol)
- ✓ Llevar a la mufla y mantener a 550 °C durante 3 h
- ✓ Pasar el crisol con las cenizas a la desecadora y mantener durante 30 min
- ✓ Pesar en la balanza analítica el crisol con cenizas (D)

Mediante la expresión 2.3 se determina el contenido de cenizas, mientras que el contenido de M.O se determina por vía indirecta a través de la expresión 2.4.

$$\% \text{ Cenizas} = \frac{D-E}{A} \cdot 100 \cdot fch \quad (2.3)$$

$$\% \text{ Materia orgánica} = 100 - \% \text{ Cenizas} \quad (2.4)$$

### Fósforo Total (P)

- ✓ Se toma una alícuota de 10 mL de la muestra mineralizada (solución B) de la ceniza y se coloca en un matraz aforado de 50 mL
- ✓ Añadir 25 mL de solución colorante y 15 mL de agua destilada
- ✓ Agitar y dejar en reposo durante 15 min para lograr el máximo desarrollo del color
- ✓ Leer en el espectrofotocolorímetro a 410 nm de longitud de onda o en el fotocolorímetro con filtro azul

Mediante la expresión 2.5 se determina el contenido de fósforo total en las muestras analizadas.

$$P = \frac{m/L \cdot 5000 \cdot fch}{10000} \quad (2.5)$$

### Potasio Total (K) y Sodio Total (Na)

- ✓ Tomar una porción de la muestra mineralizada (solución B) y leer en el fotómetro de llama
- ✓ Determinar la concentración de potasio (K) y de sodio (Na) en el gráfico de calibración.

Mediante la expresión 2.6 y 2.7 se determina la cantidad de potasio y sodio presente en las muestras analizadas.

$$K = \frac{m/L \cdot 500 \cdot fch}{10000} \quad (2.6)$$

$$Na = \frac{m/L \cdot 500 \cdot fch}{10000} \quad (2.7)$$

### Calcio (Ca)

- ✓ Pipetear una alícuota de 20 mL de la muestra incinerada (solución B) y colocar en Erlenmeyer de 200 mL
- ✓ Añadir 3 mL de solución de citrato de sodio 1N y 10 mL de una solución de hidróxido de potasio al 10 % (KOH) para llevar a pH de 12,3 – 12,5
- ✓ Agregar una pizca de indicador Murexida con la punta de una espátula y valorar con solución 0,02N de EDTA en presencia de un testigo hasta el cambio de color de rosado a lila.

Mediante la expresión 2.8 se determina el contenido de calcio en las muestras.

$$Ca = \text{mL EDTA} \cdot 1 \cdot fch \quad (2.8)$$



### Magnesio (Mg)

- ✓ Añadir 10 mL de ácido clorhídrico 3N a la solución ya valorada de calcio que produce un cambio de la solución a incolora
- ✓ Añadir 5 mL de hidróxido de amonio concentrado para elevar el pH del extracto aproximadamente a 9
- ✓ Añadir una pizca de Eriocromo negro T o de 7 a 9 gotas de solución de indicador
- ✓ Valorar con EDTA 0,02N hasta el cambio de color de rosa malva a azul

Mediante la expresión 2.9 se determina el magnesio presente en las muestras analizadas.

$$\text{Mg} = \text{mL EDTA} \cdot 0,5 \cdot \text{fch} \quad (2.9)$$

### **2.2. Diseño de experimento**

Para el estudio del proceso de obtención bajo las condiciones establecidas en el epígrafe anterior, se planifica un diseño experimental factorial multinivel, donde las variables independientes son el tiempo de recolección de la materia prima (EGV), las condiciones de almacenamiento de la materia prima y combinación de las operaciones de separación en el proceso de obtención de ácido húmico, tal como se indica en la tabla 2.1.

**Tabla 2.1.** Factores y niveles a estudiar para la obtención de ácido húmico

Factores	Almacenamiento		Operaciones de separación (Etapa básica – Etapa ácida)
	Condiciones	Tiempo de recolección (semana)	
Niveles	1. Techado 2. Intemperie	1-8	1. Sedimentación-Filtración 2. Filtración-Filtración

Las variables respuestas que se analizan son:

- Características físico-química del estiércol de ganado vacuno (contenido de humedad, ceniza, materia orgánica, fósforo, potasio, sodio, calcio, magnesio y conductividad).
- Características físico-química del ácido húmico (contenido de humedad, ceniza, materia orgánica, fósforo, potasio, sodio, calcio y magnesio).
- Extracción de materia orgánica de AH (%)

Para estudiar las características del estiércol, solo se tiene en cuenta el efecto de los factores de almacenamiento, según el diseño experimental reflejado en el anexo 3. Sin embargo, para el estudio de las características del ácido húmico se considera además las operaciones de separación como aparece en el diseño experimental del anexo 4.

En estudios anteriores se ha demostrado según Domínguez (2018) que la sedimentación es una operación bastante ventajosa y con rendimientos extraordinarios en este proceso. En esta investigación se evalúan la filtración y la sedimentación para determinar cuál de estas dos operaciones es más factible técnica y económicamente.

Para la operación de sedimentación se utilizó el procedimiento descrito por Rosabal (2006) según se describe a continuación.

- Se coloca cierto volumen de muestra en la columna de sedimentación. Se seleccionan probetas de 500 mL de capacidad con una precisión de  $\pm 10 \text{ mL}$
- Se distribuyen los sólidos invirtiéndose las probetas tres veces
- Se deja sedimentar la suspensión, donde se obtiene como sobrenadante las sustancias húmicas (SHs) y en el fondo como sedimento la humina (H)
- Se determina y registra el volumen de lodo sedimentado en unidades de altura para un intervalo de tiempo

La operación de filtración llevada a cabo es la filtración por gravedad y como las partículas son finas se utiliza como medio filtrante una membrana flexible de tela (algodón), garantizando que toda la humina (H) quede en la superficie de la tela y las sustancias húmicas (SHs) pasen libre de partículas sólidas, como se indica en el siguiente procedimiento:

- Se fija un embudo *Buchner* en un soporte universal y se vierte toda la mezcla
- La fase líquida se deposita en un *beaker* de 400 mL de capacidad y la fase sólida es retenida en la cara anterior de la membrana formando la llamada torta

- Se determina y registra el volumen del líquido filtrado mediante una probeta para un intervalo de tiempo de filtrado de 4 h

### 2.3. Técnicas estadísticas

Para determinar la influencia y correlación de los factores en el porcentaje de extracción, procesamiento y análisis de las variables respuestas se aplican las siguientes técnicas estadísticas:

- ✓ **Análisis descriptivo de las variables respuestas:** Se determinan los siguientes parámetros estadísticos: media, varianza, desviación estándar y coeficiente de variación, este último permite definir el grado de dispersión de la variable.
- ✓ **Análisis de varianza multifactorial:** Para determinar la influencia de las condiciones de almacenamiento y de combinación de las operaciones de separación en las variables respuestas.
- ✓ **Análisis de regresión:** Para determinar el modelo matemático que correlaciona el tiempo de almacenamiento del estiércol de ganado vacuno con el porcentaje de extracción de ácido húmico.

Para la aplicación de estas técnicas estadísticas se utiliza el software STATGRAPHICS 5.1.

### 2.4. Estimación del beneficio bruto

Para la selección de la alternativa de separación y fraccionamiento más factible económicamente, se tendrá en cuenta el rendimiento del proceso de producción de AH a partir del beneficio bruto, el cual se determina mediante la expresión 2.10 que se muestra a continuación:

$$BB = V_P - C_M \quad (2.10)$$

Donde:

BB: beneficio bruto

$V_P$ : valor de la producción de AH y AF

$C_M$ : costo de los materiales

El valor de la producción y el costo de las materias primas y los materiales auxiliares, se determinan a partir de las ecuaciones 2.11 y 2.12 respectivamente.

$$V_p = \text{pup}(\text{AH}) \cdot N(\text{AH}) + \text{pup}(\text{AF}) \cdot N(\text{AF}) \quad (2.11)$$

$$C_M = \sum(\text{cum} \cdot M) \quad (2.12)$$

Donde:

pup: precio unitario del producto (\$/kg)

cum: costo unitario de los materiales (\$/kg)

N: volumen de producción (kg/año)

M: consumo de materiales (kg/año)

Los costos unitarios de cada material fueron seleccionados de los listados de precios reportados por las empresas según el Ministerio de Finanzas y Precios.

El volumen de los materiales consumidos se determina mediante la relación reactivo-producto, que se obtiene a escala de laboratorio como se indica en las expresiones siguientes:

$$M_{\text{Estiércol}} = \frac{\text{kg AH}}{h} \cdot \left( \frac{\text{Estiércol}}{\text{AH}} \right)_L \quad (2.13)$$

$$M_{\text{NaOH}} = \frac{\text{kg AH}}{h} \cdot \left( \frac{\text{NaOH}}{\text{AH}} \right)_L \quad (2.14)$$

$$M_{\text{Agua}} = \frac{\text{kg AH}}{h} \cdot \left( \frac{\text{Agua}}{\text{AH}} \right)_L \quad (2.15)$$

$$M_{\text{H}_2\text{SO}_4} = \frac{\text{kg AH}}{h} \cdot \left( \frac{\text{H}_2\text{SO}_4}{\text{AH}} \right)_L \quad (2.16)$$

Donde el subíndice (L) indica que la relación entre el consumo de materiales por unidad de ácido húmico es la que se obtiene a nivel de laboratorio.

La cantidad de agua consumida incluye:

- ✓ Agua para preparar el hidróxido de sodio a una concentración de 0,5 mol/L.
- ✓ Agua adicional para completar la relación sólido-líquido.

### **Capítulo 3: Análisis de resultado**

En este capítulo se analizan los resultados obtenidos durante la investigación. Se realiza una caracterización físico-química de la materia prima (estiércol de ganado vacuno) utilizada en la etapa experimental, teniendo en cuenta el tiempo y las condiciones de almacenamiento. Además, se determina la influencia que tienen los diferentes factores estudiados en el porcentaje de extracción de materia orgánica del ácido húmico se realiza una valoración técnica-económica de las alternativas estudiadas a partir del beneficio bruto.

#### **3.1. Caracterización de la materia prima (estiércol de ganado vacuno)**

En el anexo 5 se muestran los resultados de la caracterización del estiércol de ganado vacuno proveniente de la Empresa Pecuaria Genética de Matanzas (EPGM).

Los parámetros que caracterizan la materia prima son:

- ✓ Contenido de materia orgánica
- ✓ Contenido de cenizas
- ✓ Porcentaje de humedad
- ✓ Contenido de P, Ca, Mg, K y Na
- ✓ Conductividad eléctrica

Se realiza la caracterización durante las 8 semanas de la etapa experimental.

En la composición química del estiércol se observa una inestabilidad en los diferentes elementos que se determinan (P, K, Na, Ca, Mg) durante el período de experimentación pues los coeficientes de variación son superiores al 12 %, al igual que en el contenido de ceniza y la humedad. Esto es provocado por la variación de las condiciones ambientales (precipitaciones, cambios de temperatura, vientos, entre otros).

En cuanto al contenido de materia orgánica se observa una mayor estabilidad, pues el coeficiente de variación es de 4,63 %.

La tabla 3.1 muestra un resumen de los resultados obtenidos al estudiar la influencia del tiempo y las condiciones de almacenamiento del estiércol de ganado vacuno sobre los parámetros que caracterizan la materia prima.

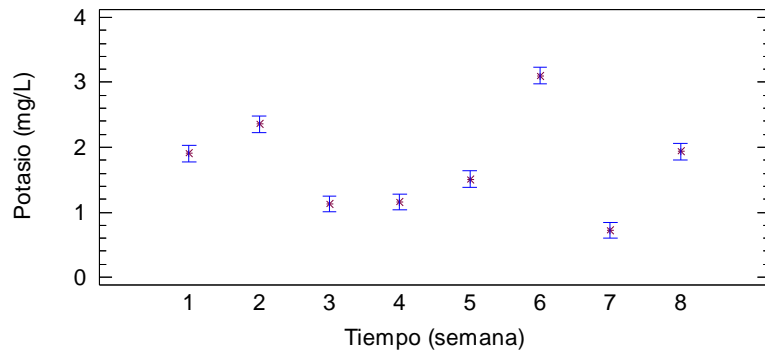
**Tabla 3.1.** Influencia del tiempo y las condiciones de almacenamiento sobre las características del estiércol de ganado vacuno en función del valor de probabilidad (P-value)

Parámetro/Factor	Tiempo de almacenamiento	Condiciones de almacenamiento
% Humedad	0,6735	0,3992
Contenido de ceniza	0,4284	0,6570
Contenido de Fósforo	0,1237	0,7575
Contenido de Potasio	0,0000*	0,0345*
Contenido de Sodio	0,4930	0,3383
Contenido de Calcio	0,2708	0,9989
Contenido de Magnesio	0,4776	0,1283
Conductividad	0,5234	0,9403
Contenido de Materia orgánica	0,4281	0,6559
<b>Leyenda:</b> *: Factores significativos		

✓ Contenido de Potasio

El contenido de potasio del estiércol es el único parámetro que depende significativamente del tiempo y las condiciones de almacenamiento, pues los valores de probabilidad en ambos casos son inferiores al 0,05. Este parámetro es el elemento que es adsorbido por los cultivos para su crecimiento y desarrollo. Su carencia influye negativamente en el rendimiento y calidad de la planta, además de aumentar la vulnerabilidad del cultivo a enfermedades y lo hace menos resistente a condiciones de "stress" tales como sequías, de ahí que se considera que en el procesamiento de la materia prima se le deba dar seguimiento al comportamiento de este parámetro (Susic, 2016).

En la figura 3.1 se observa una variabilidad del contenido de potasio respecto al tiempo con un coeficiente de variación de 43,32 % superior al 12 %, mostrando una gran dispersión que puede ser provocada por la inestabilidad en las condiciones ambientales, como son humedad, temperatura, aireación, pH y el contenido de calcio y magnesio (Hernández *et al.*, 2010).

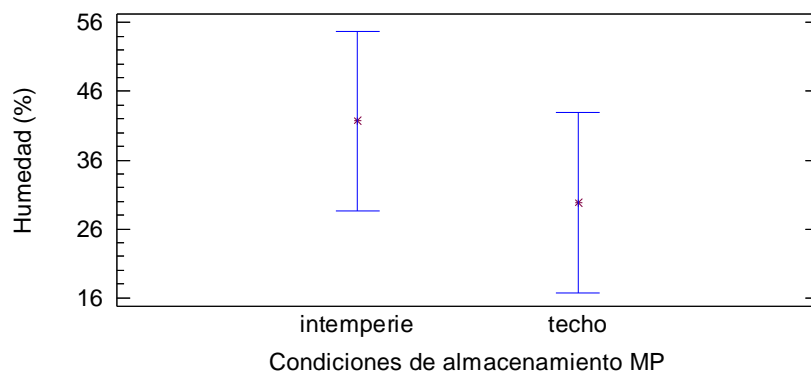


**Figura 3.1.** Comportamiento del contenido de potasio respecto al tiempo

✓ Contenido de Humedad

El estiércol de ganado vacuno en el período estudiado presenta mayor contenido de humedad cuando se encuentra a la intemperie (figura 3.2), debido a las condiciones ambientales. Esto provoca que al utilizar la materia prima bajo estas condiciones se reduzca el gasto de agua en el proceso.

Según Santiago (2017), estudios realizados por Kulikowska *et al.* (2015), muestran que un compost proveniente de estiércol de ganado vacuno, que presente un contenido de humedad superior a 47,9 % se debe fundamentalmente a las condiciones de almacenamiento de este residuo, así como a la alimentación que reciben los animales.

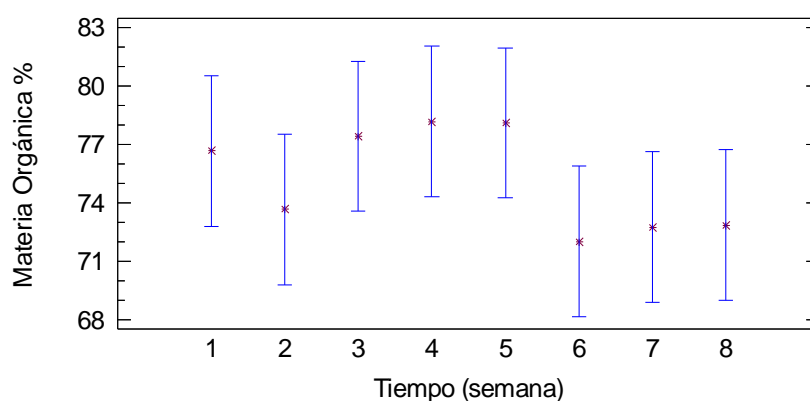


**Figura 3.2.** Comportamiento del contenido de humedad respecto a las condiciones de almacenamiento

✓ Contenido de Materia Orgánica

En la figura 3.3 se observa que en las semanas 3, 4, y 5 se alcanzan los máximos valores de contenido de materia orgánica en el estiércol de ganado vacuno, lo que indica que en ese período se estabiliza el proceso de descomposición, con un

coeficiente de variación de 4,63 % inferior al 12 % lo que demuestra que este parámetro no presenta una variabilidad significativa. A partir de la semana 6 se observa una disminución en el contenido de materia orgánica, lo cual se debe a que en el interior de la pila comienza a ocurrir un proceso anaeróbico formando ácidos y gases, como H<sub>2</sub>S y CH<sub>4</sub>. El contenido de materia orgánica en fertilizantes orgánicos, proporciona una mejora sustancial en la estructura y capacidad de retención de agua del suelo, así como en su capacidad de intercambio catiónico, característica fundamental en la dinámica de nutrientes del sistema suelo-planta. Es un factor clave ya que actúa sobre las propiedades físicas (porosidad, capacidad de retención hídrica, estabilidad de agregados, etc); químicas, aportando nutrientes mediante los procesos de mineralización, y sobre las biológicas, ya que mantiene la actividad microbiana del suelo (Maguire, 2011).

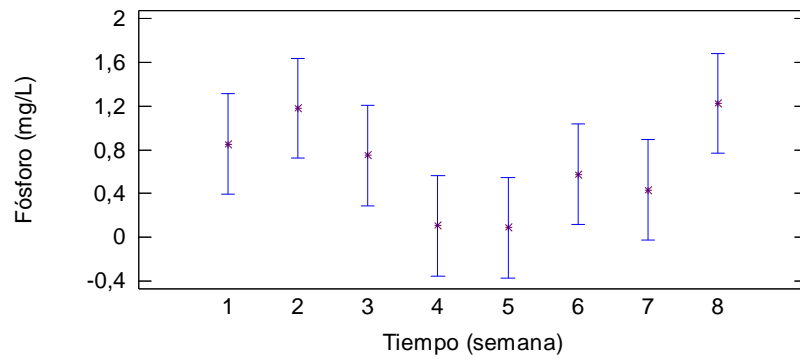


**Figura 3.3.** Comportamiento del contenido de materia orgánica respecto al tiempo de experimentación

✓ Contenido de Fósforo

El contenido de fósforo respecto al tiempo de experimentación (figura 3.4) tiene un comportamiento inestable mostrándose en el coeficiente de variación que es de 76,81 % superior al 12 %. El contenido de fósforo en el estiércol presenta valores inferiores a los reportados por Kulikowska *et al.* (2015) que deben ser entre 0,93 % y 1,68 %, lo cual provoca retardo en el crecimiento de la planta y envejecimiento temprano, ya que el contenido de fósforo en el estiércol es uno de los nutrientes fundamentales. En el estiércol la mayor parte del fósforo excretado está en la forma de ortofosfatos (Vázquez *et al.*, 2009).



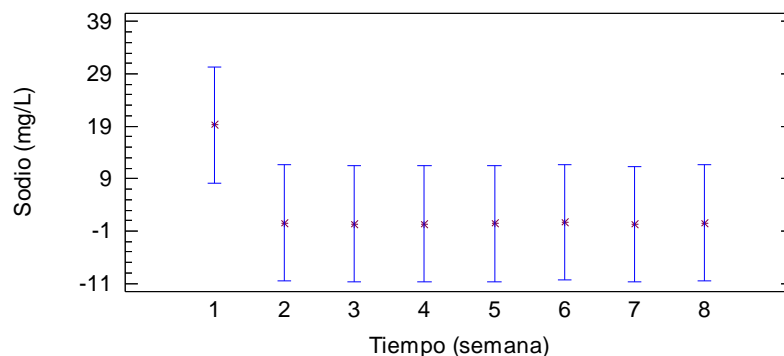


**Figura 3.4.** Comportamiento del contenido de fósforo respecto al tiempo de experimentación

✓ Contenido de Sodio

En la figura 3.5 se observa un comportamiento estable del contenido de sodio durante todo el período de experimentación, a pesar de presentar un coeficiente de variación superior al 12 % excepto en la semana 1 donde reporta el mayor contenido de sodio.

El elevado contenido de sodio es el causante de la sodicidad del suelo, pues una elevada sodicidad en condiciones de baja salinidad produce una impermeabilización del suelo, lo que ocasiona problemas de encharcamiento y falta de aireación del sistema radicular. El contenido de sodio proporciona mayores ventajas en la extracción básica, ya que se necesita menos consumo de hidróxido de sodio en la etapa básica (Mestre, 2017).

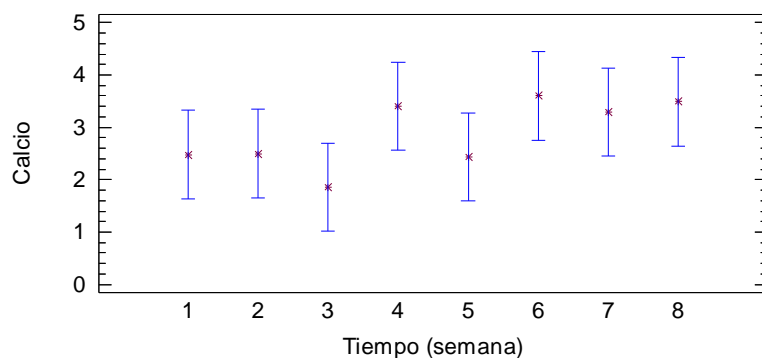


**Figura 3.5.** Comportamiento del contenido de sodio respecto al tiempo

### ✓ Contenido de Calcio

A pesar de que el contenido de calcio presenta valores de probabilidad mayores que 0,05 para un 95 % de confianza, el factor más influyente es el tiempo durante todo el período de experimentación observándose en la figura 3.6 una variabilidad de este parámetro con un coeficiente de variación de 27,34 % superior al 12 %, debido al arrastre de materias extrañas contaminadas que vienen con la materia prima.

El calcio es importante en el desarrollo vegetal y regulación metabólica, se reconoce como regulador intracelular importante de procesos bioquímicos y fisiológicos, es esencial en crecimiento y desarrollo vegetal de las plantas (Sanabria, 2008).

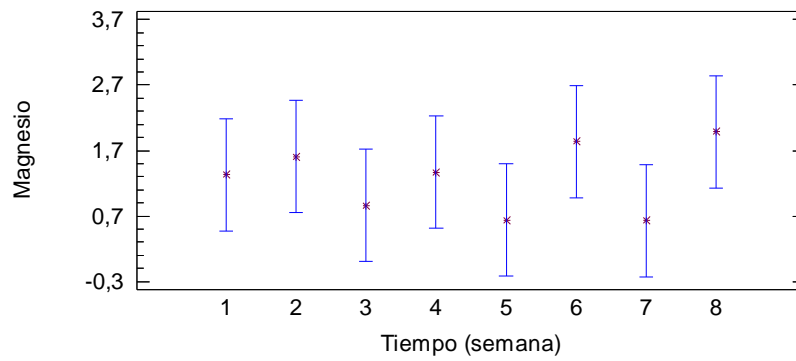


**Figura 3.6.** Comportamiento del contenido de calcio respecto al tiempo

### ✓ Contenido de Magnesio

La figura 3.7 muestra que el contenido de magnesio respecto al tiempo tiene una marcada variabilidad, con valores bastante representativos que oscilan desde 2,7 hasta 3. El magnesio es un nutriente que requieren las plantas para un desarrollo normal y saludable, su función más importante es la de átomo central en la molécula de clorofila, también interviene en la activación de un sinnúmero de enzimas necesarias para su desarrollo y contribuye a la síntesis de proteínas (Susic, 2016).

La deficiencia de magnesio conduce a una reducción en el rendimiento de la planta y a una mayor susceptibilidad a enfermedades, dado que este es móvil dentro de ella (Cakmak *et al.*, 2010).

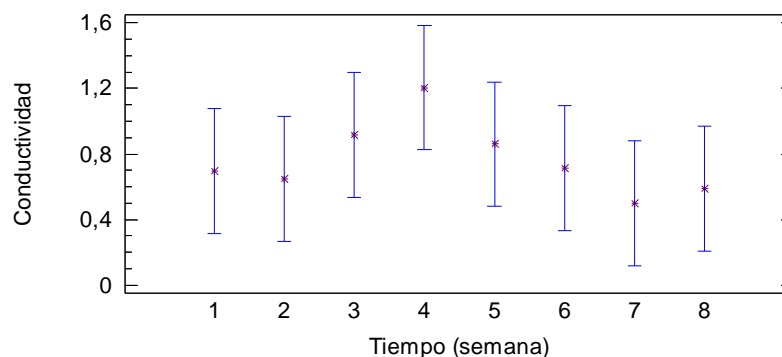


**Figura 3.7.** Comportamiento del contenido de magnesio respecto al tiempo de experimentación

✓ Conductividad

Se puede observar en la figura 3.8 que la conductividad presenta un comportamiento bastante estable, solamente un ligero incremento en la semana 4. Esto se relaciona con el contenido de sales de (Mg, Ca, Na y K) que contiene la materia prima (EGV) e indica que existe un significativo transporte de electrones en la muestra, lo que favorece la velocidad de la reacción básica.

La conductividad se incrementa con el contenido de humedad, incidiendo a la vez en los cambios de temperatura del suelo, sin embargo, cuando hay saturación de poros no aumenta en las proporciones esperables. Refleja los cambios ocurridos en la materia orgánica, actividad microbiana estimada a través de la respiración del suelo (De Oliveira et al., 2016).



**Figura 3.8.** Comportamiento de la conductividad respecto al tiempo de experimentación

### 3.2 Caracterización del producto final (ácido húmico)

Para la caracterización del ácido húmico se tuvo en cuenta los siguientes parámetros (ver anexo 6 con los resultados para las diferentes condiciones experimentales planificadas):

- ✓ Porcentaje de humedad
- ✓ Contenido de materia orgánica
- ✓ Contenido de cenizas
- ✓ Contenido de Na, K, P, Mg y Ca

#### 3.2.1 Efecto de los factores en las características del estiércol de ganado vacuno sobre el producto final (AH)

En la tabla 3.2 se observa que el factor más influyente en los parámetros de caracterización es el tiempo de almacenamiento arrojando valores de probabilidad menor que 0,05 para un 95 % de confianza, por lo que las condiciones de almacenamiento de la materia prima y las combinaciones de operación de separación y fraccionamiento de sustancias húmicas no tienen un comportamiento significativo sobre el producto final.

**Tabla 3.2.** Factores significativos en el producto final (AH)

Parámetro/Factor	A	B	C	AB	AC	BC
% Humedad	0,0007*	0,1434	0,2340	0,4649	0,0009*	0,2404
% Ceniza	0,0071*	0,8963	0,1940	0,0788	0,0907	0,4813
Fósforo	0,1429	0,7262	0,3986	0,9745	0,7448	0,7331
Potasio	0,0112*	0,8394	0,2351	0,1117	0,1427	0,9868
Sodio	0,0303*	0,4055	0,1798	0,3578	0,2066	0,8194
Calcio	0,1673	0,7128	0,6259	0,6991	0,6326	0,0350*
Magnesio	0,6451	0,6823	0,5910	0,8856	0,7514	0,8628
% Extracción MO	0,0118*	0,5298	0,6002	0,3221	0,0099*	0,3037
Materia orgánica (AH)	0,0071*	0,8964	0,1940	0,0788	0,0906	0,4813

**Leyenda**

A: Tiempo

B: Condiciones de la materia prima

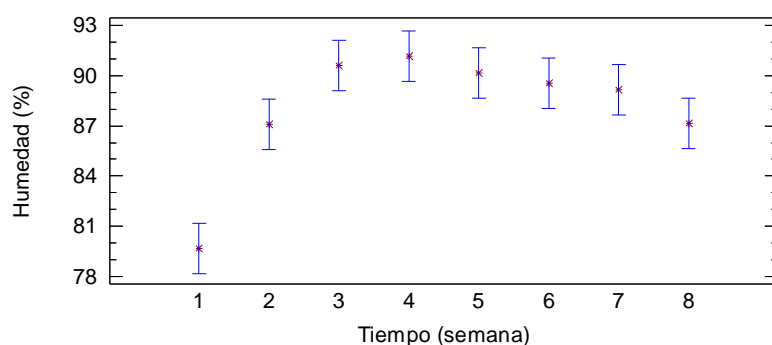
C: Combinación de las operaciones de separación

\*: Factores significativos

## ✓ Humedad

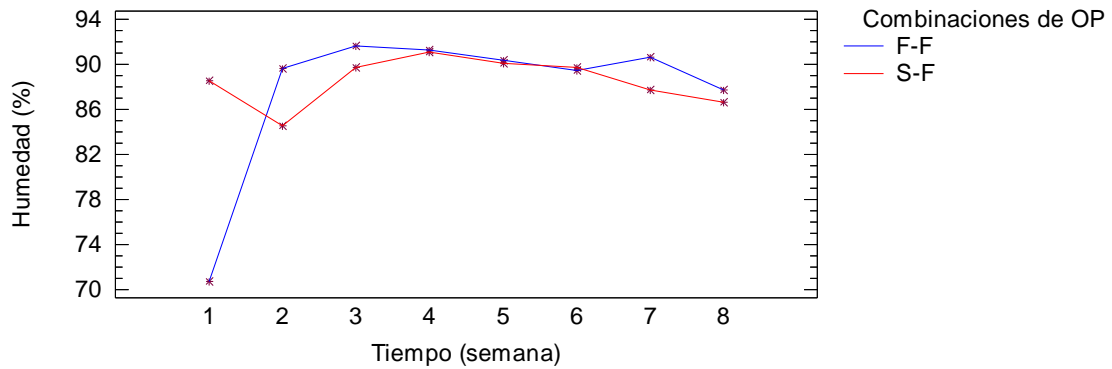
En la figura 3.9 se observa que influye el tiempo en el contenido de humedad del ácido húmico, con un incremento hasta la semana 4 y luego un ligero descenso, con una marcada variabilidad durante todo el período de experimentación, mostrando un comportamiento similar al porcentaje humedad en la materia prima. Esto es debido a la inestabilidad en las condiciones atmosféricas, lo que provoca un mayor gasto de materia prima y favorece un menor consumo de agua, en dependencia de la relación sólido-líquido utilizada en la extracción básica y genera menos costo en el proceso.

Un exceso de humedad en el suelo determina una aireación deficiente, que afecta al desarrollo de las plantas, falta de dióxigeno, lo cual se puede manifestar en reducción de crecimiento, marchitamiento y clorosis de las hojas (Kramer, 2010).



**Figura 3.9.** Comportamiento del contenido de humedad en el ácido húmico respecto al tiempo

La figura 3.10 muestra que a pesar que la combinación tiempo - operaciones de extracción influye significativamente en el contenido de humedad con un valor de probabilidad menor que 0,05 para un 95 % de confianza, existe un comportamiento bastante similar a partir de la semana 2 con un ligero incremento para la combinación (F-F). No siendo así en la primera semana por la inestabilidad de la materia prima y el poco tiempo de maduración de la misma. Como se observa tanto para filtración-filtración como para sedimentación-filtración a partir de la semana 4 presentan un comportamiento análogo, donde se evidencia que en ambas operaciones se obtienen contenidos de humedad equivalentes en el ácido húmico.

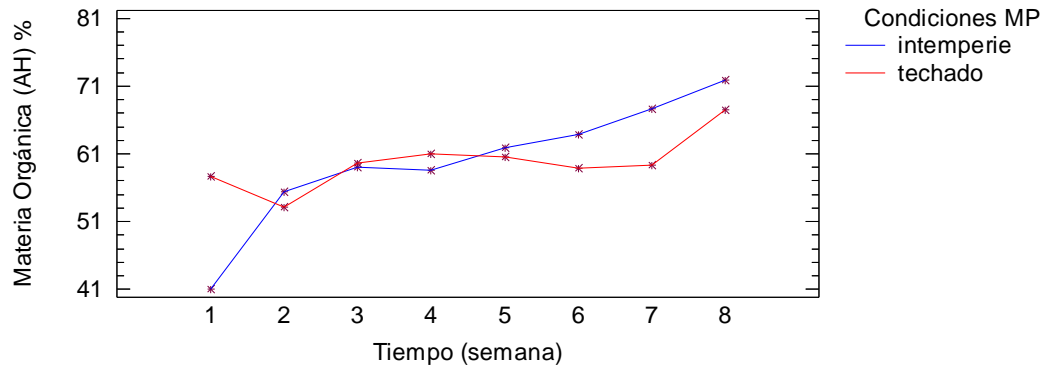


**Figura 3.10.** Comportamiento del contenido de humedad del ácido húmico respecto al tiempo y las combinaciones de operación

✓ Contenido de Materia Orgánica

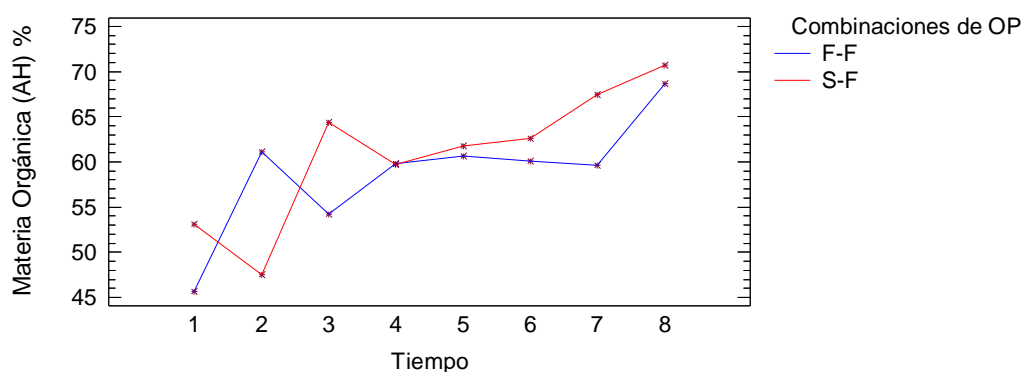
Como se observa en la figura 3.11 en las semanas 3, 4 y 5 los contenidos de materia orgánica de ácido húmico son similares para cualquiera de las dos condiciones de almacenamiento. Cuando la materia prima se almacena a la intemperie se favorece el aporte de materia orgánica al ácido húmico, con una tendencia creciente a partir de la semana 5, con porcentaje de materia orgánica por encima del 60 %, que según estudios realizados por Kulikowska *et al.* (2015) para obtener mayores rendimientos y calidad en la obtención del ácido húmico el compost proveniente de estiércol de ganado vacuno debe tener un contenido superior al 47,9 %, en la investigación se obtienen resultados por encima del valor establecido.

Los niveles bajos de materia orgánica se deben al clima, fundamentalmente a las condiciones de almacenamiento de este residuo, así como a la alimentación que reciben los animales. Mientras que los valores altos de materia orgánica favorecen la formación de complejos de aluminio-humus, con predominio de compuestos de bajo grado de polimerización y abundantes huminas, además presentan retenciones de fósforo superiores a un 80 % causando baja fertilidad en los suelos (Maguire *et al.*, 2001).



**Figura 3.11.** Comportamiento del contenido de materia orgánica en el ácido húmico respecto al tiempo y a las condiciones de almacenamiento

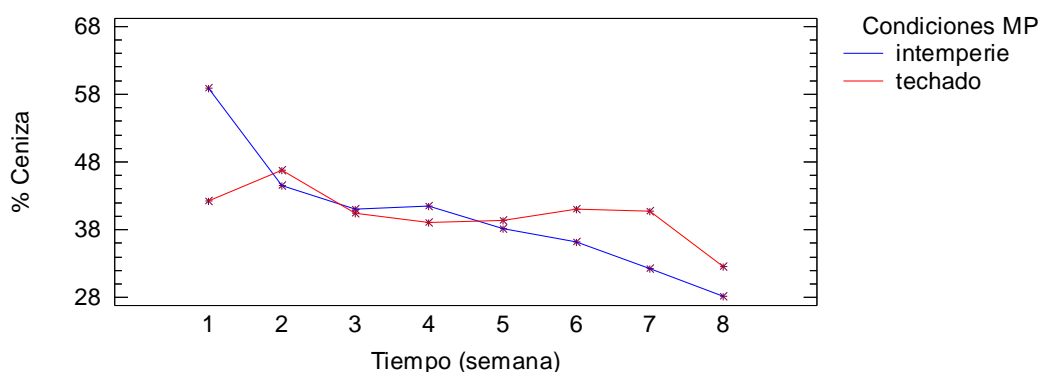
La figura 3.12 muestra un comportamiento entre el tiempo y las combinaciones de las operaciones de separación bastante irregular desde la semana 1 hasta la 3, mientras que desde la semana 4 hasta la 6 hay una tendencia similar debido a la estabilidad en el proceso de maduración de la materia prima y a partir de la semana 6 comienza a tener un ligero incremento en la operación de sedimentación-filtración, con valores superiores a un 60 % de contenido de materia orgánica, favorable para el crecimiento y desarrollo de las plantas porque actúa como agente renovador y activador de enzimas en el suelo. Estos resultados coinciden con los obtenidos por Medina (2018), el cual obtiene mayor contenido de materia orgánica al utilizar la operación de sedimentación en la obtención de ácido húmico.



**Figura 3.12.** Comportamiento del contenido de materia orgánica del ácido húmico respecto al tiempo y a las combinaciones de operación.

✓ Contenido de Ceniza

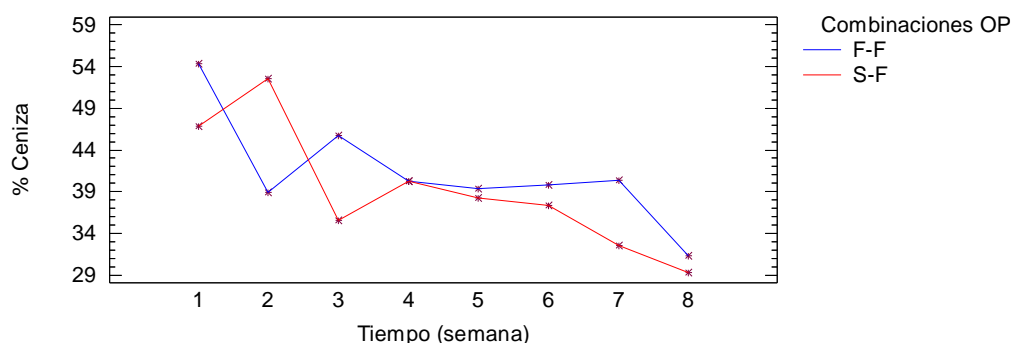
En la figura 3.13 se observa que el tiempo influye significativamente en el contenido de ceniza del ácido húmico el cual se debe al período de maduración por el que pasa la materia prima. En la semana 1 el producto final (AH) a la intemperie presenta mayor contenido de ceniza como resultado de mayor temperatura y más agresividad en el medio que retarda la descomposición de la materia orgánica en la materia



prima.

**Figura 3.13.** Comportamiento del contenido de ceniza en el ácido húmico con respecto al tiempo y a las condiciones de la materia prima

La figura 3.14 muestra un comportamiento variable en las combinaciones de separación respecto al tiempo con un coeficiente de variación de 19,88 % superior al 12 %, observándose que la operación de filtración-filtración arroja mayor contenido de ceniza en el tiempo durante toda la semana excepto en la 2 debido a los cambios en las condiciones ambientales.



**Figura 3.14** Comportamiento de la ceniza en el ácido con respecto al tiempo y a las combinaciones de operación

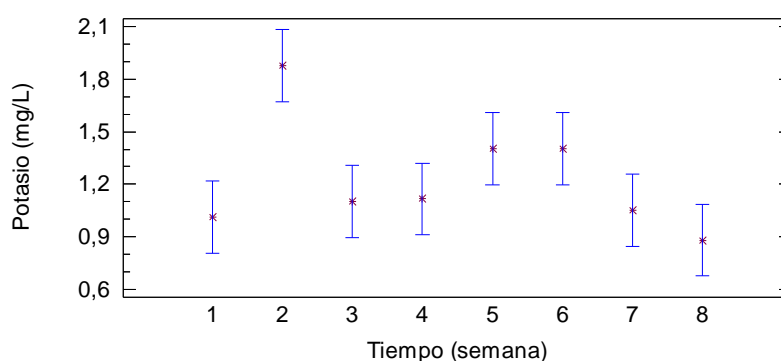
Por esta razón es recomendable la operación de sedimentación-filtración que presenta menos contenido de ceniza, ya que la ceniza constituye efectos poco



beneficiosos para el contenido de materia orgánica que es uno de los componentes esenciales en la fertilización orgánica por sus propiedades multiplicativas de crecimiento y estabilidad en la planta.

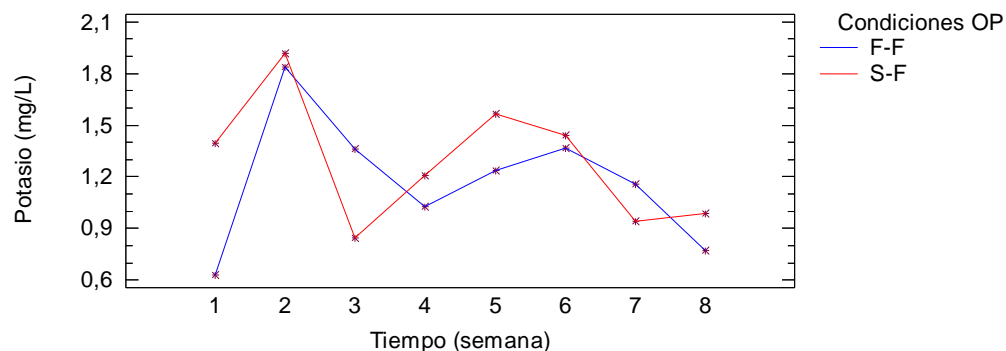
✓ Contenido de Potasio

En la figura 3.15 se muestra el comportamiento del contenido de potasio respecto al tiempo, donde este factor es el más influyente con un valor de probabilidad menor que 0,05 (0,01) para un 95 % de confianza. En la semana 2 se obtiene mayor contenido de potasio en el ácido húmico, que favorece el crecimiento y fortalecimiento de la planta, puesto que un buen contenido de potasio proporciona vigor y resistencia a las enfermedades, ayuda en la producción de proteína, aumenta el tamaño de grano y semilla, es esencial para la formación y desplazamiento de almidón, azúcares y aceites, mejora la calidad de los frutos y ayuda al desarrollo de los tubérculos.



**Figura 3.15.** Comportamiento del contenido de potasio en el ácido húmico respecto al tiempo

La figura 3.16 muestra un comportamiento inestable de las combinaciones de operación respecto al tiempo, donde se aprecia que en la semana 2 de ambas operaciones es donde se obtiene mayor contenido de potasio en la extracción de ácido húmico y luego durante toda la experimentación hay un comportamiento bastante similar, obteniendo mejores resultados en la sedimentación-filtración. Este parámetro es uno de los macronutrientes que conforma la planta, por lo que un buen contenido de potasio beneficia todo el mecanismo funcional y biológico de esta.

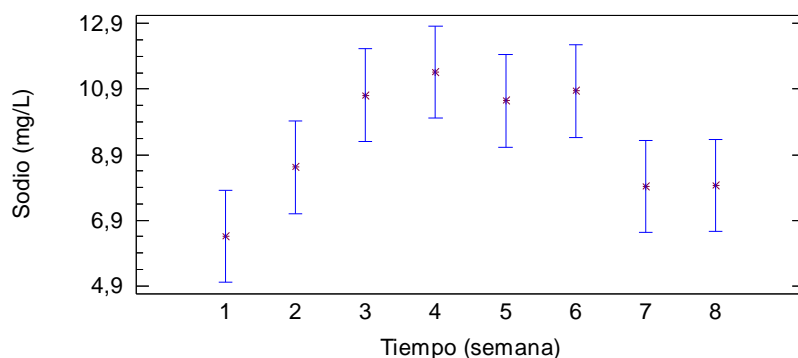


**Figura 3.16.** Comportamiento del contenido de potasio en el ácido húmico respecto al tiempo y a las combinaciones de operación

✓ Contenido de Sodio

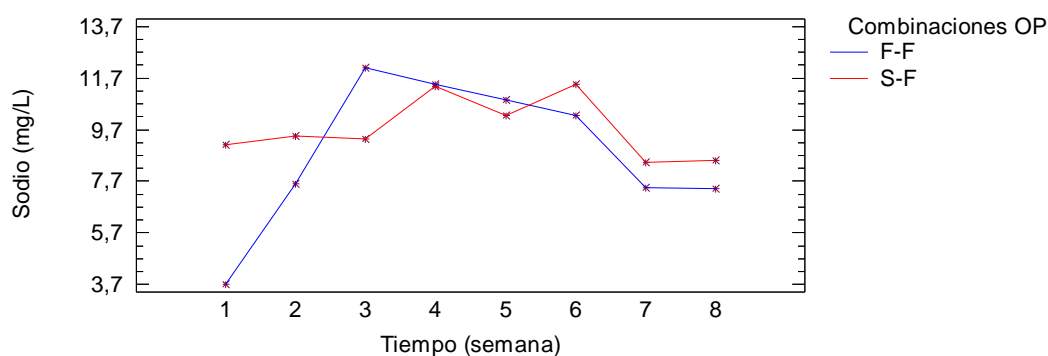
La figura 3.17 muestra el comportamiento del contenido de sodio respecto al tiempo donde se evidencia un incremento apreciable desde la semana 1 hasta la 4 y luego una disminución hasta la semana 8. Esto pudo haber sido producto de la inestabilidad en las condiciones climáticas, al envejecimiento de la materia orgánica y al alimento ingerido por los animales. El contenido de sodio en los fertilizantes orgánicos (AH) proporciona mejor crecimiento y nutrición en las plantas, es usado en la síntesis de clorofila y puede ser empleado como sustituto parcial del potasio (Susic, 2016).

Un exceso del contenido de sodio en la materia prima provoca la sodicidad del suelo que no es más que la acumulación de sales con elevado contenido de sodio en la solución y en el complejo de cambio del suelo. El principal efecto de una elevada sodicidad es la rotura de la estructura física del suelo, llegando a sellarse los poros por donde se mueve la solución del suelo con todos los nutrientes. Esto conlleva una falta de aireación, un encharcamiento e incluso un colapso del suelo. Esta falta de aireación o encharcamiento puede producir una asfixia radicular del cultivo afectando el rendimiento en primer lugar y ocasionando la muerte de la planta (Mestre, 2017).



**Figura 3.17.** Comportamiento del contenido de sodio en el ácido húmico respecto al tiempo

En la figura 3.18 se observa que la sedimentación-filtración favorece el mayor contenido de sodio, garantizando mejores proporciones de este en la planta, no siendo así en la operación de filtración-filtración que alcanza valores inferiores, es debido a que en la sedimentación-filtración el sodio tuvo más fijación en las sustancias húmicas que en el sedimento, permitiendo pasar este al producto final (ácido húmico). El sodio es uno de los nutrientes que le proporciona a la planta vitalidad en las hojas, favorece el crecimiento y el proceso en la síntesis de clorofila.



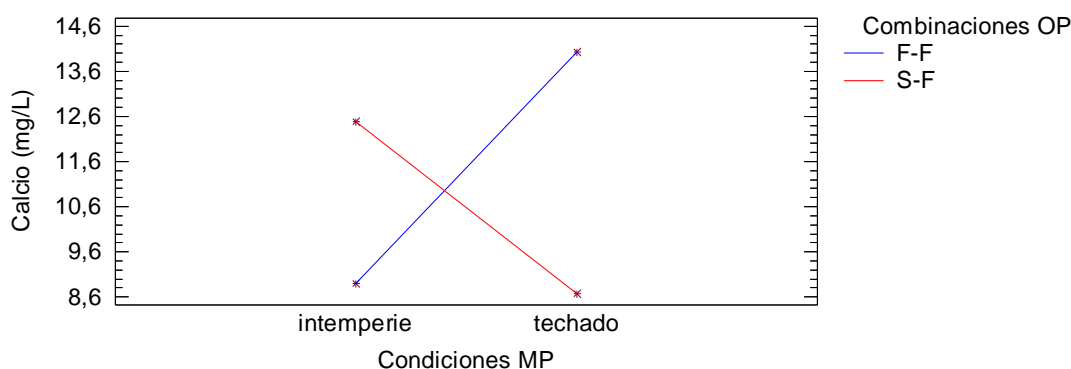
**Figura 3.18.** Comportamiento del contenido de sodio en el ácido húmico respecto al tiempo y a las combinaciones de operación

✓ Contenido de Calcio

La interrelación de los factores condiciones de materia prima y operaciones de extracción y fraccionamiento de sustancias húmicas influye significativamente sobre el contenido de calcio del ácido húmico pues el valor de probabilidad es de un 0,035 menor que 0,05 para un nivel de confianza de 95 %. La figura 3.19 refleja que para

la operación de sedimentación-filtración la condición de intemperie favorece el contenido de calcio en el fertilizante orgánico (AH) y para filtración-filtración el techado es la que garantiza mayor contenido de calcio en el ácido húmico.

El contenido de calcio en el ácido húmico actúa como constituyente de paredes y membranas celulares en la planta, le da estabilidad, regulador de enzimas y es esencial para la elongación y crecimiento progresivo de esta. La concentración promedio en las plantas es de 0,2-1 %, en esta investigación existen valores del contenido de calcio que arrojan valores muy por encima de los establecidos que pueden provocar deficiencias en la planta como rotura de membranas, falta de desarrollo de yemas terminales y apicales, desordenes fisiológicos en tejidos de almacenamiento (frutos) y menor crecimiento radicular. Actúa modulando la acción de las hormonas vegetales, regulando germinación, crecimiento y senescencia (Sanabria, 2008).



**Figura 3.19.** Comportamiento del contenido de calcio entre las condiciones de almacenamiento de la materia prima y las combinaciones de operación

#### ✓ Contenido de Fósforo y Magnesio

Los factores estudiados no presentan influencia significativa en el contenido de fósforo y magnesio del ácido húmico, mostrándose una estabilidad en el período estudiado, solo en la semana 4 hay valores superiores del fósforo y en la 5 del magnesio como se observa en el anexo 7 y 8 respectivamente.

Según Padilla, 2003 el fósforo (P) es un macro-elemento esencial en el crecimiento de las plantas, participa en los procesos metabólicos tales como la fotosíntesis, la transferencia de energía y la síntesis y degradación de los carbohidratos. No existe

ningún otro nutriente que pueda sustituirlo y todas deben tener fósforo para completar su ciclo normal de producción. Sin embargo, la cantidad de fósforo disponible en el suelo es muy baja en comparación con la cantidad que tiene que tener. En muchos suelos la descomposición de la materia orgánica y los residuos de cultivo contribuyen al fósforo disponible.

Los síntomas de la deficiencia del fósforo incluyen retrasos en el crecimiento de la planta, coloración púrpura oscura de las hojas más viejas, retraso en el crecimiento de las raíces y el florecimiento. En la mayoría de las plantas estos síntomas aparecen cuando la concentración de fósforo en las hojas es inferior al 0,2 %, mientras que un exceso de fósforo interviene en su mayor parte con la absorción de otros elementos como el hierro, el magnesio y el zinc (Vázquez, 2009).

El magnesio (Mg) es un mineral constituyente de la clorofila de las plantas, de modo que está involucrado activamente en la fotosíntesis. La mayor parte del magnesio de las plantas se encuentra en la clorofila, ayuda en el metabolismo de los fosfatos, la respiración de la planta y la activación de numerosos sistemas enzimáticos. Existen estudios que indican que plantas con deficiencia de magnesio muestran una pronunciada inhibición del crecimiento de la raíz (Cakmak *et al.*, 2010).

### **3.3. Valoración técnico – económica del producto final (ácido húmico)**

En el análisis técnico-económico se tienen en cuenta dos aspectos fundamentales, para la parte técnica el porcentaje de extracción de materia orgánica en el ácido húmico y en lo económico el beneficio bruto.

#### **3.3.1. Comportamiento del porcentaje de extracción de materia orgánica del ácido húmico**

La tabla 3.3 muestra los valores de probabilidad del porcentaje de extracción de materia orgánica en el ácido húmico con respecto al tiempo, a las condiciones de almacenamiento de la materia prima y a las combinaciones de operación, donde los factores que ejercen influencia significativa son el tiempo y la combinación tiempo con combinaciones de operación, presentando valores de probabilidad menores que 0,05 para un 95 % de confianza.

**Tabla 3.3.** Tabla ANOVA para el porcentaje de extracción de materia orgánica en el ácido húmico

Fuente	SC	GL	CM	Fisher	P-Value
A: Tiempo	3348,89	7	478,412	6,59	0,0118
B: Cond MP	31,7007	1	31,7007	0,44	0,5298
C: Comb OP	21,8626	1	21,8626	0,30	0,6002
AB	730,176	7	104,311	1,44	0,3221
AC	3569,2	7	509,885	7,02	0,0099
BC	89,4119	1	89,4119	1,23	0,3037
Residual	508,072	7	72,5818	-	-
Total	8299,3	31	-	-	-

**Leyenda**

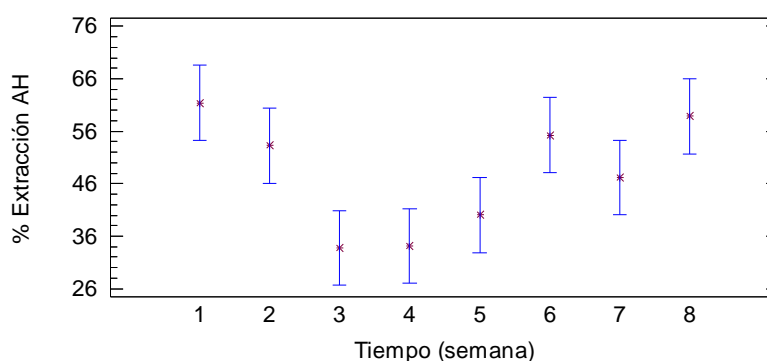
SC: suma de cuadrados

GL: grados de libertad

CM: cuadrado medio

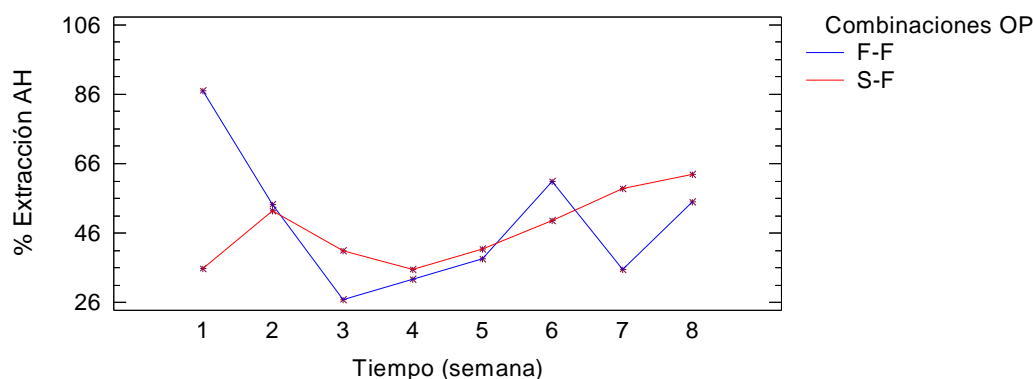
P-Value: valor de probabilidad

En la figura 3.20 se observa que el porcentaje de extracción de materia orgánica del ácido húmico tiene un comportamiento inestable con respecto al tiempo, donde se obtiene mayor porcentaje de extracción en la semana 8, pero es muy poco significativo por lo que se puede decir que se alcanza una estabilidad desde la semana 6, aunque a partir de la semana 3 se observa un ascenso. Esto se debe fundamentalmente a que ocurre el proceso de descomposición de la materia orgánica y que la materia prima alcanzó la etapa de maduración. Se recomienda para estudios posteriores ampliar el tiempo de almacenamiento del estiércol.



**Figura 3.20.** Comportamiento del tiempo respecto al porcentaje de extracción de materia orgánica en el ácido húmico

La figura 3.21 muestra el comportamiento del porcentaje de extracción de materia orgánica en el ácido húmico. Para la combinación filtración-filtración se logran los mayores porcentajes de extracción en la semana 1, tanto para intemperie como techada. (ver anexo 9).



**Figura 3.21.** Comportamiento del porcentaje de extracción de materia orgánica en el ácido húmico con respecto al tiempo y a las combinaciones de operación

Las dos combinaciones de operación (S-F y F-F) son factibles para la obtención de ácido húmico, pues ambas tienen una tendencia ascendente en el tiempo. No obstante, a que en la operación filtración-filtración es donde se obtiene el mayor porcentaje de extracción (85,99 %), existen fluctuaciones de este parámetro en el período de estudio. Sin embargo, el porcentaje de extracción para la operación de sedimentación-filtración mantiene un comportamiento creciente sostenido en el tiempo a partir de la semana 4.

Medina (2018) recomienda la operación de sedimentación, lo cual coincide con los resultados obtenidos en la investigación, por lo que se selecciona la combinación sedimentación-filtración como la más factible técnicamente. Por otra parte, las condiciones de almacenamiento no afectan significativamente el porcentaje de la extracción, lo que indica que no influye la forma de almacenamiento del estiércol en la obtención de ácido húmico. De ahí que se tengan en cuenta ambas formas de almacenamiento para analizar la correlación con la variable significativa (tiempo).

Luego de haber analizado los resultados obtenidos en el proceso de extracción de ácido húmico se puede concluir que:

- ✓ El tiempo de almacenamiento de la materia prima influye significativamente en el proceso.
- ✓ La condición de almacenamiento (techado e intemperie) no ejerce influencia en el proceso de obtención de ácido húmico.
- ✓ Se selecciona la combinación de sedimentación-filtración por su comportamiento en el porcentaje de extracción de materia orgánica en el ácido húmico.

Esto permite definir la correlación entre el tiempo y el porcentaje de extracción de materia orgánica en el ácido húmico en función de la condición de almacenamiento (techado e intemperie) para la combinación sedimentación-filtración.

Como solo el tiempo de almacenamiento del estiércol de ganado vacuno influye significativamente sobre el porcentaje de extracción de materia orgánica en el ácido húmico, se determinan los modelos matemáticos que correlacionan estas variables, para cada condición de almacenamiento (techo e intemperie) y la combinación de las operaciones de separación sedimentación-filtración. Esta correlación permite estimar el tiempo de almacenamiento para el porcentaje de extracción de M.O que se requiera en el proceso de obtención de ácido húmico.

La tabla 3.4 muestra los resultados de los criterios de selección para el modelo matemático que mejor se ajusta al comportamiento del porcentaje de extracción de materia orgánica:

- ✓ Coeficiente de correlación ( $\rho$ )
- ✓ Valor de  $R^2$
- ✓ Valor de la probabilidad en la tabla ANOVA
- ✓ Error medio absoluto

Como se observa en la tabla 3.4 se obtienen valores de probabilidad inferiores a 0,05 para un 95 % de confianza, y errores medios absolutos inferiores al 5 % en ambos casos. De esta forma se puede definir la influencia significativa del tiempo para ambas condiciones de almacenamiento.



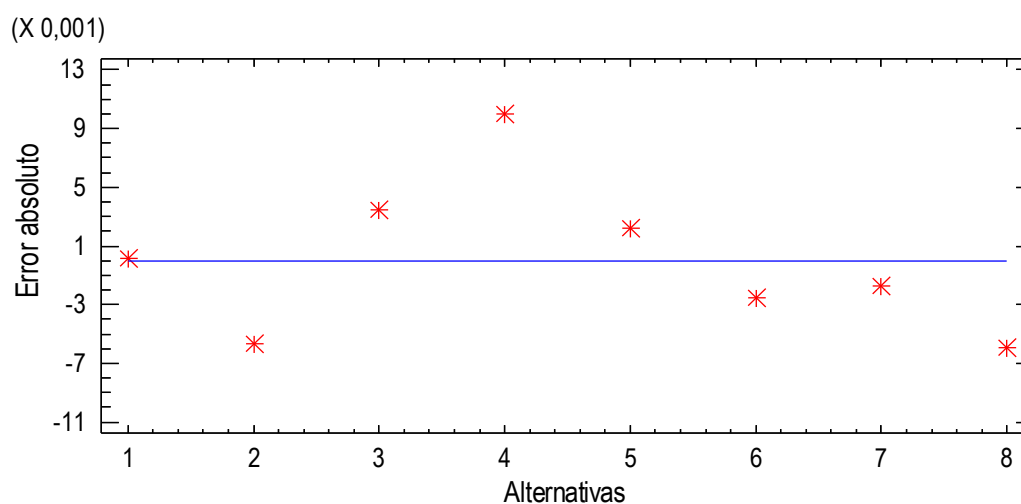
**Tabla 3.4.** Resultados de los modelos de correlación para la combinación S-F

Parámetros estadísticos	Intemperie S-F	Techo S-F
Tipo de modelo	Recíproco doble	Polinomio de grado 2
coeficiente de correlación ( $\rho$ )	0,7809	0,3500
$R^2$	80,9951	70,0000
valor de la probabilidad	0,0222	0,0493
Error medio absoluto	0,0040	0,0456

✓ Intemperie S-F

La ecuación 3.1 representa el modelo matemático que permite predecir el porcentaje de extracción de M.O en el AH para la condición de almacenamiento de intemperie, el cual es representativo para un 95 % de confianza, pues el valor de la probabilidad (0,0222) es menor que 0,05 y el error medio absoluto entre los valores experimentales y los calculados (0,0040) es menor que el 5 % (Ver Figura 3.22).

$$\% Ext MO (AH) = \frac{1}{0,020 + 0,019 / tiempo} \quad (3.1)$$



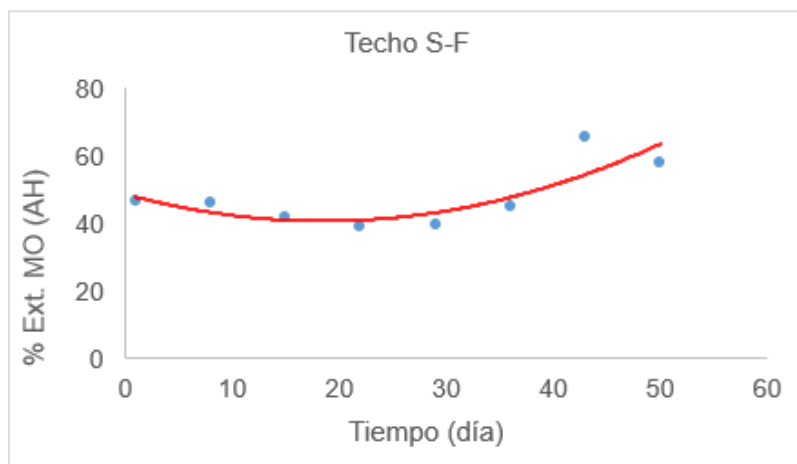
**Figura 3.22.** Representación del error absoluto entre el porcentaje de extracción de M.O en el AH experimental y la calculada por la ecuación 3.1.

✓ Techo F-F

La ecuación 3.2 muestra el modelo matemático que relaciona el porcentaje de extracción de materia orgánica en el ácido húmico con el tiempo para la condición de almacenamiento techada, el cual se representa en la figura 3.23.

$$\% \text{ Ext. MO (AH)} = 48,75 - 0,86 * \text{tiempo} + 0,02 * \text{tiempo}^2 \quad (3.2)$$

El mismo es representativo significativamente, pues presenta un coeficiente  $R^2$  igual a 70,00 % y un valor de probabilidad de 0,0493 (menor que 0,05).



**Figura 3.23.** Representación del polinomio que correlaciona el porcentaje de extracción de M.O en el AH con el tiempo de almacenamiento del estiércol.

Estos resultados permiten concluir que en el porcentaje de extracción de materia orgánica en el ácido húmico solo influye significativamente el tiempo de almacenamiento del estiércol de ganado vacuno, de ahí que se obtienen las correlaciones que permiten estimar el porcentaje de extracción de M.O con respecto a este parámetro. Estas correlaciones quedan definidas para cada condición de almacenamiento (techo e intemperie), siendo la combinación de operación de separación seleccionada la de sedimentación-filtración.

### 3.3.2. Valoración económica

En el análisis económico se debe señalar que la investigación se realiza a nivel de laboratorio, por lo que no se cuenta con los costos de producción (mano de obra, utilidades, mantenimiento, impuestos, seguros, reparaciones, etc.), entonces se

determina la factibilidad económica a partir del beneficio bruto, que se calcula mediante la ecuación 2.10.

Para calcular el beneficio bruto para cada alternativa, se necesitan los costos unitarios de la materia prima, de los materiales auxiliares y de los productos (AF y AH) mostrados en las tablas 3.5 y 3.6.

**Tabla 3.5.** Costos unitarios de la materia prima y los materiales auxiliares.

Materiales	Costo unitario		Fuente
	Unidad	Valor	
Estiércol	\$/t	13,80	Santiago (2017)
Hidróxido de sodio	\$/t	460,93	ELQUIM (2018)
Agua	\$/m <sup>3</sup>	1,55	INRH (2018)
Ácido sulfúrico	\$/t	150	UEB Rayonitro (2018)

**Tabla 3.6.** Precios unitarios de los productos

Productos	Precio unitario		Fuente
	Unidad	Valor	
Ácidos húmicos	\$/kg	11,55	Santiago (2017)
Ácidos fúlvicos	\$/kg	1,75	Quiminet (2015)

Es importante precisar que el estiércol no se comercializa por lo que solamente hay que tener en cuenta su precio de transportación, el cual es 13,80 \$/ton según Santiago (2017).

✓ Cálculo de los flujos de los productos (AH y AF)

Si se considera una demanda de 1 tonelada mensual de ácido húmico (Santiago, 2017), en dependencia del estimado del tiempo de producción ( $t_{prod}$ ) para cada alternativa, se determina los kg de AH por hora a partir de la ecuación 3.3.

$$\text{kg} \frac{\text{AH}}{\text{h}} = \frac{1 \text{ ton}}{\text{mes}} * \frac{1000 \text{ kg}}{1 \text{ ton}} * \frac{1 \text{ mes}}{30 \text{ días}} * \frac{1 \text{ día}}{24 \text{ h}} * t_{prod} \quad (3.3)$$

El tiempo de producción se determina por la siguiente expresión:

$$t_{prod} = t_{EB} + t_{EA} + t_{sep} \quad (3.4)$$

Donde:

$t_{prod}$ : tiempo de producción (h)

$t_{EB}$ : tiempo de extracción básica (10 h)

$t_{EA}$ : tiempo de extracción ácida (10 h)

$t_{sep}$ : tiempo de separación en el proceso completo (4h)

El flujo de AF producido se calcula por la ecuación 3.5

$$m(AF) = \frac{kg\ AH}{h} \times \left( \frac{g\ AF\ obtenido}{g\ AH\ obtenido} \right)_{lab} \quad (3.5)$$

El tiempo de producción calculado (24 h) se mantiene constante debido a que los valores del  $t_{EB}$ ,  $t_{EA}$  y  $t_{sep}$  son fijos según resultados obtenidos por Domínguez (2018) y por tanto el flujo de ácido húmico calculado es el mismo para todas las combinaciones de separación, igual a 33,33 kg/h.

- ✓ Cálculo de los consumos de materias primas y materiales auxiliares y de las cantidades de productos para alternativa

Debido a que no se conocen los pesos moleculares de cada uno de los componentes que forman parte en las etapas de extracción, se debe tomar la relación de reactivos-productos brindada por cada uno de los experimentos realizados (Ver Anexo 10).

Aplicando las ecuaciones 3.6, 3.7, 3.8, 3.9, 3.10 y 3.11 se puede conocer la cantidad de reactivos y materia prima necesarios para producir el ácido húmico en cada alternativa.

$$m(MP) = \frac{kg\ AH}{h} \times \left( \frac{g\ MP}{g\ AH\ obtenido} \right)_{lab} \quad (3.6)$$

Donde:

$m$  (MP): masa de materia prima necesaria para producir 33,33 kg/h de AH (kg/h)

g MP: es la cantidad de MP base seca utilizada en el laboratorio (g)

g AH obtenido: es la cantidad de ácido húmico obtenido en el laboratorio (g)

El cálculo de las cantidades de extractantes consumidas a nivel de laboratorio en cada alternativa se muestran en el (Anexo 10).

$$m(NaOH) = \frac{kg\ AH}{prod} * \left( \frac{EB\ consumido}{AH\ obtenido} \right)_{lab} * \frac{40\ g\ NaOH}{1000\ mL\ EB} \quad (3.7)$$

$$m(H_2SO_4) = \frac{kg\ AH}{prod} * \left( \frac{mL\ EA\ consumido}{g\ AH\ obtenido} \right)_{lab} * \frac{1,83\ g}{mL} \quad (3.8)$$

$$m(H_2O)EB = \frac{kg\ AH}{prod} \times \left( \frac{mL\ EB\ consumido}{g\ AH\ obtenido} \right)_{lab} \times \frac{0,995\ g}{mL} \quad (3.9)$$

$$m(H_2O)añad = \frac{kg\ AH}{prod} * \left( \frac{mL\ H_2Oañad}{g\ AH\ obtenido} \right)_{lab} * \frac{0,995\ g}{mL} \quad (3.10)$$

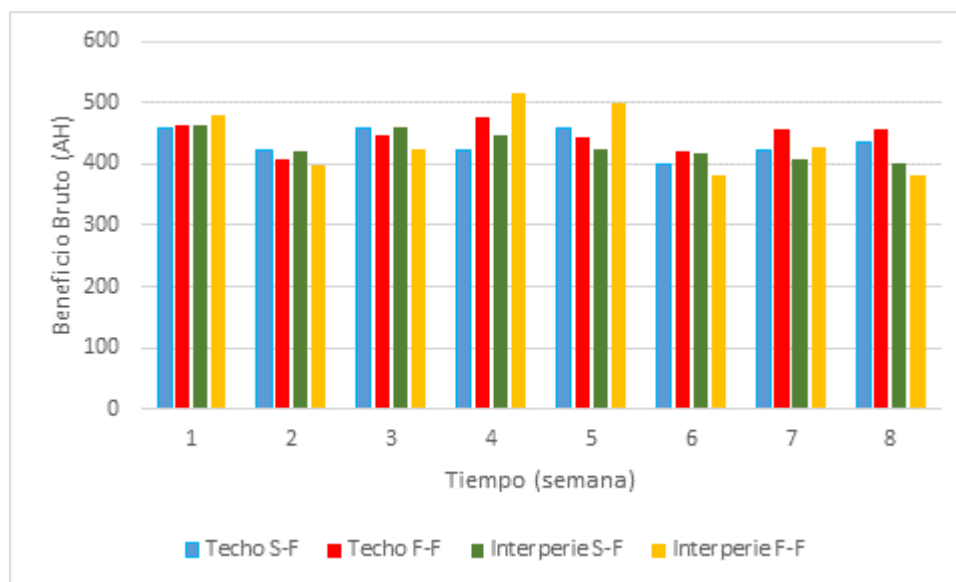
$$m(H_2O)EB = m(H_2O)EB + m(H_2O)añad \quad (3.11)$$

En el Anexo 11 se muestran los resultados de los consumos de materia prima y materiales auxiliares, así como los flujos de los productos (AH y AF) para cada alternativa.

✓ Cálculo del beneficio bruto

Para el cálculo del beneficio bruto se determinan los costos de los diferentes materiales utilizados en el proceso (materia prima y materiales auxiliares) y el valor de los dos productos (ácido húmico y ácido fúlvico). En el anexo 12 se muestran los resultados del beneficio bruto para cada alternativa.

La figura 3.24 muestra que no existen diferencias apreciables entre los beneficios brutos obtenidos para todas las alternativas. En las semanas 4 y 5 se obtienen los mayores valores, cuando el estiércol es almacenado a la intemperie y aplicando la combinación de filtración-filtración.



**Figura 3.24.** Resultados del beneficio bruto para las diferentes alternativas

Se debe señalar que, aunque la alternativa que se selecciona desde el punto de vista técnico (intemperie S-F) no arroja los mayores beneficios brutos, si es factible continuar su estudio, pues se observa una tendencia a aumentar el porcentaje de

extracción de materia orgánica en el AH, lo cual favorece que el efecto de este producto en las plantas y en el suelo sea más efectivo y duradero.

### **3.4. Conclusiones parciales**

Los resultados obtenidos permiten llegar a las siguientes conclusiones parciales:

1. En las semanas 3, 4, y 5 se alcanzan los máximos valores de contenido de materia orgánica en el estiércol y no influyen significativamente en las características de esta materia prima las condiciones de almacenamiento.
2. El tiempo de almacenamiento es la variable que mayor influencia ejerce en las características del producto final.
3. La combinación de operaciones de separación sedimentación-filtración favorece el aumento del porcentaje de extracción de materia orgánica en el ácido húmico.
4. Todas las alternativas estudiadas resultan factibles económicamente, según el beneficio bruto obtenido.

## Conclusiones

Los resultados obtenidos permiten llegar a las siguientes conclusiones:

1. El tiempo de almacenamiento es el único factor experimental que influye significativamente en el porcentaje de extracción de materia orgánica en el ácido húmico.
2. La materia prima alcanza su período de maduración en las semanas 3, 4 y 5, con porcentajes de materia orgánica iguales a 77,42 %, 78,18 % y 78,11 % respectivamente.
3. El contenido de materia orgánica del ácido húmico tiende a aumentar por encima de 60 % a partir de la semana 5, cuando la materia prima es almacenada a la intemperie.
4. La alternativa de extracción de ácido húmico más factible técnica y económicamente se obtiene a partir de los 28 días del tiempo de almacenamiento del estiércol a la intemperie, aplicando la operación de separación S-F, la cual aporta un beneficio bruto con tendencia creciente en el tiempo.

## **Recomendaciones**

Los resultados obtenidos permiten recomendar:

1. Estudiar otras alternativas de operaciones de separación en las que se incluya la sedimentación en ambas etapas del proceso.
2. Evaluar mayores tiempos de almacenamientos de la materia prima para la alternativa más factible técnicamente (S-F) que permita obtener un óptimo (máximo) de extracción de materia orgánica en el ácido húmico.



## Bibliografía

- Acosta, Y.; Zauahre, M.; Rodríguez, L.; Reyes, N.; Rojas, D. (2012). Indicadores de calidad bioquímica y estabilidad de la materia orgánica durante el proceso de compostaje de residuos orgánicos. *Multiciencias*, Vol 12, núm. 4, octubre-diciembre, pp. 390-399 Universidad del Zulia Punto Fijo, Venezuela.
- Aguilar, N.O.; Medici, L.O.; Olivares, F.L.; Dobbss, L.B.; Torres, A.; Silva, S.F.; Novotny, E.H.; Canellas, L.P.; (2015). Metabolic profile and antioxidant responses during drought stress recovery in sugarcane treated with humic acids and endophytic diazotrophic bacteria. *Ann Appl Biol* 168, pp. 203–213.
- Ahmed, O.; Husni, M.H.A.; Anuar, A.; Hanafi, M. (2002). Effect of residue management practices on yield and economic viability of malaysian pineapple production. *Journal of Sustainable Agricultura*, Vol 20, pp. 83-94.
- Aiken, G.R.; McKnight, D.M.; Wershaw, R.L.; MacCarthy P. (1985). *Humic substances in soil, sediment and water*, wiley. New York, Estados Unidos.
- Asing, J.; Wong, N.C.; Lau, S. (2009). Optimization of extraction method and characterization of humic acid derived from coals and composts. *Journal Tropical Agriculture and Fd. Sc.* Vol 37 no.2. ISSN: 211–223.
- Bettoni, M. et al., (2016). Nutritional quality and yield of onion as affected by different application methods and doses of humic substances. *Journal of food composition and analysis*, Vol 51, pp.37-44.
- Brown, G. G. (1965). *Operaciones básicas de la Ingeniería Química*. Ciudad de la Habana: Revolucionaria. pp. 242- 284.
- Cakmak, I. and Yazici, A.M. (2010). Magnesium: Forgotten element in Crop Production. *Better Crops* 94(2): 23-25.
- Calvo, P.; Nelson, L.; Kloepper, J.W. (2014). Agricultural uses of plant biostimulants. *Plant soil*, Vol 383, pp. 3–41.
- Camacho, G. (2013). *Ensayo de producción y caracterización de compost a partir de residuos de guacamole, poda y gallinaza*. Tesis Lic. Ciencias ambientales. Sevilla

- Canellas, L.P.; Olivares, F.L.; Aguiar, N.O.; Jones, D.L.; Nebbioso, A.; Mazzei, P.; Piccolo, A. (2015). Humic and fulvic acids as biostimulants in horticulture, *Sci. Hortic.* 196, pp. 15–27.
- Casaña, I. (2018). Diseño de una planta para la producción de ácido húmico a partir de estiércol de ganado vacuno. Tesis presentada en opción al título de ingeniero químico. Universidad de Matanzas “Camilo Cienfuegos”.
- Chang, R.R.; Mylotte, R.; Hayes, M.H.B.; McInerney, R.; Tzou, Y.M. (2014). Acomparision of the compositional differences between humic fractions isolated by the IHSS and exhaustive extraction procedures. Vol 101, pp. 197–209.
- Chen, J.; Gu, B.; Leboeuf, E. J.; Pan y Dai, S. (2002). Spectroscopic characterization of the structural and functional properties of natural organic matter fractions. *Chemosphere* Vol 48, pp. 59 - 68.
- Chin, Y.P.; Aiken, G. y O’Loughlin, E. (1994). Molecular weight, polydispersity, and spectroscopic preperities of aquatic humic substances. *Environmental Science and Technology*. Vol 28, pp. 1853 - 1858.
- Cifuentes, R.; De León, R. y Porres, C. (2011). Producción de abono orgánico a partir de cachaza y tallos de caña de azúcar recuperados de las carreteras. *Revista 23*. Universidad del Valle de Guatemala.
- Clapperton, M.J. (2003). Increasing soil biodiversity through Conservation Agriculture – Managing the soil as a habitat. *Proceedings II Congresso Mundial sobre Agricultura Conservacionista*. pp.136-145.
- Cooper, L. y Abi-Ghanem, R. (2017). El valor de las sustancias húmicas en el ciclo de vida del carbón de los cultivos: Ácidos húmicos, ácidos fúlvicos, y más. *AgroPages*.
- Cruz, L. y Jiménez, A.D. (2013). Extracción de ácidos fúlvicos a partir de carbón lignito, purificación y empleo se los mismos en mejora de absorción de vitamina B12. Universidad de ciencias aplicadas y ambientales (U.D.C.A). Bogotá.
- De Oliveira, L.K; De Almeida, C; Fernandes, L.; Friese, K.; Rosa, A. H. (2016). Interaction of arsenic species with tropical river aquatic humic substances enriched with aluminum and iron. *Environ Sci Pollut Res*, Vol 23, pp. 6205-6216.

- Domínguez, E. (2018). Optimización del proceso de separación y fraccionamiento de sustancias húmicas a partir de estiércol de ganado vacuno. Tesis presentada en opción al título de ingeniero químico. Universidad de Matanzas “Camilo Cienfuegos”.
- Drozd, J.; Weber. (1996). The role of humic substances in the ecosystem and in environmental protection. Proc. 8th Meeting of the. IHSS. Wroclaw.
- Frank, K.D. and Roeth, F.W. (1996). Using Soil Organic Matter to Help Make Fertilizer and Pesticide Recommendations. In: Soil Organic Matter: Analysis and Interpretation. Soil Science Society of America Special Publication Vol 46, pp. 33.
- Fuentes, M.; Baigorri, R.; González, G.; García, J. (2016). New methodology to assess the quantity and quality of humic substances in organic materials and commercial products for agricultura. J soils sediments.
- Galba, J.; Basílio, D.; Barros, L.; Rocha, A.; Pasqualoto, L. (2010). Humic substances isolated from residues of sugar cane industry as root growth promoter. Sci. Agric. (Piracicaba, Braz.), Vol 67, n.2, pp. 206-212.
- Gallardo, J. F. (2001). Mineralización y Humificación de la Matria Orgánica del Suelo. Consecuencias sobre la Contaminación. Consejo superior de Investigaciones Científicas, Apartado 257 Salamanca 37071. España.
- Gara, P.; Martínez, D. (2008). Extracción, caracterización de sustancias húmicas y su empleo en procesos fotoquímicos de interés ambiental. Universidad Nacinal de La Plata Facultad de Ciencias Exactas Departamento de Química.
- García, A.; Berbara, R.; Farías, L.; Izquierdo, F.; Hernández, O.; Campos, R.; Castro, R. (2014). Humic acids of vermicompost as an ecological pathway to increase resistance of rice seedlings to water stress. Afr. J. Biotechnol. 11 (13). pp. 3125–3134.
- García, C. (1990). Estudio del compostaje de residuos orgánicos. Valoración agrícola. Tesis Doctoral. Facultad de Ciencias. Universidad de Murcia.
- García, M. y Gómez, J. (2012). Manejo de la materia orgánica en el Pacífico. Servicio Nacional de Aprendizaje, Tropenbos Internacional Colombia, NUFFIC – NPT. Bogotá, pp. 37.

- Gatón, J. J. (2002). Estudio de la estabilidad durante el compostaje de residuos municipales. Tesis en opción al título de doctor. Universidad de Córdoba Facultad de Ciencias Departamento de Química Inorgánica e Ingeniería Química.
- Geankoplis, C. (1998). Proceso de separación físicos-mecánicos. En su: Procesos de Transporte y Operaciones Unitarias. México: Compañía Editorial Continental. 3ra ed. pp. 884-939.
- Gong, M.; Nanda, S.; Romero, M.J.; Zhu, W.; Kozinski, J.A. (2017). Subcritical and supercritical water gasification of humic acid as a model compound of humic substances in sewage sludge. *Journal of Supercritical Fluids* 119, pp. 130–138.
- Guo, X.; Junhao, H.; Yanyu, L.; Guangchun, S.; 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*. Vol 219, pp169–174.
- Hautala, K.; Peuravuori, J. y Pihlaja, K. (2000). Measurement of aquatic humus content by spectroscopic analyses. *Water Research*, Vol 34, pp. 246 - 258.
- Hayes, M.H.B. (1998). Humic Substances: Progress Towards More Realistic Concepts of Structures. In: G. Davies and E.A. Ghabbour (eds.), *Humic Substances: Structures, Properties and Uses*. Royal Society of Chemistry, Cambridge, UK. pp. 1-25.
- Hernández, A. (2011). Ácidos húmicos y fúlvicos en la producción hidropónica de Chile Manzano (*Capsicum pubescens* R y P) en invernadero.
- Hernández, J.; Borbozón, M.; Perdomo, C. (2010). Manejo de la fertilidad en producciones extensivas. Disponible en <http://www.fagro.edu.uy>.
- Hutta, M.; Góra, R.; Halko, R.; Chalányová, M. (2011). Some theoretical and practical aspects in the separation of humic substances by combined liquid chromatography methods. *Journal of chromatography A*, Vol. 1218, pp. 8946- 8957.
- IHSS (INTERNATIONAL HUMIC SUBSTANCES SOCIETY), (2008). From Molecular Understanding to Innovative Applications of Humic

- Substances. In: 14th International Meeting. September 14-19, Russia, Vol 1, pp. 43-47.
- Islam, K.M.S.; Schuhmacher, A.; Gropp, J.M. (2005). Humic Acid Substances in Animal Agriculture. *Pakistan Journal of Nutrition* 4 (3), pp. 126-134.
  - Juma, N.G. (1998). *The pedosphere and its dynamics: a systems approach to soil science. Volume 1.* Quality Color Press Inc. Edmonton, Canada. pp. 315.
  - Karanfil, T.; Schlautman, M. A.; Kilduff, J. E.; Weber, W. J. (1996). Adsorption of organic macromolecules by granular activated carbon. Influence of dissolved oxygen. *Environmental Science and Technology*, Vol 30, pp. 2195 - 2201.
  - Kasatkin, A.G. (1981). *Operaciones básicas y aparatos en la tecnología química. Tomo I.* Ediciones Cubanas para la Editorial Pueblo y Educación. pp. 729.
  - Kramer, P. (2010). *Relaciones hídricas de suelos y plantas.* México. Centro Regional de Ayuda Técnica. pp. 538.
  - Kulikowska, D.; Mariusz, Z.; Bułkowska, K.; Kierklo, K. (2015). Humic substances from sewage sludge compost as washing agent effectively remove Cu and Cd from soil. *Chemosphere*, Vol 136, pp. 42–49.
  - López, R.; González, G.; Vázquez, R.E.; Olivares, E.; Vidales, J.A.; Carranza de la Rosa, R. y Ortega, M. (2014). Humic and fulvic acid extraction method and characterization by infrared spectrophotometry. *Revista Mexicana de Ciencias Agrícolas Pub. Esp. No. 8*, pp. 1397-1407.
  - Lukyanov, N.V.; Syroezhko, A.M.; Slavoshevskaya, N.V.; Strakhov, V.M.; Potekhin, V.M.; Itskovich, V.A. (2016). Extraction of Humic Acids from Kansk-Achinsk Lignite. *Coke and Chemistry*, Vol 59, No. 2, pp. 48–53.
  - Ma, H.; Allen, H. E. y Yin, Y. (2001). Characterization of isolated fractions of dissolved organic matter from natural waters and a wastewater effluent. *Water Research*. ISBN 35, pp. 985 - 996.
  - MacCarthy, P. (2001). The principles of humic substances: An introduction to the first principle. En: *Humic substances. Structures, models and functions.* Editado por E. A. Ghabbour y G. Davies. The Royal Society of Chemistry, Gateshead, UK. pp. 19-30.

- Maguire, R. H; Foy, J.S; Bailey, J. T; y Sims R. O. (2011). Estimation of the phosphorus sorption capacity of acidic soils in Ireland, *Europ. J. Soil Sci.* 52:479-487.
- Manual de Técnicas de Análisis Químicos para el Humus de Lombriz (2004).
- Mc Cabe, W y Smith, J. (1998). Operaciones Unitarias en Ingeniería Química. Madrid: Mc Graw Hill. 4ta ed. pp. 987- 1059.
- Medina, D. (2018). Diseño de las etapas de separación y fraccionamiento de sustancias húmicas obtenidas a partir de cachaza y estiércol de ganado vacuno. Tesis presentada en opción al título de ingeniero químico. Universidad de Matanzas “Camilo Cienfuegos”.
- Melo, L. (2006). Análisis y caracterización de ácidos fúlvicos y su interacción con algunos metales pesados. Trabajo de investigación en opción al título de Licenciada en Química. Instituto de Ciencias Básicas y Economía UAEH.
- Mestre, C. (2017). Agronutrientes para combatir los déficits de materia orgánica y los problemas de salinidad en los suelos.
- Montoneri, E.; Savarino, P.; Bottigliengo, S.; Musso, G.; Vittorio, B. (2008). Humic acid-like matter isolated from green urban wastes. Part II: performance in chemical and environmental technologies. *Bioresources*, Vol 3, No. 1, pp. 217-233.
- Morales, M. J. (2003). Efecto de la aplicación de sustancias húmicas en el cultivo de liliom (liliom híbrido asiático). Tesis de licenciatura. Departamento de Fitotecnia. Universidad Autónoma Chapingo, México. pp. 107.
- Muller-Wegener, U. (1988). Interaction of Humic Substances with Biota, In *Humic Substances and Their Role in the Environment*, F.H. Frimmel and R.F. Christaman, (eds.). Interscience Publication, John Wiley & Sons pp. 179-192.
- Mylotte, R.; Verheyen, V.; Reynolds, A.; Dalton, C.; Patti, A.F.; Chang, R.R. (2015). Isolation and characterisation of recalcitrant organic components from an estuarine sediment core. *J. Soils Sediments* 15, pp. 211–224.

- Nardi, S.; Condheri, G. and Dell’Agnola, G. (1996). Biological Activity of Humus. In: Humic Substances in Terrestrial Ecosystems, Edited by A. Piccolo. pp. 361-406.
- Normas ISO 5667-1:2006 “Water quality - Sampling - Part 1: Guidance on the design of sampling programmes and sampling techniques”.
- Padilla, (2003). Nuevos Cultivos Florícolas de Verano. III Edición. Editorial Sudamericana. Bogotá – Colombia. pp. 103-105.
- Pedroso, I. (2007). Propuesta de una tecnología de extracción de ácidos húmicos, para su uso como biofertilizantes. Matanzas. Tesis presentada en opción al título de máster en contaminación ambiental. Universidad de Matanzas.
- Pedroso, I. y Domínguez, F. J. (2006). Ácidos Húmicos. Formas de extracción y usos. Universidad de Matanzas.
- Pérez, C. (2009). Propuesta preliminar de una metodología de extracción de ácido húmico. Tesis en opción al título de Ingeniero Químico. Universidad de Matanzas.
- Pérez, Dr. C.; Paneque, M. (1998). Abonos orgánicos conceptos prácticos para su evaluación y aplicación. La Habana: Departamento de Biofertilizantes y Nutrición de las Plantas.
- Pérez, M. (2005). Importancia de la materia orgánica en la agricultura ecológica. In agricultura ecológica.
- Perry, R.H; et al., (1999). Chemical Engineers Handbook. Section 2. Physical and Chemical Data. New York. The Mc Graw-Hill Companies, Inc. 7 th Edition. pp. 212-374.
- Ramos, R. (2000). Aplicación de sustancias húmicas comerciales como productos de acción bioestimulantes. Efectos frente al estrés salino. Tesis de Doctorado. Facultad de Ciencias. Universidad de Alicante. España.
- Ranganathan, L.S. (2006). Vermibiotechnology: From soil health to human health. Agrobios: Jodhpur, India.
- Raposo, J.C.; Villanueva, U.; Olivares, M.; Madariaga, J.M. (2016). Determination of humic substances in sediments by focused ultrasound extraction and ultraviolet visible spectroscopy. Microchemical Journal 128. pp. 26–33.

- Ribeiro, J.S.; Ok, S.S.; Garrigues, S.; De la Guardia, M. (2001). Tentative characterization of humic acids extracted from organic materials. *Spectroscopy Letters*, 34(2). pp. 179-190.
- Richardson's, J.F. (2002). *Chemical Engineering. Particle Technology and Separation Processes*. University of Wales Swansea. Oxford: Butterworth-Heinemann. Volume 2. Fifth edition. pp. 1-502. ISBN 0 7506 4445 1.
- Rosabal, J. (2006). *Hidrodinámica y Separaciones Mecánicas*. Ministerio de Educación Superior tomo II. La Habana: ENPES. pp. 152- 239.
- Russo, R.O. and Berlyn, G.P. (1990). The Use of Organic Biostimulants to Help Low Input Sustainable Agriculture. *Journal of Sustainable Agriculture*. Vol 1, pp.19-42.
- Sachs, P. (2005). Humus: still a mystery?. Disponible en Internet en: [http://www.humintech.com/001/articles/article\\_humus\\_still\\_a\\_mystery.html](http://www.humintech.com/001/articles/article_humus_still_a_mystery.html).
- Saito, B and Seckler, M. M. (2014). Alkaline extraction of humic substances from peat applied to organic-mineral fertilizer production. *Brazilian Journal of Chemical Engineering*. Vol 31, No. 03, pp. 675 – 682.
- Saltillo, P. (2013). Centro de Investigación en Química aplicada uso en la agricultura de sustancias húmicas.
- Samaniego, A. M. (2013). Curso on line. Uso de los ácidos húmicos y fúlvicos en la nutrición vegetal. México.
- Sanabria H. (2008). El calcio: gran influencia en el aprovechamiento de otros nutrientes.
- Santiago, E. (2017). Optimización del proceso de extracción de sustancias húmicas a partir de estiércol de ganado vacuno. Tesis en opción al título de Ingeniero Químico. Universidad de Matanzas, Sede Camilo Cienfuegos.
- Scaglia, B.; Baglieri, A.; Tambone, F.; Gennari, M.; Adani, F. (2016b). Investigating organic molecules responsible of auxi-like activity of humic acid fraction extracted from vermicompost. *Science of the Total Environment* 562. pp. 289–295.
- Scaglia, B.; Baglieri, A.; Tambone, F.; Gennari, M.; Adani, F. (2016a). Chlorpyrifos-methyl solubilisation by humic acids used as bio-surfactants



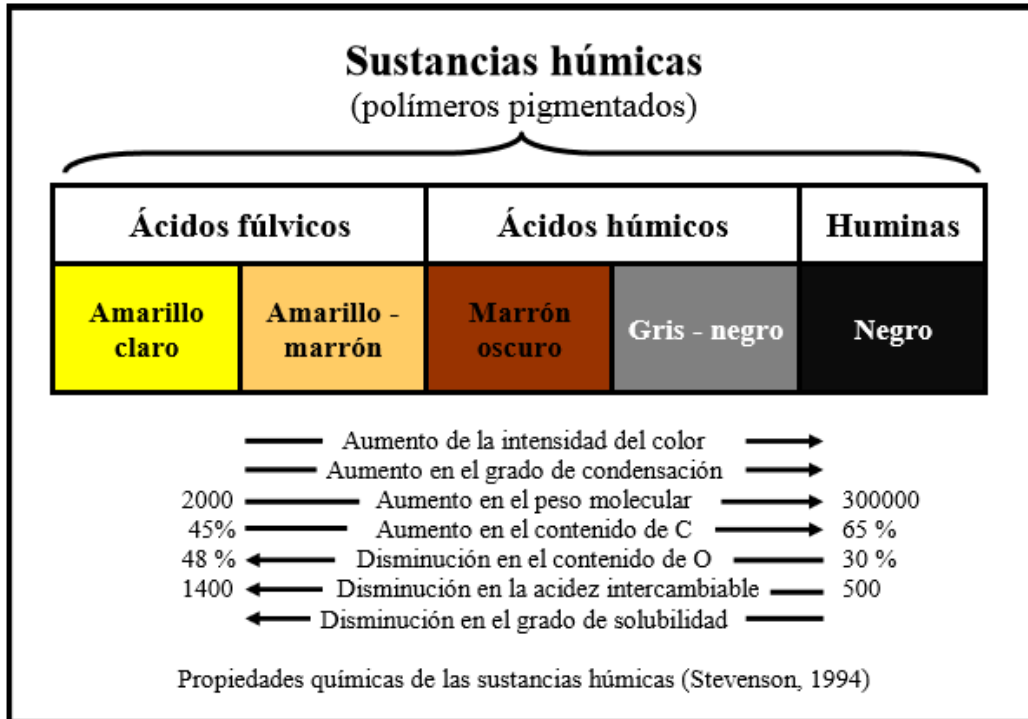
- extracted from lignocelluloses and kitchen wastes. *Chemosphere* 159, pp. 208- 213.
- Schnitzer, M. (1986). Binding of Humic Substances by Soil Mineral Colloids. In P.M. Huang and M. Schnitzer (eds.), *Interactions of Soil Minerals with Natural Organics and Microbes*. Soil Science Society of America, Special Publication No. 17, Madison. pp. 77-101.
  - Singh, B. K.; Gonzales, C. R.; Arrieta, H.; Araya, C. (1997). Ácidos húmicos en la agricultura: ECO HUM-DX. Guácimo, Costa Rica, EARTH. pp.62.
  - Singh, J.S. y Gupta, S.A. (1977). Plantdecom- position and soil respiration in terrestrial eco- svsterns. *The botanical review* 43 (1): pp. 449- 528.
  - Song, G.; Novotny, E.H.; Simpson, A.J.; Clapp, C.E.; Hayes, M.H.B. (2008). Sequential exhaustive extraction of a Mollisol soil and characterizations of humic components, including humin, by solid and solution state NMR. *Eur. J. Soil Sci.* 59, pp. 505–516.
  - Steinberg, C.E.W. (2003). *Ecology of Humic Substances in Freshwaters*. Springer, New York.
  - Stevenson, F. (1994). *Humus Chemistry: Genesis, Composition, Reactions*, 2a ed. John Wiley & Sons, New York, U. S. A. pp. 495.
  - Stevenson, F. J. (1982). *Humus Chemistry, Genesis, composition, Reaction*. John Wiley and Sons, New York. pp. 443.
  - Susic, M. (2016). Replenishing humic acids in agricultural soils. *Agronomy*, Vol 6, pp.45.
  - Swift, R. S. (1991). Effects of humic substances and polysaccharides on soil aggregation. In: *Advances in Soil organic matter research: the impact on agriculture and the environment*. (Wilson, W.S, editor). The Royal Society of Chemistry. Thomas Graham House, Cambridge. pp. 153-162.
  - Tadini, A.M.; Nicolodelli, G.; Mounier, S.; Montes, C.R.; Milori, D. (2015). The importance of humin in soil characterisation: a study on Amazonian soils using differentfluorescence techniques. *Sci. Total, Environ.* 537, pp. 152–158.
  - Tan, K.H. (2003). *Humic Matter in Soil and the Environment*. Marcel Dekker, New York.

- Thurman, E. M. (1985). Organic geochemistry of natural waters. Editado por M. Nijhoff. Dr W.Junk Publishers, Dordrecht, Holanda. pp.516.
- Tlatempa, M. L. (2001). Efecto de nitrógeno (N-NO<sub>3</sub><sup>-</sup>: urea) y ácidos húmicos sobre tomate de cascara (*physalis ixocarpa* Brot) en hidroponía Tesis de licenciatura Departamento de suelos. Uach. Chapingo, México. pp.74.
- Tortosa, G. (2011). Elaboración a escala pre-industrial de enmiendas y abonos orgánicos sólidos y líquidos mediante co-compostaje de orujo de oliva de dos fases o “Alperujo”. Tesis en opción al título de Doctor en Ciencias. Universidad de Murcia.
- Tsuda, K.; Kida, M.; Aso, S.; Kato, T.; Fujitake, N.; Maruo, M.; Hayakawa, K.; Hirota, M. (2016). Determination of aquatic humic substances in Japanese lakes and wetlands by the carbon concentration-based resin isolation technique. *Limnology*, Vol 17, pp.1–6.
- Turruella, E.; Ramírez, M.; Martínez, F. y Companioni, N. (2002). Manual de Abonos Orgánicos para la Agricultura Urbana en Cuba. La Habana: s.n.
- Valero, N.; Gómez, L.; Pantoja, M.; Ramírez, R. (2014). Production of humic substances through coal-solubilizing bacteria. *Brazilian Journal of Microbiology* 45(3), pp. 911-918.
- Vázquez, S. y Morales, L. (2009). Adsorción de fósforo por suelos ácidos de Misiones (Argentina). *Ciencia del Suelo* 18(2):89-94.
- Wang, H.; Wang, Y.; Li, X.; Sun, S.; Wu, H.; 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, pp. 271–279.
- Weil, M. (1996). Los Compuestos Húmicos; Material de curso de Procesos Químicos Orgánicos y Bioquímicos. Guácimo, Costa Rica, EARTH. s.p.v
- Weng, Y.H.; Wang, Y.C.; Tsai, Y.T.; Chuang, C.J.; Huang, C.P.; Li, K.C. (2012). Effect of hydrophobicity of humic substances on electro-ultrafiltration. *Desalination* 284. pp. 128–134
- Yang, Z.; Mengchan, D.; Jie, J. (2016). Reducing capacities and redox potentials of humic substances extracted from sewage sludge. *Chemosphere*, Vol 144. pp 902-908.

- Zavarzina, A.G.; Demin, V.V.; Nifant'eva, T.I.; Shkinev, V.M.; Danilova, T.V.; Spivakov, B.Y. (2002). Extraction of humic acids and their fractions in poly (ethylene glycol)-based aqueous biphasic systems. *Analytica Chimica Acta* 452, pp. 95–103

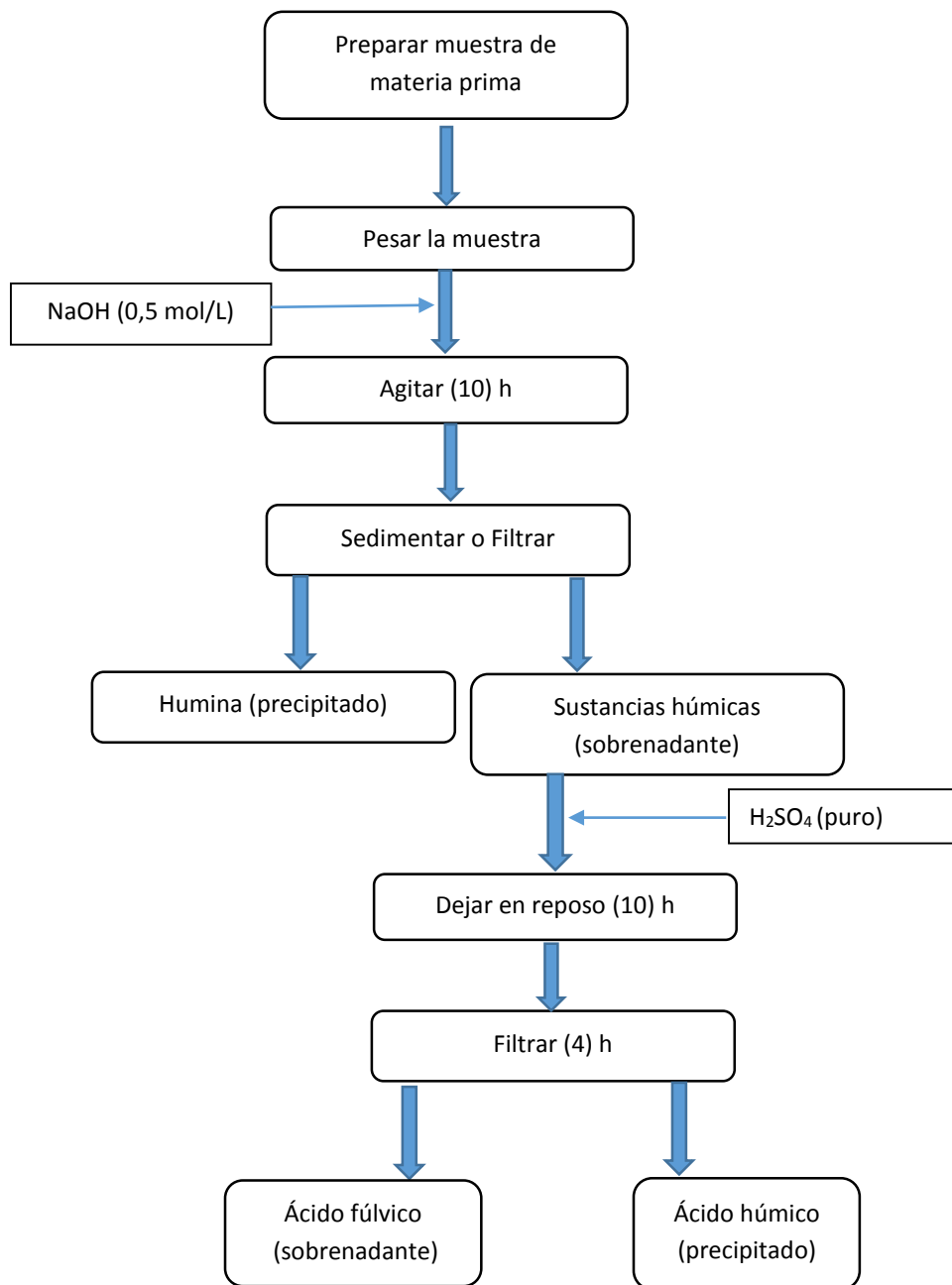
## Anexos

### Anexo 1. Propiedades fisicoquímicas de las sustancias húmicas.



Fuente (Bettoni *et al.*, 2016).

## Anexo 2. Metodología de extracción y fraccionamiento de sustancias húmicas



**Anexo 3.** Diseño experimental para el estudio de la materia prima (estiércol de ganado vacuno)

Experimento	Tiempo (Semana)	Condiciones de almacenamiento del estiércol
1	1	techo
2	1	intemperie
3	2	techo
4	2	intemperie
5	3	techo
6	3	intemperie
7	4	techo
8	4	intemperie
9	5	techo
10	5	intemperie
11	6	techo
12	6	intemperie
13	7	techo
14	7	intemperie
15	8	techo
16	8	intemperie

**Anexo 4.** Diseño experimental para el estudio del producto final (ácido húmico)

<b>Experimento</b>	<b>Tiempo (Semana)</b>	<b>Condiciones de almacenamiento del estiércol</b>	<b>Combinación de las operaciones de extracción</b>
1	1	techado	S-F
2	1	techado	F-F
3	1	intemperie	S-F
4	1	intemperie	F-F
5	2	techado	S-F
6	2	techado	F-F
7	2	intemperie	S-F
8	2	intemperie	F-F
9	3	techado	S-F
10	3	techado	F-F
11	3	intemperie	S-F
12	3	intemperie	F-F
13	4	techado	S-F
14	4	techado	F-F
15	4	intemperie	S-F
16	4	intemperie	F-F
17	5	techado	S-F
18	5	techado	F-F
19	5	intemperie	S-F
20	5	intemperie	F-F
21	6	techado	S-F
22	6	techado	F-F
23	6	intemperie	S-F
24	6	intemperie	F-F
25	7	techado	S-F
26	7	techado	F-F
27	7	intemperie	S-F
28	7	intemperie	F-F
29	8	techado	S-F
30	8	techado	F-F
31	8	intemperie	S-F
32	8	intemperie	F-F

Leyenda: S-F(Sedimentación-Filtración)  
F-F(Filtración-Filtración)

**Anexo 5.** Resultados de la caracterización del estiércol de ganado vacuno

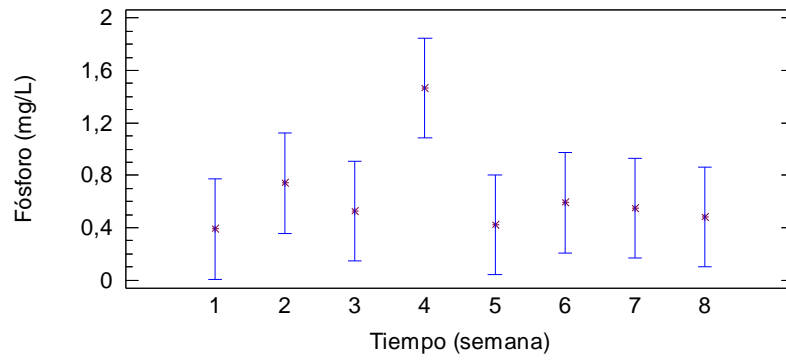
Tiempo (semana)	Condiciones de almacenamiento	Humedad(%)	Ceniza(%)	MO(%)	P(mg/L)	K(mg/L)	Na(mg/L)	Ca	Mg	Conductividad
1	Techo	66	22,64	77,36	0,79	1,94	0,52	2,94	1,47	0,33
	Intemperie	20,45	24,07	75,93	0,91	1,87	0,38	2,016	1,19	1,06
2	Techo	70,05	29,87	70,15	1,35	2,16	0,56	3,34	1,34	0,51
	Intemperie	51,89	22,79	77,20	1,01	2,55	0,54	1,66	1,87	0,79
3	Techo	27,33	21,68	78,32	0,84	1,09	0,46	1,66	0,69	0,78
	Intemperie	17,02	23,49	76,51	0,66	1,16	0,27	2,06	1,03	1,05
4	Techo	14,19	22,58	77,41	0,02	1,14	0,38	2,93	1,23	1,08
	Intemperie	17,34	21,06	78,95	0,19	1,17	0,35	3,87	1,51	1,33
5	Techo	13,73	19,37	80,63	0,07	1,45	0,24	2,44	0,58	0,99
	Intemperie	21,87	24,40	75,59	0,10	1,57	0,56	2,43	0,70	0,73
6	Techo	17,49	25,71	74,29	0,95	2,95	0,32	3,87	0,79	0,94
	Intemperie	66,96	30,24	69,76	0,20	3,26	1,01	3,33	2,88	0,49
7	Techo	15	22,79	72,5	0,72	0,67	0,30	2,60	0,83	0,69
	Intemperie	64,87	17,01	73,0	0,14	0,77	0,22	3,99	0,43	0,31
8	Techo	14,59	22,79	77,21	0,71	1,86	0,47	3,28	0,82	0,86
	Intemperie	72,99	31,49	68,51	1,74	2,01	0,69	3,70	3,15	0,32
Media		35,74	24,79	75,21	0,65	1,73	0,45	2,88	1,28	0,77
Desviación estándar		24,37	3,52	3,52	0,50	0,75	0,20	0,79	0,78	0,31
Coeficiente de variación (%)		68,20	14,21	4,63	76,82	43,33	43,91	27,34	60,83	40,15



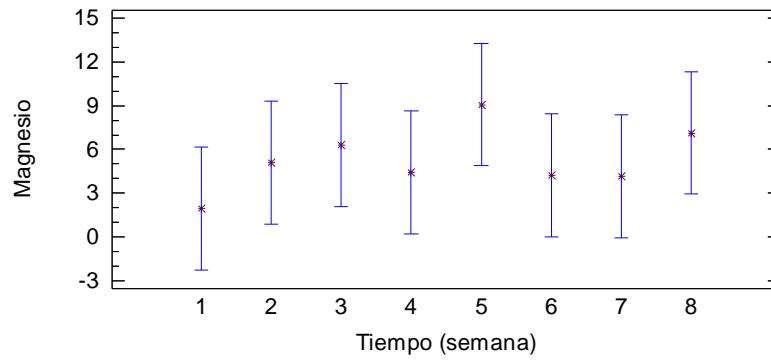
## Anexo 6. Resultados de la caracterización del ácido húmico

Semana	Condiciones de Almacenamiento	Combinaciones	H(%)	C(%)	MO(%)	P(mg/L)	K(mg/L)	Na (mg/L)	Ca	Mg
1	Techo	S-F	87,96	35,31	64,68	0,49	1,21	8,38	2,49	2,90
		F-F	75,25	49,33	50,67	0,24	0,66	4,22	5,25	1,41
	Intemperie	S-F	89,02	58,46	41,53	0,68	1,58	9,82	10,92	2,73
		F-F	66,33	59,39	40,60	0,13	0,60	3,20	6,53	0,74
2	Techo	S-F	84,60	57,00	43,00	0,82	1,80	8,95	5,021	3,25
		F-F	89,43	36,68	63,31	0,76	1,22	4,35	17,9	6,62
	Intemperie	S-F	84,50	48,00	52,00	0,78	2,03	9,95	15,23	4,52
		F-F	89,87	41,15	58,84	0,59	2,46	10,82	3,95	5,92
3	Techo	S-F	89,68	37,73	62,27	0,29	1,16	10,61	7,51	5,32
		F-F	90,69	42,99	57,00	0,81	1,57	12,91	22,55	5,90
	Intemperie	S-F	89,67	33,42	66,58	0,34	0,53	8,06	11,61	3,38
		F-F	92,48	48,51	51,49	0,66	1,15	11,28	7,98	10,60
4	Techo	S-F	90,29	39,72	60,27	1,49	1,24	10,40	21,63	4,63
		F-F	90,76	38,32	61,68	1,13	1,21	10,75	17,31	3,24
	Intemperie	S-F	91,95	40,79	59,20	1,12	1,18	12,34	16,14	3,10
		F-F	91,69	42,10	57,89	2,11	0,85	12,16	16,85	6,62
5	Techo	S-F	90,31	39,95	60,04	0,83	1,75	10,52	7,22	18,00
		F-F	90,49	38,82	61,17	0,16	1,35	10,97	15,76	4,20
	Intemperie	S-F	89,84	36,49	63,51	0,49	1,39	9,94	13,78	4,43
		F-F	90,12	39,81	60,19	0,20	1,13	10,73	15,17	9,61
6	Techo	S-F	90,97	41,74	58,25	0,89	1,33	11,93	11,07	2,76
		F-F	91,24	40,43	59,56	0,51	1,27	11,52	4,56	3,42
	Intemperie	S-F	88,48	32,98	67,02	0,80	1,55	10,96	11,85	7,52
		F-F	87,57	39,28	60,71	0,16	1,47	8,95	7,24	3,21
7	Techo	S-F	88,25	35,71	64,28	1,23	1,02	8,74	7,66	3,83
		F-F	91,84	45,65	54,35	0,24	1,26	5,49	19,60	5,51
	Intemperie	S-F	87,11	29,47	70,53	0,16	0,86	8,09	7,76	3,88
		F-F	89,43	35,11	64,88	0,57	1,05	9,39	7,57	3,31
8	Techo	S-F	86,80	30,86	69,14	0,15	0,71	6,78	6,81	3,78
		F-F	89,06	34,23	65,76	0,73	0,79	7,89	9,14	3,65
	Intemperie	S-F	86,43	27,71	72,28	0,90	1,26	10,25	12,58	18,5
		F-F	86,34	28,51	71,48	0,14	0,75	6,91	5,85	2,56
Media			88,08	40,18	59,81	0,64	1,23	9,29	11,02	5,29
Desviación estándar			5,08	7,99	7,99	0,44	0,42	2,44	5,45	4,00
Coeficiente de variación (%)			5,77469	19,88	13,35	69,45	34,15	26,29	49,48	75,69

**Anexo 7.** Comportamiento del contenido de fósforo en el ácido húmico respecto al tiempo



**Anexo 8:** Comportamiento del contenido de magnesio en el ácido húmico respecto al tiempo



**Anexo 9:** Rendimiento del porcentaje de extracción de materia orgánica del ácido húmico

Tiempo (semana)	Condiciones Almacenamiento	Combinaciones	% Extracción (MO)
1	Techo	S-F	46,50
		F-F	80,10
	Intemperie	S-F	25,01
		F-F	85,99
2	Techo	S-F	46,40
		F-F	57,83
	Intemperie	S-F	58,20
		F-F	50,67
3	Techo	S-F	42,01
		F-F	22,40
	Intemperie	S-F	39,82
		F-F	31,02
4	Techo	S-F	39,19
		F-F	37,92
	Intemperie	S-F	31,96
		F-F	27,32
5	Techo	S-F	39,82
		F-F	43,27
	Intemperie	S-F	43,04
		F-F	33,99
6	Techo	S-F	45,01
		F-F	47,56
	Intemperie	S-F	54,31
		F-F	74,10
7	Techo	S-F	65,44
		F-F	26,39
	Intemperie	S-F	52,24
		F-F	44,57
8	Techo	S-F	58,33
		F-F	45,61
	Intemperie	S-F	67,30
		F-F	64,19

## Anexo 10: Resultados experimentales

Tiempo (semana)	Condiciones Almacenamiento	Combinaciones	mL (NaOH)	mL (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )	H <sub>2</sub> O (EB) mL	H <sub>2</sub> O (MP) mL	H <sub>2</sub> O (adic) mL
1	Techo	S-F	200,00	4,80	200	38,82	161,18
		F-F	200,00	4,50	200	38,82	161,18
	Intemperie	S-F	200,00	5,00	200	5,14	194,86
		F-F	200,00	5,30	200	5,14	194,86
2	Techo	S-F	200,00	5,00	200	46,78	153,22
		F-F	200,00	4,20	200	46,78	153,22
	Intemperie	S-F	200,00	4,10	200	21,57	178,43
		F-F	200,00	4,00	200	21,57	178,43
3	Techo	S-F	200,00	5,00	200	7,52	192,48
		F-F	200,00	4,40	200	7,52	192,48
	Intemperie	S-F	200,00	4,00	200	4,10	195,90
		F-F	200,00	5,20	200	4,10	195,90
4	Techo	S-F	200,00	5,20	200	3,31	196,69
		F-F	200,00	5,50	200	3,31	196,69
	Intemperie	S-F	200,00	4,30	200	4,20	195,80
		F-F	200,00	5,50	200	4,20	195,80
5	Techo	S-F	200,00	3,90	200	3,18	196,82
		F-F	200,00	5,40	200	3,18	196,82
	Intemperie	S-F	200,00	5,10	200	5,60	194,40
		F-F	200,00	5,30	200	5,60	194,40
6	Techo	S-F	200,00	4,30	200	4,24	195,76
		F-F	200,00	4,00	200	4,24	195,76
	Intemperie	S-F	200,00	4,00	200	40,53	159,47
		F-F	200,00	2,30	200	40,53	159,47
7	Techo	S-F	200,00	4,50	200	3,53	196,47
		F-F	200,00	4,00	200	3,53	196,47
	Intemperie	S-F	200,00	3,00	200	36,93	163,07
		F-F	200,00	5,00	200	36,93	163,07
8	Techo	S-F	200,00	3,50	200	3,42	196,58
		F-F	200,00	5,00	200	3,42	196,58
	Intemperie	S-F	200,00	3,40	200	54,04	145,96
		F-F	200,00	3,00	200	54,04	145,96

**Anexo 11:** Resultados de los consumos de materias primas y materiales auxiliares y flujos de los productos, para 1 tonelada de AH mensual

Semana	Condiciones Almacenamiento	Combinaciones	kg (AH)	kg (AF)	kg (MP)	kg (NaOH)	kg (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )	kg (H <sub>2</sub> O <sub>EB</sub> )	kg (H <sub>2</sub> O <sub>adic</sub> )	Kg (H <sub>2</sub> O <sub>Total</sub> )
1	Techo	S-F	33,33	43,98	21,22	2,89	3,17	596,32	480,56	1076,89
		F-F	33,33	41,43	18,02	2,45	2,52	271,22	218,57	489,79
	Intemperie	S-F	33,33	47,64	10,06	3,20	3,66	725,17	706,53	1431,70
		F-F	33,33	56,35	8,77	2,79	3,39	206,25	200,95	407,19
2	Techo	S-F	33,33	23,12	22,64	2,71	3,10	438,14	335,66	773,81
		F-F	33,33	14,74	18,36	2,20	2,11	517,59	396,53	914,12
	Intemperie	S-F	33,33	22,16	12,43	2,39	2,24	383,78	342,39	726,17
		F-F	33,33	9,56	10,55	2,03	1,86	498,88	445,07	943,95
3	Techo	S-F	33,33	44,17	8,96	2,60	2,98	627,64	604,03	1231,67
		F-F	33,33	39,48	13,88	4,03	4,06	1077,80	1037,26	2115,06
	Intemperie	S-F	33,33	45,54	9,07	3,01	2,75	724,69	709,83	1434,52
		F-F	33,33	24,79	6,55	2,17	2,59	719,42	704,66	1424,08
4	Techo	S-F	33,33	24,16	7,49	2,57	3,06	658,89	648,00	1306,89
		F-F	33,33	53,95	7,54	2,59	3,26	696,73	685,21	1381,95
	Intemperie	S-F	33,33	37,71	7,62	2,52	2,48	778,05	761,72	1539,77
		F-F	33,33	77,14	8,99	2,97	3,74	890,32	871,64	1761,96
5	Techo	S-F	33,33	44,04	7,00	2,42	2,15	620,22	610,35	1230,57
		F-F	33,33	35,41	6,44	2,22	2,75	581,39	572,13	1153,52
	Intemperie	S-F	33,33	25,17	8,46	2,64	3,08	647,24	629,12	1276,36
		F-F	33,33	67,14	9,87	3,09	3,74	776,77	755,02	1531,79
6	Techo	S-F	33,33	10,68	6,36	2,10	2,06	577,70	565,46	1143,16
		F-F	33,33	22,18	5,97	1,97	1,80	558,96	547,11	1106,08
	Intemperie	S-F	33,33	20,22	20,55	2,72	2,52	586,54	467,68	1054,23
		F-F	33,33	-	14,73	1,95	1,02	389,47	310,55	700,02

<b>7</b>	Techo	S-F	33,33	23,59	5,86	1,99	2,05	421,96	414,51	836,48
		F-F	33,33	43,75	8,53	2,90	2,65	884,55	868,93	1753,47
	Intemperie	S-F	33,33	14,87	19,89	2,79	1,92	539,53	439,92	979,44
		F-F	33,33	26,66	17,58	2,47	2,83	581,78	474,36	1056,14
<b>8</b>	Techo	S-F	33,33	31,02	7,91	2,70	2,16	509,09	500,39	1009,48
		F-F	33,33	43,80	7,97	2,72	3,12	619,31	608,73	1228,04
	Intemperie	S-F	33,33	12,03	26,24	2,84	2,21	519,88	379,42	899,30
		F-F	33,33	-	27,39	2,96	2,03	539,05	393,40	932,45

## Anexo 12. Resultados del beneficio bruto para cada alternativa

Tiempo	Cond	Comb	CP H <sub>2</sub> O (\$)	CP H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (\$)	CP NaOH (\$)	CP MP (\$)	CP	VP AH (\$)	VP AF (\$)	VP	BB
1	Techo	S-F	1,67	0,48	1,33	0,29	3,77	384,96	76,96	461,91	458,15
		F-F	0,76	0,42	1,24	0,27	2,69	384,96	79,83	464,79	462,10
	Intemperie	S-F	2,22	0,55	1,47	0,13	4,38	384,96	83,37	468,33	463,95
		F-F	0,63	0,51	1,28	0,12	2,55	384,96	98,61	483,57	481,02
2	Techo	S-F	1,20	0,47	1,25	0,31	3,23	384,96	40,47	425,42	422,20
		F-F	1,42	0,32	1,01	0,25	3,00	384,96	25,80	410,75	407,75
	Intemperie	S-F	1,13	0,34	1,10	0,17	2,74	384,96	38,77	423,7349	420,99
		F-F	1,46	0,28	0,93	0,14	2,82	384,96	16,73	401,69	398,86
3	Techo	S-F	1,91	0,45	1,20	0,12	3,68	384,96	77,29	462,25	458,57
		F-F	3,28	0,61	1,85	0,19	5,94	384,96	69,09	454,05	448,11
	Intemperie	S-F	2,22	0,41	1,38	0,13	4,15	384,96	79,70	464,66	460,51
		F-F	2,21	0,39	1,00	0,09	3,69	384,96	43,38	428,33	424,65
4	Techo	S-F	2,03	0,46	1,18	0,10	3,77	384,96	42,28	427,24	423,46
		F-F	2,14	0,49	1,19	0,10	3,93	384,96	94,41	479,37	475,44
	Intemperie	S-F	2,39	0,37	1,16	0,105	4,02	384,96	66,00	450,96	446,93
		F-F	2,73	0,56	1,37	0,12	4,79	384,96	134,99	519,95	515,16
5	Techo	S-F	1,91	0,32	1,11	0,09	3,44	384,96	77,07	462,03	458,59
		F-F	1,79	0,41	1,02	0,08	3,31	384,96	61,96	446,92	443,60
	Intemperie	S-F	1,98	0,46	1,21	0,12	3,78	384,96	44,06	429,01	425,24
		F-F	2,37	0,56	1,42	0,14	4,49	384,96	117,50	502,45	497,9648
6	Techo	S-F	1,77	0,31	0,96	0,09	3,14	384,96	18,69	403,65	400,51
		F-F	1,71	0,27	0,90	0,08	2,97	384,96	38,81	423,77	420,80
	Intemperie	S-F	1,63	0,38	1,25	0,28	3,55	384,96	35,39	420,35	416,80
		F-F	1,09	0,15	0,89	0,20	2,34	384,96	0,00	384,96	382,62
7	Techo	S-F	1,30	0,31	0,91	0,08	2,60	384,96	41,27	426,23	423,63
		F-F	2,72	0,40	1,33	0,12	4,57	384,96	76,57	461,52	456,95
	Intemperie	S-F	1,52	0,29	1,28	0,27	3,37	384,96	26,02	410,98	407,61
		F-F	1,64	0,42	1,13	0,24	3,44	384,96	46,66	431,62	428,18
8	Techo	S-F	1,56	0,32	1,24	0,11	3,24	384,96	54,28	439,23	435,99
		F-F	1,90	0,47	1,25	0,11	3,74	384,96	76,64	461,60	457,86
	Intemperie	S-F	1,39	0,33	1,30	0,36	3,39	384,96	21,05	406,01	402,62
		F-F	1,45	0,30	1,36	0,38	3,49	384,96	0,00	384,96	381,46