

**CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA DE LOS LODOS PROVENIENTES DE  
UNA PLANTA DE TRATAMIENTO DE AGUA RESIDUAL INDUSTRIAL DE UNA  
EMPRESA DE CAFÉ DEL DEPARTAMENTO DE CALDAS**

**LAURA LIZETH GOMEZ MOLINA  
ANGELA MARIA MERCHAN BERMUDEZ**

**UNIVERSIDAD CATOLICA DE MANIZALES  
FACULTAD DE INGENIERIA Y ARQUITECTURA  
INGENIERIA AMBIENTAL**

**MANIZALES**

**2016**

**CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA DE LOS LODOS PROVENIENTES DE  
UNA PLANTA DE TRATAMIENTO DE AGUA RESIDUAL INDUSTRIAL DE UNA  
EMPRESA DE CAFÉ DEL DEPARTAMENTO DE CALDAS**

**TRABAJO DE GRADO**

**Requisito para obtener el título de Ingeniero Ambiental**

**LAURA LIZETH GOMEZ MOLINA  
ANGELA MARIA MERCHAN BERMUDEZ**

**TUTORES**

**Ing. WILMAR OSORIO VIANA  
Ing. JAVIER MAURICIO NARANJO**

**UNIVERSIDAD CATOLICA DE MANIZALES  
FACULTAD DE INGENIERIA Y ARQUITECTURA  
INGENIERIA AMBIENTAL  
MANIZALES**

**2016**

Nota de aceptación

---

---

---

---

Jurado

Manizales, Caldas, 19 de febrero de 2016

## **AGRADECIMIENTOS**

*Agradecemos a Dios por darme la oportunidad de brindarme la vida, la sabiduría y las experiencias que he vivido, cada una de ellas ha sido gratificante para mí y por llevarme por el camino indicado mientras estoy en la lucha continúa de lo que tanto deseo para mi vida.*

*Agradezco a mi Familia por todo el apoyo incondicional que me han brindado durante todos estos años de vida en todas las actividades que me he propuesto realizar, por sus buenos consejos, comprensión y amor, siempre dándome en todo momento una palabra de aliento para no dejarme caer ante las adversidades que se han presentado en la lucha de los mismos.*

*Agradezco a la Universidad Católica de Manizales por brindarnos siempre la disponibilidad de trabajar en las instalaciones de la misma, específicamente dentro del laboratorio de calidad de aguas, al personal de CALER y al profesor Mario Montoya para llevar a cabo cada una de las fases de nuestro trabajo y dándonos ese apoyo moral y técnico para que culmináramos con éxito esta importante etapa en nuestras vidas.*

*A nuestro tutor Wilmar Osorio y cotutor Javier Mauricio Naranjo porque a pesar de las circunstancias en todo momento nos brindaron fuerza y motivación para finalizar con éxito el trabajo.*

*Al Profesor Ingeniero Químico Milton Rosero y al analista Juan Manuel Salgado del laboratorio de Nutrición Vegetal y Animal de la Universidad de Caldas quienes nos brindaron el conocimiento, experiencias y técnicas que nos ayudaron al desarrollo del proyecto, Muchas gracias por todo.*

*Ángela María Merchán Bermúdez & Laura Lizeth Gómez Molina.*

## Tabla de contenido

GLOSARIO .....	1
RESUMEN .....	4
CAPITULO 1 .....	8
CONTEXTUALIZACIÓN.....	8
1. INTRODUCCIÓN .....	8
2. OBJETIVOS .....	14
2.1 OBJETIVO GENERAL .....	14
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	14
3. GENERALIDADES DEL LODO RESIDUAL.....	15
3.1 Tipos de lodos .....	15
3.1.1 Lodo primario:.....	16
3.1.2 Lodo activado: .....	16
3.1.3 Lodo activado de retorno:.....	16
3.1.4 Exceso de lodo, lodo secundario: .....	17
3.1.5 Lodo terciario:.....	17
3.2 Caracterización de lodos.....	17
3.3 Parámetros microbiológicos relevantes en los Lodos .....	19
3.4 Clasificación y usos según el contenido de contaminantes .....	20
3.4.1 Clasificación por parte del Decreto 1287 de 2014 del Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial.....	21
3.4.1.1 Lodos categoría A:.....	21
3.4.1.2 Lodo categoría B:.....	21
3.4.1.3 Lodo categoría C: .....	22
3.5 Regulaciones acerca de la gestión de lodos .....	22
3.6 Disposición final de lodos .....	23
3.7 Reciclaje y reúso de lodos .....	24
CAPÍTULO 2.....	29
MATERIALES Y MÉTODOS .....	29
4 METODOLOGÍA.....	29
4.1 ANALISIS FISICOQUÍMICO.....	29
4.1.1. PREPARACIÓN DE LA MUESTRA .....	31

4.2	PROTOSCOLOS DE LOS METODOS ANALITICOS.....	32
4.2.1	pH.....	35
4.2.2	HUMEDAD.....	48
4.2.3	CAPACIDAD DE INTERCAMBIO CATIONICO, CIC.....	56
4.2.4	NITROGENO TOTAL.....	73
4.2.5	MATERIA ORGANICA.....	92
4.2.6	DENSIDAD REAL.....	99
4.2.7	CONDUCTIVIDAD ELECTRICA.....	104
	CAPITULO 3.....	115
5.	RESULTADOS Y ANALISIS.....	115
5.1	Resultados para la prueba de pH.....	115
5.2	Resultados para la prueba de Humedad.....	117
5.3	Resultados para la prueba Conductividad Eléctrica.....	118
5.4	Resultados para la prueba de Capacidad de Intercambio Catiónico.....	119
5.5	Resultados para la prueba de Nitrógeno.....	120
5.6	Resultados para la prueba Materia Orgánica.....	122
5.7	Resultados para Densidad Real.....	123
6.	CONCLUSIONES.....	128
7.	RECOMENDACIONES.....	130
8.	REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS.....	132
9.	ANEXOS.....	139
	Anexo 1. Estandarización de los Reactivos.....	139
1.1	Estandarización del NaOH.....	139
1.2	Estandarización de HCL y H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> .....	141
	Anexo 2. Flujo gramas de los procedimientos realizados.....	143
2.1	Procedimiento pH en lodo residual. Método: Potenciómetro.....	143
2.2	Procedimiento Humedad en lodo residual Método: Gravimétrico.....	144
2.3	Procedimiento de Conductividad Eléctrica en lodo residual Método: Conductímetro.....	145
2.4	Procedimiento Capacidad de Intercambio Catiónico en lodo residual Método: Acetato de Amonio 1 n, pH 7.0.....	146

2.5 Procedimiento Nitrógeno total en lodo residual Método: KJELDAHL .....	148
2.6 Procedimiento Carbono Orgánico en lodo residual Método: Calcinación .....	150
2.7 Procedimiento Densidad Real en lodo residual método: Picnómetro.....	151
Anexo 3. Tabla de resultados de los análisis realizados por la Universidad de Caldas. .....	152
Anexo 4. Tablas de rangos e interpretación .....	153
4.1 Parámetros de Humedad óptimos para el compostaje .....	153
4.1.1 Parámetros de pH óptimos para el compostaje .....	153
4.2 Composición química de los suelos del altiplano norte de Antioquia .....	154
4.3 Clasificación de la relación C/N .....	155
4.4 Composición química de algunos estiércoles más comunes en base de materia seca .....	156
4.5. Rangos de Nitrógeno en Colombia .....	157

## INDICE DE TABLAS

Tabla 1 Ventajas y desventajas de las alternativas de aprovechamiento de lodos.....	25
Tabla 2 Orden de los tamices .....	32
Tabla 3 Clasificación del pH de la muestra (lodo) .....	43
Tabla 4 Interpretación de la C.I.C. (meq/100 gr). Clasificación de la fertilidad de suelos de acuerdo a la CIC.....	70
Tabla 5 Rangos de Nitrógeno .....	90
Tabla 6 Interpretación del contenido de materia orgánico en suelo en relación con los suelos volcánicos (león y Aguilar, 1987).....	97
Tabla 7 Densidad del agua a diferentes temperaturas.....	103
Tabla 8 Interpretación de la C.E. del extracto de saturación del suelo (milimhos/cm). (Guerrero, (s.f)).....	111
Tabla 9 Métodos para determinación de la conductividad eléctrica .....	113
Tabla 10 Resultados de los parámetros Fisicoquímicos del Lodo Residual.....	125
Tabla 11 Estandarización NaOH.....	140

## INDICE DE FIGURAS



Figura 1 Sectores económicos en Manizales .....	12
Figura 2. Homogenización de la muestra para la medición de pH .....	41
Figura 3 Representación de la solubilidad de los nutrientes en el suelo, en relación con el pH.....	46
Figura 4 Montaje capsulas con tapa y lodo en el horno para humedad .....	52
Figura 5 Preparación de la Muestra, 6 Replicas para el análisis de CIC.....	65
Figura 6 Montaje de filtración de vacío para el análisis de CIC .....	65
Figura 7 Instrumentos y equipos para la realización del análisis del CIC.....	66
Figura 8 Lavado del lodo con porciones (ml) de acetato de amonio 1M pH 7 para el análisis de CIC.....	66
Figura 9 Montaje de la titulación con el hidróxido de sodio a 0,2 N en el análisis de CIC .	68
Figura 10 Aplicación de las pastillas Kjeldahl y el ácido sulfúrico en el análisis de nitrógeno total .....	81
Figura 11 Proceso de digestión en el análisis de nitrógeno total.....	82
Figura 12 Cambios de color que deben tomar las muestras durante el proceso de digestión en la prueba de nitrógeno total.....	82
Figura 13 Unidad de destilación con la muestra 1. ....	84
Figura 14 Erlenmeyer con 15 ml de ácido bórico y 3 gotas de indicado mixto.....	84
Figura 15 Viraje de las muestras en el análisis de nitrógeno total.....	86
Figura 16 Montaje muestra de lodo residual y capsula en el horno para el análisis de materia orgánica.....	96
Figura 17 Picnómetro con agua y lodo residual para el análisis de densidad real.....	102
Figura 18 Montaje de la Bomba al vacío, embudo Buchner y el Erlenmeyer para análisis de CE .....	110

## **GLOSARIO**

**Agua desionizada:** Proceso que utiliza resinas de intercambio iónico de fabricación especial que eliminan las sales ionizadas del agua. Teóricamente puede eliminar el 100% de las sales. La desionización normalmente no elimina los compuestos orgánicos, virus o bacterias

**Agua destilada:** Es agua que ha sido hervida en un aparato llamado “alambique”, y luego recondensada en una unidad enfriadora (“condensadora”) para devolver el agua al estado líquido. La destilación se usa para purificar el agua. Los contaminantes disueltos tales como sales se quedan en el tanque donde el agua hierve mientras que el vapor de agua se eleva hacia fuera.

**Bioreactor:** Es un recipiente en el que se lleva a cabo un proceso químico que involucra organismos o sustancias bioquímicamente activas derivadas de dichos organismos.

**Biorremediación:** Proceso que utilice microorganismos, hongos, plantas o las enzimas derivadas de ellos para retornar un medio ambiente alterado por contaminantes a su condición natural.

**Biosólido:** Sólidos obtenidos como subproducto del tratamiento de aguas residuales que han sido sometidos a procesos de estabilización de la materia orgánica, reducción de patógenos y volumen de agua, mediante un proceso biológico, físico o químico.

**Calibración:** es el proceso de comparar los valores obtenidos por un instrumento de medición con la medida correspondiente de un patrón de referencia (o estándar).

**Catalizador:** Es una sustancia que está presente en una reacción química en contacto físico con los reactivos, y acelera, induce o propicia dicha reacción sin actuar en la misma.

Coloide orgánico: Partículas de la fracción sólida del suelo con tamaño lo suficientemente pequeño para tener comportamiento coloidal, es decir, los sistemas coloidales son sistemas de dos fases en las cuales partículas muy pequeñas de una sustancia están dispersas en un medio de una sustancia diferente.

Compostaje: Es el proceso biológico mediante el cual los microorganismos actúan sobre la materia rápidamente biodegradable (restos de cosecha, excrementos de animales y residuos urbanos), permitiendo obtener "compost" o abono excelente para la agricultura.

Digestión: Conversión del Nitrógeno (proveniente de las proteínas, por ejemplo) en ion amonio mediante calentamiento a una temperatura de 400°C aproximadamente, con adición previa de ácido sulfúrico y catalizador, que desencadenan la conversión del nitrógeno de la muestra en amonio.

Electrodo: Es un conductor eléctrico utilizado para hacer contacto con una parte no metálica de un circuito, por ejemplo un semiconductor, un electrolito, el vacío (en una válvula termoiónica), un gas (en una lámpara de neón), etc.

Equilibrio térmico: Es el estado en el que se igualan las temperaturas de dos cuerpos que inicialmente tenían diferentes temperaturas. Al igualarse las temperaturas se suspende el flujo de calor, y el sistema formado por esos cuerpos llega a su equilibrio térmico.

Lixiviado: Proceso mediante el cual se lava un medio (material sólido) reduciendo el desplazamiento de sustancias solubles.

Materia orgánica: Residuos vegetales y animales en diferentes estados de descomposición.

Sales ionizadas: son compuestos inorgánicos fundamentalmente iónicos. Una sal es un compuesto químico consistente en una combinación de cationes y aniones, Las sales minerales disueltas en agua siempre están ionizadas. Estas sales tienen

función estructural y funciones de regulación del pH, de la presión osmótica y de reacciones bioquímicas, en las que intervienen iones específicos.

Sales solubles: Son electrólitos capaces de transportar la corriente eléctrica. El agua pura, por no estar suficientemente disociada, casi no contiene iones lo cual la hace poca conductora de la electricidad.

Solución tampón: Buffer, solución amortiguadora o solución reguladora, es la mezcla en concentraciones relativamente elevadas de un ácido débil y su base conjugada, es decir, sales hidrolíticamente activas.

Suelo o pasta saturada: Es una particular mezcla de suelo y agua, utilizada comúnmente para mediciones y para la obtención de suelo extractos.

## **RESUMEN**

### **RESUMEN**

Los principales constituyentes del agua residual eliminados en las plantas de tratamiento incluyen residuos sólidos como arena, espumas y lodo. El lodo generado en las operaciones y procesos de tratamiento de las aguas residuales generalmente suele ser una suspensión con gran contenido en sólidos. La disposición correcta de estos residuos es una obligación y una necesidad constante de las industrias que poseen Plantas de Tratamiento de Agua Residual (PTAR), lo que implica un costo de manejo, transporte y disposición final (comúnmente en un relleno sanitario o celdas de seguridad).

El problema del manejo de los lodos surge cuando se desperdicia su potencial de aprovechamiento y se dispone solo como un residuo, aumentando la cantidad de residuos a disponer en los rellenos sanitarios. Es por esto que en las últimas décadas, ha crecido el interés investigativo por la búsqueda de tecnologías limpias y sostenibles para un aprovechamiento, optimización y utilización eficiente de los lodos generados por las plantas de tratamiento de aguas residuales, reduciendo los costos de operación de los procesos. La aplicación de procesos de valorización de lodos puede generar nuevas líneas de negocio para el sector industrial, mejorar su viabilidad económica, reducir su impacto ambiental y por ende aportar al fortalecimiento de su competitividad.

La finalidad del presente trabajo es realizar un estudio teórico-experimental para la caracterización fisicoquímica de los lodos provenientes de una planta de tratamiento de agua residual industrial (PTARI) de una empresa de alimentos de la ciudad de Manizales. Dicha caracterización nace de la necesidad de establecer la calidad y composición de los lodos generados en la PTARI, para posteriormente

seleccionar y analizar una alternativa biotecnológica de valorización y aprovechamiento de este residuo, con el fin de que haya una reintegración al ciclo productivo de manera limpia, disminuyendo el impacto sobre el medio ambiente.

Para la caracterización de la muestra del lodo residual se realizarán las siguientes pruebas de laboratorio: conductividad eléctrica, pH, humedad, capacidad de intercambio catiónico, nitrógeno, carbono orgánico o cenizas y densidad real.

Con los resultados obtenidos en las pruebas de caracterización y empleando el proyecto de decreto por el cual se establecen los criterios de calidad y uso para el aprovechamiento de los biosólidos generados en PTAR del Ministerio de Medio Ambiente y Desarrollo Sostenible (MINAMBIENTE) se podrá establecer la categoría en la que se encuentran dichos lodos y así identificar los usos, beneficios y precauciones que se deben tener con los mismos al momento de darles un valor agregado.

Las alternativas de valorización de lodos empleadas con más frecuencia y cuya aplicación se explorará en este proyecto, son: elaboración de fertilizantes, mejoradores de suelos, compostaje y producción de eco-ladrillos, todo dependerá de la composición fisicoquímica con la que cuenta el lodo residual.

Según los resultados obtenidos el residuo podría ser empleado como un complemento para la producción de abono orgánico o enmienda, mas no como materia prima de producción de abono de igual forma se puede agregar algunos sustratos o elementos que ayuden a el lodo residual en estudio a utilizarse y emplearse como una biotecnología como lo es el compostaje o abono orgánico.

Palabras claves: Biosólidos , biotecnología, lodos, valorización, Plantas de Tratamiento de Aguas Residuales Industriales (PTARI)

## **ABSTRACT**

Main constituents of wastewater treatment plants effluents include solid waste such as sand, mud, foams and sludge. Sludge generated in wastewater treatment operation usually is a suspension with high solids content. The correct disposal of these wastes is an environmental policy requirement and a constant need of industrial facilities that have a Wastewater Treatment Plant (WWTP), which implies a cost of handling, transportation and disposal (typically in a landfill or security cells).

Problems of environmental management of WWTP sludge arises when its potential for reuse as raw material for new applications is discarded and is treated only as a waste, increasing the amount of material disposed in landfills and the emissions of greenhouse effect pollutants. Alternative recovery and utilization of WWTP sludge include production of fertilizers, soil improvers, composting and production of eco-bricks.

Growing interest has been seen in recent years in clean and sustainable technologies for utilization and valorization of sludge generated by industrial WWTP, looking for a reduction in disposal costs and the related environmental benefits. Application of sludge recovery processes can generate new business for the industrial sector, improve its economic viability, reduce its environmental impact and thus contribute to the strengthening of its competitiveness.

The aim of this work is to present an experimental physicochemical characterization study of an industrial WWTP sludge from a industrial food facility in Manizales city (Colombia). The purpose is to determine composition and quality

of the sludge, in order to properly select a biotechnological alternative for its valorization. The properties evaluated were electrical conductivity, pH, moisture, cation exchange capacity, true density, and nitrogen and organic carbon or ash content.

According to the draft decree for quality criteria and use of biosolids generated in WWTP (Colombia Ministry of Environment and Sustainable Development-MINANMBIENTE), the obtained results shows the category for the analyzed sludge and make possible to identify its possible uses, benefits and precautions to be taken to give it added value. The residue could be used as a supplement for the production of organic fertilizer or amendment, but not as raw material for fertilizer production; nevertheless with addition of supplemental substrates or elements, the residual sludge could be used in a composting process.

**Keywords:** Biosolids, biotechnology, WWTP sludge, recovery, waste valorization



## **CAPITULO 1**

### **CONTEXTUALIZACIÓN**

#### **1. INTRODUCCIÓN**

Dado que es importante disponer de agua de calidad y en cantidades suficientes, es una cuestión prioritaria a nivel mundial tratar estas aguas implementando, instalando y/o adecuando las Plantas de Tratamiento de Agua Residual (PTAR) en las industrias, las cuales cumplirán la función de retirar los contaminantes, para hacer de ella un agua sin riesgos a la salud y/o medio ambiente, al disponerla en un cuerpo receptor natural (mar, ríos o lagos) o para su reuso en otras actividades de la vida cotidiana, con excepción del consumo humano (Cano, 2013).

Sin embargo dentro de la operación de las PTAR industriales, se generan residuos o subproductos (lodos) en grandes volúmenes (aproximadamente 10 ton/semana para una instalación industrial pequeña), formados en bio-reactores o en procesos fisicoquímicos.

La problemática referida anteriormente implica costos extras a las industrias para garantizar el manejo y la disposición correcta de estos residuos (lodos) generados en la PTAR, ya que el tratamiento de lodos constituye un porcentaje importante del costo de inversión, además de los costos de operación, mantenimiento, transporte, control y disposición final. Estos costos pueden ser mayores en los casos en los cuales los lodos deban ser catalogados como residuos peligrosos (dependiendo de sus componentes) según el decreto 4741 de 2005, por el cual se reglamenta parcialmente la prevención y el manejo de los residuos o desechos peligrosos generados en el marco de la gestión integral.

Según el Plan Nacional de manejo de aguas residuales 2007-2015 (España), siempre que los lodos cumplan los requisitos legales, incluidos los que puedan establecerse en el futuro (bajo contenido en metales pesados y otros contaminantes orgánicos, así como patógenos y exista disponibilidad de suelo apto para su aplicación) se considera que la opción más sostenible es el reciclaje de nutrientes y materia orgánica mediante su aplicación al suelo (BOE-A, 2001).

Para adelantar un análisis de los antecedentes del tema de biorremediación de lodos, se aplicó un proceso de vigilancia tecnológica a través de publicaciones científicas sobre el tema. Se seleccionaron cuatro bases de datos, Redalyc, Scielo, Sciencedirect y American Chemical Society (dos en español y dos en inglés respectivamente), para establecer el número y características de las últimas investigaciones publicadas sobre los posibles tratamientos de los lodos. Se indagó específicamente por los procesos de biorremediación de lodos industriales compuestos por material orgánico. Se utilizaron para la búsqueda cuatro palabras claves relacionadas con la pregunta de investigación: lodos, valoración, biotransformación, aguas residuales, (sludge, valorization, biotransformation, bioconversion).

En dicha revisión del material documental existente en las bases de datos, se determinó que existe un total de 407 artículos de investigación descritos por las palabras clave seleccionadas, publicados en un período de 30 años. Esta cifra tan baja revela la importancia de desarrollar nuevas investigaciones sobre el tema.

Analizando la base de datos de Sciencedirect se observa que el tema a investigar no ha tenido mayor relevancia a lo largo de los años, para un total de 30 artículos. Se observa un crecimiento progresivo de artículos encontrados desde 1980 hasta el 2014, indicando que se ha convertido en una necesidad por parte de las industrias realizar investigaciones en esta área, lo cual lleve a soluciones

posteriores. En la base de datos de REDALYC (base de datos en español) se encontraron 12 artículos relacionados con el tema en cuestión.

Analizando SCIELO como base de datos (español) no se encontró ningún artículo con ninguna de las combinaciones ya mencionadas, en el periodo de tiempo observado, lo que indica que las principales investigaciones tienen su fundamento en el idioma inglés, los países desarrollados investigan en mayor proporción que los países en desarrollo.

Esta revisión bibliográfica muestra que en Colombia existe poca información acerca del manejo y disposición final de lodos de plantas de tratamiento de aguas residuales industriales; las empresas industriales deben someterse a la búsqueda exhaustiva de estrategias y/o alternativas que incrementen su competitividad como parte de la mejora continua.

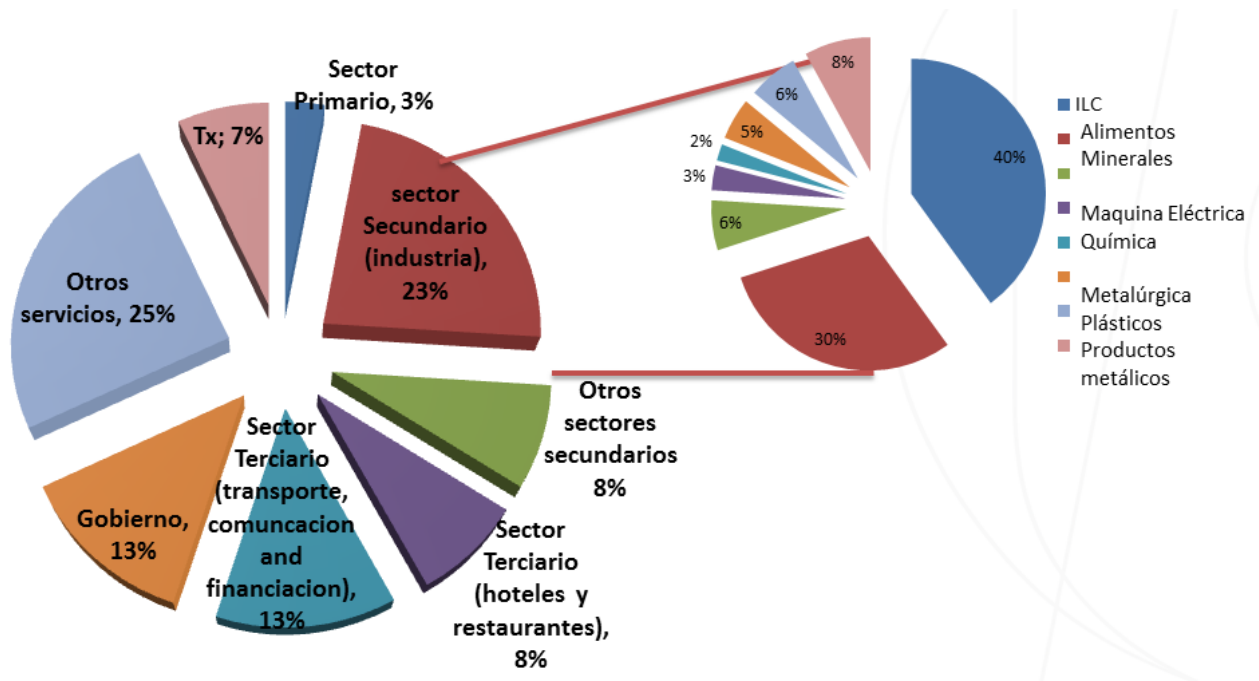
Debido a la crisis ambiental que enfrenta Colombia y el mundo, actualmente se presenta una necesidad de minimizar residuos, así como su disposición adecuada y segura, lo cual se ha convertido para los países en un aspecto de suma importancia. Con el fin de aumentar la eficiencia en todos los campos productivos y reducir los riesgos sobre los seres humanos y el medio ambiente, las industrias deben comprometerse a la búsqueda exhaustiva de estrategias que incrementen su competitividad como parte de la mejora continua, proyectando la aplicación de principios ambientales corporativos sostenibles e implementar procesos de producción más limpia, cuyos procesos se enmarquen en una estrategia integrada y preventiva de protección del medio ambiente: la valorización de residuos es una de tales estrategias.

El problema del manejo de los lodos surge cuando se desperdicia su potencial de aprovechamiento y se dispone solo como un residuo, aumentando la cantidad de residuos a disponer en los rellenos sanitarios. Es por esta razón que se justifica buscar tecnologías adecuadas que permitan la utilización racional y la valorización

de dichos residuos, que regule correctamente el aprovechamiento en actividades agrícolas y no agrícolas (recuperación de suelos, cobertura de rellenos sanitarios, aprovechamiento forestal, etc.).

Implementar un proceso que valore los lodos, permitirá, desde el punto de vista económico, reducir los costos por el manejo, tratamiento y disposición final de los mismos, convirtiéndose en una fuente de ingresos potencial adicional para la industria, en vez de un costo de operación.

Por otra parte, Las actividades industriales representan en Colombia el principal aporte en el desarrollo y crecimiento económico. Según el DANE en el 2007, los productos alimenticios aportan alrededor del 27% del valor agregado industrial, el cual está compuesto por sectores como carnes y pescados, aceites y grasas, productos lácteos, molinería, productos de café, azúcar, cacao y sus productos, y bebidas alcohólicas y no alcohólicas, convirtiéndose en el sector que más contribuye al valor agregado manufacturero, ocupando el primer lugar de importancia en los principales indicadores económicos. Con respecto a Manizales, el sector secundario (industria), corresponde al 23,8% del total de la economía. Por su parte, la industria de alimentos representa el 30% del sector. Con base a esta información se puede apreciar que el sector en el cual se enfoca este proyecto (industrial; alimentos) cuenta con una acogida favorable por parte de la economía nacional y municipal. (DANE, 2012, Pagina 11).



**Figura 1** Sectores económicos en Manizales

Fuente: Elaboración propia y DANE, Manizales AM: distribución del PIB, 2009

De acuerdo a las diferentes alternativas estratégicas para el tratamiento posterior y eficiente de los lodos de aguas residuales industriales, se formuló este proyecto de investigación, que se enfoca en el análisis fisicoquímico y la propuesta de la aplicación de una tecnología de biorremediación, la cual surge como una rama de la biotecnología que busca resolver los problemas de contaminación mediante la utilización de microorganismos capaces de degradar compuestos que provocan alteraciones al medio ambiente, es decir, es una tecnología emergente que utiliza organismos vivos (plantas, algas, hongos y/o bacterias) para absorber, degradar o transformar los contaminantes y retirarlos, inactivarlos o atenuar su efecto en suelo, agua y aire (Rittmann, 2001).

De esta manera, se debe tener en cuenta que actualmente la Universidad Católica de Manizales no cuenta con unos procedimientos de laboratorio estandarizados para el análisis de este tipo de residuo. Por tal motivo, este trabajo busca proponer

un conjunto de metodologías y procedimientos para tal fin. Posteriormente, se plantea una alternativa viable técnicamente para ser implementadas a nivel industrial, reduciendo los costos asociados con el manejo y disposición final, al tiempo que podría ofrecer una fuente de ingresos secundario a la industria por la obtención de un producto de valor agregado.

## **2. OBJETIVOS**

### **2.1 OBJETIVO GENERAL**

Implementar los métodos básicos y estándar de laboratorio para la caracterización fisicoquímica de lodos residuales de una empresa de alimentos

### **2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

1. Definir los parámetros fisicoquímicos básicos para la caracterización de las muestras de lodo y su respectiva clasificación.
2. Implementar de forma práctica los parámetros fisicoquímicos definidos, en el laboratorio de calidad de aguas, basándose en procedimientos estándar reconocidos.
3. Analizar los resultados fisicoquímicos de la caracterización en búsqueda de las mejores opciones biotecnológicas para la valorización de los lodos.

### **3. GENERALIDADES DEL LODO RESIDUAL**

El agua es uno de los recursos naturales fundamentales y diariamente usados en los procesos industriales. Actualmente se genera una gran variedad de aguas que pueden tener orígenes muy distintos: agua usada como medio de transporte, usada en procesos de lavado y enjuague, en procesos de transformación química usando el agua como disolvente, como subproducto de procesos físicos de filtración o destilación, como medio de transferencia de calor, etc. (Peña, 2005).

El tratamiento del agua residual industrial o doméstica se realiza mediante procesos físicos, químicos y biológicos con el fin de eliminar sustancias y/o elementos contaminantes y perjudiciales para el agua, la cual posterior al tratamiento es vertida a cuerpos de agua o utilizada en procesos agrícolas; los principales constituyentes del agua residual eliminados en las plantas de tratamiento incluyen residuos sólidos como arena, espumas y lodo. El lodo extraído y producido en las operaciones y procesos de tratamiento de las aguas residuales generalmente suele ser un líquido o semisólido con gran contenido en sólidos entre el 0.25 y el 12% en peso (Oropeza, 2006). “Los lodos residuales son un residuo sólido, semisólido o líquido proveniente del tratamiento de agua y están constituidos de microorganismos que remueven la materia orgánica del agua residual que emplean como alimento. Sin embargo, la composición varía en función de las características fisicoquímicas y microbiológicas” (Colín, 2004).

El lodo es, por mucho, el constituyente de mayor volumen eliminado en los tratamientos. Su tratamiento y evacuación es probablemente, uno de los problemas más complejos al que se enfrentan los Ingenieros Ambientales.

#### **3.1 Tipos de lodos**

Los lodos que se producen en los procesos de tratamiento de aguas residuales son principalmente los siguientes:



- 3.1.1 Lodo primario:** Es producido durante los procesos de tratamiento primario de las aguas residuales. Esto ocurre después de las pantallas y desarenado y consiste en productos no disueltos de las aguas residuales. La composición del lodo depende de las características del área de recogida de las aguas, generalmente contiene una gran cantidad de material orgánica, vegetales, frutas, papel, etc. en un estadio inicial de descomposición. La consistencia se caracteriza por ser un fluido denso con un porcentaje en agua que varía entre 92 % y 96% (Winkler, 1994).
- 3.1.2 Lodo activado:** La eliminación de la materia orgánica disuelta y los nutrientes de las aguas residuales tiene lugar durante el tratamiento biológico del agua por un complejo proceso donde interactúan distintos tipos de bacterias y microorganismos, que requieren oxígeno para vivir, crecer y multiplicarse. El lodo generalmente está en forma de flóculos que contienen biomasa viva y muerta, además de partes minerales y orgánicas absorbida y almacenada. El comportamiento de sedimentación de los flóculos de los lodos activos es de gran importancia para el funcionamiento de la planta de tratamiento biológico. Los flóculos deben ser removidos, para separar la biomasa del agua limpia, y el volumen requerido de lodo activo puede ser bombeado de nuevo en el tanque de aireación. Debido a su bajo contenido de sólidos (0.5– 2.0%) es más difícil de deshidratar que el lodo primario.
- 3.1.3 Lodo activado de retorno:** Proviene del tanque de aireación biológica al clarificador final. Los flóculos de lodo activo sedimentan al fondo y pueden separarse del agua limpia residual. La mayoría del lodo se lleva de nuevo a un tanque de aireación (Winkler, 1994).

**3.1.4 Exceso de lodo, lodo secundario:** En el proceso de tratamiento, es conveniente alcanzar una vida del lodo constante; para lograrlo, la biomasa en exceso debe de eliminarse de la planta biológica de tratamiento de lodo. El lodo secundario es rico en lodo activo (Winkler, 1994).

**3.1.5 Lodo terciario:** Se produce a través de procesos de tratamiento posteriores, con adición de agentes floculantes (Winkler, 1994).

Las características de los lodos varían mucho dependiendo de su origen, de su edad, del tipo de proceso del cual proviene y de la fuente original de los mismos. La generación de lodos industriales en procesos de producción es común, en prácticamente todos los sectores industriales: textil, química y farmacéutica, pulpa y producción del papel, metalmecánica, electrotécnica, procesamiento de alimentos, curtido del cuero, etc (Winkler, 1994).

## **3.2 Caracterización de lodos**

Para la caracterización de los lodos se pueden aplicar los siguientes procedimientos:

1. Análisis de componentes, el cual se puede realizar a través de un balance de masa del proceso generador del lodo, utilizando la información de la calidad de materia prima utilizada (Municipio Metropolitano de Quito, 1999).
2. Análisis de lixiviados (Toxicity Characteristic Leaching Procedure TCLP), consiste en someter una muestra de residuo a un proceso acelerado de descomposición, simulando la situación más crítica que sufrirá al ser depositado en un relleno; en el lixiviado resultante se analiza los parámetros requeridos para su caracterización. (Municipio Metropolitano de Quito, 1999).

El método *Toxicity Characteristic Leaching Procedure* Conocido como test TCLP, es el test de lixiviación más conocido, desarrollado a fines de la década de 1980 en los Estados Unidos por la EPA (Environmental Protection Agency) para cuantificar la extractabilidad de compuestos tóxicos como metales, compuestos orgánicos volátiles, semi-volátiles y pesticidas bajo un conjunto de condiciones de laboratorio.

Es importante precisar que este método ha sido diseñado para determinar la característica de toxicidad por lixiviación de un compuesto tóxico, sea este un residuo líquido, sólido o una mezcla de estas fases, simulando las condiciones de un vertido, determinando el potencial de peligrosidad del residuo si el lixiviado del test contiene algún constituyente tóxico en concentraciones que igualen o superen la norma; en definitiva el procedimiento consiste en determinar la movilidad en el residuo de determinados constituyentes tóxicos con ayuda de algunas técnicas de laboratorio como la cromatografía de gases que permite hacer un análisis cuantitativo del toxico (EPA, 2003).

En Colombia, el desarrollo del método TCLP ha sido empleado por parte de algunas entidades como. las Empresas Públicas de Medellín que junto con la Universidad Pontificia Bolivariana y la Escuela de Ingeniería de Antioquia, realizaron un estudio para evaluar a escala piloto el efecto del uso de biosólidos provenientes de una planta de tratamiento de aguas residuales, en aplicación directa al terreno, realizando entre otros análisis, una prueba TCLP para los lodos y determinar su peligrosidad, obteniendo como resultado que no son peligrosos, además mediante esta prueba mensualmente se valida su no peligrosidad. (Niño, 2009).

3. Análisis de corrosividad, reactividad, explosividad, toxicidad, inflamabilidad y biológico infeccioso (CRETIB) del lodo, para determinar el tipo al que corresponde. Lo que permitirá precisar si el lodo es considerado como un

residuo peligroso o como un residuo no peligroso y con base en esto, plantear las alternativas para el manejo y disposición del mismo (Oropeza, 2006).

Dentro de los procedimientos correspondientes para el análisis de las muestras de lodo, deben tenerse en cuenta aspectos como el equipo utilizado para el análisis y las normas y métodos estandarizados aplicados para la determinación de los componentes y sus características (Castells, 2014).

4. Las metodologías para los parámetros fisicoquímicos que se realizan con mayor frecuencia para determinar la calidad y composición de un residuo sólido como un lodo tomado como suelo, se encuentran referenciados en los métodos analíticos del laboratorio de suelos del Instituto Geográfico Agustín Codazzi y en las Normas Técnicas Colombianas donde relaciona principios de las técnicas, procedimientos, cantidades de reactivos y de muestras, etc.

### **3.3 Parámetros microbiológicos relevantes en los Lodos**

Mediante la evaluación de la calidad microbiológica del agua se podrá determinar si es apta o no para consumo humano; esto va ligado a la presencia de microorganismos patógenos que puedan estar en ella y ser causantes de diversas clases de riesgos como enfermedades, infecciones, contaminación, entre otros.

Los parámetros microbiológicos más relevantes que se analizan en los lodos con mayor frecuencia buscan determinar la calidad y composición de los lodos. la mayoría de estos parámetros se encuentran referenciados en Normas Técnicas y Decretos, como es el caso de los Microorganismo Mesófilos Aerobios, Salmonella, Mohos y Levaduras que se mencionan en la Norma Técnica Colombiana 5167 del 2004: “Productos para la Industria Agrícola, Productos orgánicos usados como abonos o fertilizantes y enmiendas de suelo”.

Por otra parte los Coliformes Totales y Fecales se referencian en el proyecto de Decreto por parte del Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial “Por la cual se establecen los criterios de calidad y uso para el aprovechamiento de los biosólidos generados en plantas de tratamiento de aguas residuales municipales para su incorporación al ciclo económico productivo, y se toman otras determinaciones”, estos son: Microorganismos mesófilos aerobios, coliformes totales y fecales, mohos, levaduras, clostridium sulfito reductor, salmonella sp, pseudomonas sp y bacterias metanogénicas.

La EPA (Environmental Protection Agency) a nivel mundial, usa la palabra “lodo” como sinónimo de Biosólido. Están definidos como “residuos sólidos, semisólidos o líquidos generados durante el tratamiento de aguas servidas domiciliarias. Los Biosólidos incluyen las escorias o sólidos removidos durante el tratamiento primario, secundario o avanzado del proceso de tratamiento de aguas servidas y cualquier material derivado de los lodos, excepto las gravillas o cenizas generadas durante el proceso de incineración” (EPA, 2003). Además hace diferencia entre distintos tipos de lodos, teniendo en cuenta la clasificación por parte del Proyecto de Decreto 1287 del Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial

### **3.4 Clasificación y usos según el contenido de contaminantes**

Estos tipos de lodos pueden ser clasificados en función de la toxicidad y la prioridad de manejo, así: (Municipio Metropolitano de Quito, 1999).

- Lodos orgánicos con bajas concentraciones de contaminantes tóxicos, fácilmente biodegradable, prioridad I.
- Lodos orgánicos e inorgánicos con bajas concentraciones de contaminantes tóxicos, los orgánicos no fácilmente biodegradables, prioridad II.

- Lodos orgánicos e inorgánicos conteniendo contaminantes tóxicos, prioridad III.

Las opciones de manejo de acuerdo a los tipos de lodos se han establecido en función de su prioridad, así:

- Prioridad I: reúso como fertilizante, dependiendo de la composición; prevención dependiendo del proceso de generación, relleno sanitario o incineración.
- Prioridad II: reúso y revalorización, dependiendo de la composición; compostaje, incineración o relleno.
- Prioridad III: Prevención, dependiendo de los procesos de generación del lodo o disposición en monorellenos.

### **3.4.1 Clasificación por parte del Decreto 1287 de 2014 del Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial**

**3.4.1.1 Lodos categoría A:** Lodo sin restricciones sanitarias para la aplicación a suelo. En este punto, la EPA es más específica, al denominarlos Biosólidos de Calidad Excepcional, que son aquellos que son poco contaminantes y tienen reducción de patógenos Clase A y que han reducido el nivel de componentes degradables que atraen vectores (organismos capaces de transportar y transmitir agentes infecciosos tales como roedores, moscas y mosquitos) (EPA, 2003).

**3.4.1.2 Lodo categoría B:** Lodo apto para la aplicación al suelo, con restricciones sanitarias de aplicación según tipo y localización de los suelos o cultivos. La EPA los denomina como Biosólidos con concentración de contaminantes y los define como aquellos Biosólidos que también logran los mismos bajos límites de concentración de contaminantes de los de Clase A, pero solo logran una reducción de patógenos clase B y/o están sujetos a la administración en el sitio mismo, más que como una alternativa de tratamiento para reducir vectores.

**3.4.1.3 Lodo categoría C:** Lodo que no cumple con algún(o) de los parámetros definidos para las categorías A o B y que son considerados como residuos peligrosos de acuerdo con la Normativa Ambiental vigente (EPA, 2003).

### **3.5 Regulaciones acerca de la gestión de lodos**

En muchos países, el manejo y uso de los lodos requieren de una infraestructura costosa pero con fines justificados, ya que soluciona problemas de contaminación e incorpora nutrientes, reciclando elementos vitales en los ciclos biológicos naturales; además de convertir un residuo peligroso en un recurso aprovechable y no peligroso (Oropeza, 2006).

El sistema de manejo de este tipo de residuos debe ser organizado, documentado y controlado, para lo cual se debe implementar una serie de regulaciones que definan la clasificación del lodo, valores límite para contaminantes tóxicos y lixiviados, procedimientos para la caracterización de lodos, transporte, almacenamiento, tratamiento y disposición final, etc., que permitan realizar un manejo ambientalmente adecuado y seguro, que no cause afectaciones a la salud de la población ni al medio ambiente. La implementación de la reglamentación, permitirá regular y controlar todas las actividades del sistema de manejo de los lodos en todas y cada una de sus etapas (desde la generación hasta la disposición final) y sancionar a quienes incumplan con lo establecido para tal efecto.

En Colombia existe poca información acerca del manejo de los lodos residuales. En el contexto nacional se cuenta con los Títulos: E “Tratamiento de aguas residuales” y Título I “Componente ambiental para los sistemas de acueducto, alcantarillado y aseo” del Reglamento Técnico para el Sector de Agua Potable y Saneamiento Básico (RAS) 2000, del Ministerio de Desarrollo Económico, el cual define los lodos. (RAS, 2000. )

También se enmarcan en la legislación Colombiana algunos decretos y normas técnicas referentes a los lodos residuales o biosólidos.

- Proyecto Decreto 1287 del 2014 por parte del Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial “Por la cual se establecen los criterios de calidad y uso para el aprovechamiento de los biosólidos generados en plantas de tratamiento de aguas residuales municipales para su incorporación al ciclo económico productivo, y se toman otras determinaciones”: Donde se establecen las categorías A, B y C de los lodos analizados según la presencia de microorganismos como Coliformes Totales, Salmonella sp y Huevos de helminto. (Ministerio de Ambiente, 2010).
- Reglamento Técnico del Sector Agua Potable y Saneamiento Básico (RAS 1998). Resolución 822 de 1998. Define el término “lodo biológico”, pero no existe desarrollo sobre el tema.
- RAS 2000. Resolución 1096 de 2000. Define el término “biosólido” pero no reglamenta la gestión (Daguer, 2003).
- Norma Técnica Colombiana 5167: Productos para la Industria Agrícola, Productos orgánicos usados como abonos o fertilizantes y enmiendas de suelo: Donde se establece a los lodos como Abono orgánico mineral sólido.

### **3.6 Disposición final de lodos**

En general, se debe considerar la disposición final (en relleno sanitario o celda de seguridad) como la última opción dentro de una estrategia general de manejo de lodos. La forma de disponer el material dependerá del tipo de lodo. Los sitios de disposición deberán contar con diseño y sistemas técnicos de operación sencillos,



con mínimos requerimientos de operación, control y mantenimiento (Municipio Metropolitano de Quito, 1999).

Como estrategia para conseguir estos propósitos, se deberá aplicar un concepto de gestión basado principalmente en la separación de los diferentes tipos de lodos y control de las actividades de la disposición tales como: (1) calidad de lodos aceptados que cumplan totalmente con los requisitos exigidos en el lugar de la disposición para evitar generar emisiones secundarias de subproductos (gases, agua), registro, monitoreo, análisis de lixiviados, etc., (2) disponer en forma separada los lodos incompatibles o de diferente calidad, para evitar la mezcla de los diferentes contaminantes, (3) tener un sistema especial en las áreas de disposición para lograr drenar, coleccionar y tratar los lixiviados generados.

Los sitios para disposición final de lodos deben ser cuidadosamente seleccionados, diseñados técnicamente, tomando en cuenta criterios geológicos satisfactorios, hidrología, uso actual y futuro del agua subterránea, geotecnia, estabilidad de pendientes, protección de la erosión, provisión de servicios, factores socioeconómicos, etc. (Oropeza, 2006).

### **3.7 Reciclaje y reúso de lodos**

Los lodos producidos en procesos de tratamiento residual representan una enorme cantidad de biomasa potencialmente valiosa, por ello se realizan esfuerzos continuos para un aprovechamiento óptimo. La composición de abonos con lodos crudos filtrados proporciona un material orgánico estable, semejante al humus, que se puede utilizar como acondicionador de terreno y como una fuente de nutrientes para las plantas (Garrido, 2008).

Estos biosólidos o lodos pueden ser nocivos para la salud, por la presencia tanto de químicos, virus y bacterias que pueden causar enfermedades, es por esto que requieren de un manejo adecuado como la neutralización de agentes patógenos,

estabilización, filtración y secado previo si es necesario, para prevenir eventuales impactos negativos para la salud humana y para el medio ambiente (Eddy, 1981).

Pero a su vez, dichos biosólidos poseen un alto contenido en materia orgánica, los cuales pueden contribuir a mejorar las condiciones físicas de los suelos y también poseen un alto contenido energético, el cual está presente tanto en el Biosólido (el lodo residual) como en el biogás (con un alto contenido de gas metano) que genera durante su tratamiento, el cuál puede usarse como combustible a través de la incineración de éste o disponerse junto a otros compuestos fósiles como es el carbón para la producción de energía (Eddy, 1981).

Dependiendo de la composición y tipo de lodo, este puede reciclarse al interior del proceso para recuperar ciertos materiales presentes o utilizarse como materia prima para la obtención de un producto de valor agregado. Entre las opciones de valorización de los lodos, en la Tabla 1 se presentan las ventajas y desventajas de las alternativas de aprovechamiento para los lodos.

Tabla 1 Ventajas y desventajas de las alternativas de aprovechamiento de lodos

ALTERNATIVAS	VENTAJAS	DESVENTAJAS
<b>Incineración</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Los biosólidos son reducidos a cenizas in-situ</li> <li>-La combustión destruye todos los microorganismos presentes y oxida los compuestos orgánicos tóxicos.</li> <li>-Los metales pesados en las cenizas son menos solubles.</li> <li>-Un diseño adecuado puede hacer la incineración económicamente viable (Wmacutel, 2004).</li> <li>-pueden ser incinerados para producir energía, generando electricidad o produciendo vapor (principio desecho-a-energía), restringiendo aquellos que no pueden ser eliminados por este procedimiento debido a las</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>-De tipo económico dado que es la alternativa más costosa de eliminación de lodos.</li> <li>-Las instalaciones de incineración suelen plantear comúnmente serios problemas de contestación social. (Wmacutel, 2004)</li> </ul>

	características de sus componentes	
<b>Compostaje</b>	<p>-Se obtiene un producto de alta calidad comercializable para su uso en agricultura.</p> <p>-Admite ser combinado con otros procesos y presenta unos costos iniciales bajos</p>	<p>-Requiere contenidos en sólidos entre el 40 y el 60% así como la incorporación de un agente de textura.</p> <p>-Algunas veces precisa disponer de un sistema de aireado a presión o bien de volteado mecánico, y debido a ello existe una posible dispersión de patógenos a través del polvo.</p> <p>-Precisa la incorporación de otro material como fuente de carbono (Sierra, 1993).</p>
<b>Producción de ladrillos</b>	<p>-Eliminación de metales pesados por medio del proceso de cocción</p> <p>-Se elimina con esta aplicación su potencial de emisión de olores.</p> <p>-Sirven para reforzar la estructura mecánica del ladrillo al quedar incorporados en éste.</p> <p>-Incorporación de materia orgánica, ya que ésta al degradarse y combustionarse durante la cocción, crea una porosidad interna en el ladrillo propiciada por la formación y salida de los gases de descomposición (Navarro N, 2007).</p>	<p>-Se anula la posibilidad de que exista lixiviación y posterior contaminación a causa de estos metales.</p> <p>-Emisión de olores al secar los ladrillos.</p> <p>-Emisión de gases durante la cocción, ya sean gases inorgánicos u orgánicos volátiles (Navarro ,2007).</p>
<b>Fertilizantes orgánicos</b>	<p>-Mejoran las propiedades físicas de los suelos.</p> <p>-Uso especialmente empleado por que fortalece factores de practicidad y economía para tratar los suelos.</p> <p>-Recirculación de los nutrientes del suelo en donde se aplicaron los lodos.</p> <p>-Recuperación de suelos degradados y erosionados (Daguér G, 2003).</p>	<p>-La dosis a aplicar depende de las condiciones de Nitrógeno y Fósforo de la superficie involucrada.</p> <p>-Si se aplica en exceso, puede afectar el trabajo de los pesticidas y plaguicidas en los suelos (Daguér G, 2003).</p>
<b>Vermiestabilización o Vermicomposteo</b>	<p>- Se refiere al uso de lombrices de tierra para tratar los lodos, convirtiéndolo en un material inodoro y con gran contenido de nutrientes. Esto también se conoce como bio-transformación.</p> <p>-Se logra la reducción de microorganismos patógenos, cerca de un 100%.</p>	<p>-Solo debe aplicarse para plantas en las cuales la producción de lodo diario no sea superior a los 60 litros por segundo (Daguér G, 2003).</p>

	-Alimento de excelente calidad para las lombrices, ya que contiene los nutrientes suficientes para aportar al crecimiento de las mismas. (Daguér G, 2003).	
--	--	--

Este trabajo de investigación se centra en analizar lodos provenientes de una PTAR industrial de alimentos, no se espera en principio que el lodo presente características de material peligroso (metales pesados o agentes tóxicos), por lo que las opciones de valorización a explorar pueden ser la obtención de energía, el compostaje y la bio-transformación.

La caracterización de los residuos sólidos de una industria alimentaria indica que estos provienen generalmente de las etapas de limpieza, lavado, corte y pelado de la materia prima (frutas y verduras) y de los sistemas de tratamiento. Entre los residuos sólidos más comunes se encuentran los restos de fruta o verdura, envases, embalajes e insumos en mal estado. Sin embargo, la mayoría de ellos son utilizados como suplemento alimenticio para animales o para el mejoramiento del suelo. (Comisión Nacional del Medio Ambiente, 1998).

La industria de alimentos en estudio en sus procesos de producción llevan a cabo 1- Recibo, 2- Almacenamiento, 3- Tostión, 4- Molienda, 5- Extracción, 6- Enfriamiento, 7- Concentración, 8-secado, 9- Aglomerado, 10- Empaque, los cuales funcionan con diferentes equipos que utilizan energía eléctrica, gas, amoniaco y agua, además de generar residuos sólidos provenientes de compras de materia primas e insumos.

En la planta de tratamiento de aguas residuales de la industria llegan aguas tanto de los procesos de la materia prima (el café), como las aguas domesticas (aguas producto del lavado de las maquinas, de los baños). Un 90% son aguas

industriales y un 10 % son aguas domesticas; otro residuo que llega a la PTAR es la borra (granos gastados) una vez realiza su proceso en los clarificadores.

En la PTAR salen aproximadamente entre 7 a 8 toneladas semanales de lodos, los cuales son colocados en camiones, el costo por viaje es de 300.000 COB- para camiones externos a la industria). Para el camión de la industria cuando se encuentra disponible el valor es entre 11.000 -12.000 COB por tonelada. Actualmente la industria de alimentos debe realizar la caracterización de los lodos TLCP (Toxicity characteristic leaching procedure) como requisito para la disposición final en el relleno sanitario.

En este sentido, el desarrollo de la presente investigación apunta directamente hacia la caracterización fisicoquímica del lodo residual que permitiría aportar a una valorización y aprovechamiento de este residuo, con el fin de que haya una reintegración al ciclo productivo de manera limpia, disminuyendo el impacto sobre el medio ambiente.

## **CAPÍTULO 2**

### **MATERIALES Y MÉTODOS**

#### **4 METODOLOGÍA**

La metodología propuesta para adelantar el proyecto es del tipo cuantitativo-descriptivo (teórico-experimental) y consiste en tres fases principales, así:

La caracterización físico-química de los lodos provenientes de una empresa de una industria de alimentos se llevó a cabo en el laboratorio de Calidad de aguas de la Universidad Católica de Manizales, ubicado en el departamento de Caldas a 2200 m s.n. m, coordenadas geográficas 5°03'58" latitud Norte y 75°29'05" latitud Oeste, temperatura promedio de la ciudad es 16,7 °C (62 °F).

Las técnicas que se realizaron en el laboratorio son las siguientes:

##### **4.1 ANALISIS FISICOQUÍMICO**

Los parámetros para el análisis físico químico del lodo son las siguientes:

1. pH :método potenciométrico
2. Humedad: Método Gravimétrico
3. Capacidad de intercambio catiónico: método del acetato de amonio 1M a pH 7
4. Nitrógeno total método Kjeldahl modificado
5. Materia Orgánica: Método de calcinación
6. Densidad real: Método picnómetro (cuantificación de la masa en volumen conocido)
7. Conductividad eléctrica filtración al vacío de un extracto acuoso.

El proyecto se llevó a cabo en los laboratorios de calidad de aguas y operaciones unitarias de la Universidad Católica de Manizales. Las muestras de los lodos se

obtendrán de una PTAR industrial perteneciente a una empresa ubicada en la zona industrial de Juanchito (Manizales).

La recolección de las muestras del lodo, se realizó durante diferentes días con el fin de analizar los resultados de esta, ya que la PTAR a causa de su operación y los cambios en la planta de producción, ocasionan variaciones en la composición del lodo residual.

No se describen en la literatura métodos de análisis fisicoquímico para lodos residuales. Metodológicamente, el lodo residual ha sido interpretado aquí como análogo a un suelo, razón por la cual se han implementado los “Métodos Analíticos del Laboratorio de Suelos” propuestos por el Instituto Agustín Codazzi (IGAC). Adicionalmente, se han cotejado otros procedimientos propuestos en la literatura para la caracterización de lodos residuales específicos, como los métodos de análisis del ICONTEC, Universidad de Caldas y la Universidad Nacional sede Bogotá.

Finalmente en el laboratorio de Nutrición Animal y Vegetal de la Universidad de Caldas se llevaron a cabo los análisis fisicoquímicos de los parámetros pH, humedad, nitrógeno total, ceniza, materia orgánica y proteína bruta, los cuales se compararon con los resultados obtenidos por el laboratorio de Calidad de aguas de la Universidad Católica de Manizales. Cabe aclarar que ambos laboratorio utilizaron el mismo procedimiento para cada análisis correspondiente con el fin corroborar los datos obtenidos y procedimientos realizados en la investigación; Otros parámetros que se determinaron en el laboratorio de la Universidad de Caldas son fosforo, potasio, calcio, magnesio, sodio, hierro, cobre, manganeso y zinc, micro y macro elementos que nos aportaran información relevante para determinar el uso más adecuado al lodo residual. (ver anexo 4).

En el Anexo 2. se presenta mediante diagrama de flujo los procedimientos que se implementaron para la caracterización de los lodos, Los cuales se describen a continuación.

#### **4.1.1. PREPARACIÓN DE LA MUESTRA**

##### **4.1.1.1 PRINCIPIO**

Anterior al secado, la muestra debe preservarse en refrigeración a 4°C en un recipiente preferiblemente de plástico o porcelana, para así no alterar sus características organolépticas, fisicoquímicas y microbiológicas. (IGAC I. G., Métodos Analíticos del Laboratorio de Suelos. Sexta edición., 2006)

La preparación de la muestra tiene como fin la homogenización del lodo para su posterior análisis físico y químico. Es común que los lodos contengan una humedad que impida contar con una muestra representativa. Con el objetivo de disminuir la variabilidad de las muestras posteriores que se emplearán en el análisis; se realiza un secado y posteriormente un tamizado. Teniendo en cuenta que los implementos a utilizar no deben liberar elementos que intervengan en las pruebas.

##### **4.1.1.2 PROCEDIMIENTO**

1. Llevar las capsulas de porcelana a 40°C durante 2 horas para retirar su humedad, el volumen de las capsulas depende de la cantidad de lodo a secar.
2. Posteriormente, homogenizar la muestra
3. Separar las alícuotas
4. Retirar las capsulas de porcelana del secado (si es el caso, colocarlas en el desecador)
5. Incorporar las alícuotas a las capsulas de porcelana
6. Llevar al horno la muestra a 60°C durante 2 días
7. Finalmente, tamizar la muestra hasta obtener un material fino y homogéneo (Tabla 2)
8. Llevarla al desecador (verificar peso constante).



**Nota 1:** el secado a 60°C se hace con el objetivo de reducir la descomposición en materiales con alto contenido orgánico. (Instituto Nacional de Vías, (s.f)). Asimismo, a una temperatura mayor a 60°C se puede presentar pérdida de carbono (Kauffman, (s.f))

Tabla 2 Orden de los tamices

Número de Tamiz	Apertura de la malla (mm)
40	0.41910mm
30	0.59436mm
20	0.84074mm
16	1.1913mm
10	1.9990mm

#### 4.1.1.3 LEGISLACION

#### **NORMA TÉCNICA COLOMBIANA NTC ISO 11464 Gestión ambiental. Calidad del suelo, pretratamiento de las muestras de suelo para análisis fisicoquímicos**

Esta norma especifica el pretratamiento requerido para muestras de suelo que se van a someter a análisis fisicoquímicos y describe los siguientes cinco tipos de pretratamiento de muestras: secado, triturado, tamizado, división y molienda.

#### **4.2 PROTOCOLOS DE LOS METODOS ANALITICOS**

A continuación se presentan los protocolos de los métodos analíticos de la caracterización fisicoquímica realizada al lodo residual en las instalaciones del Laboratorio de Calidad de Aguas de la Universidad Católica de Manizales. Los

parámetros se seleccionaron con base a las condiciones que se requieren para el desarrollo de cada prueba, los equipos, reactivos e implementos existentes en el laboratorio de calidad de aguas y la universidad.

Los parámetros fisicoquímicos que caracterizan a un lodo residual son: contenido de elementos menores, contenido de metales pesados, contenido de magnesio, densidad real o aparente, nitrógeno total, fosforo disponible, carbono orgánico, contenido de potasio total, conductividad eléctrica, contenido de calcio, capacidad de intercambio catiónico, pH, y humedad. En la Universidad Católica de Manizales se han implementado los procedimientos de nitrógeno total, humedad, pH, conductividad eléctrica, capacidad de intercambio catiónico, carbono orgánico y densidad real.

De acuerdo con esto, cada procedimiento de los parámetros estudiados en este trabajo se exponen con los siguientes componentes descriptivos: un principio físico, el objetivo, la importancia, la calibración si es el caso, materiales e instrumentos, procedimiento, cálculo, rangos, análisis y la legislación. En algunos casos se han adaptado tablas para la interpretación de análisis de suelo, puesto que en la bibliografía no se cuenta con tablas para lodos, siendo las primeras tablas una guía base para la clasificación de lodo debido a que se espera una aplicación del lodo residual en el suelo. Finalmente para cada parámetro se tienen algunas notas las cuales ayudan a la comprensión y desarrollo de los protocolos. Para cada análisis se realizaron tres replicas las cuales se pueden evidenciar sus resultados con su respectiva desviación en el capítulo 3.

Por otro lado como se había mencionado anteriormente los análisis realizados en el laboratorio Nutrición Animal y Vegetal determinó conductividad eléctrica en mediante el método de relación 1:1 y en el laboratorio de Calidad de aguas por el método de extracto de saturación por lo cual no podrá ser comparado el procedimiento como tal, más si el resultado; debido a que en el laboratorio de

Calidad de aguas no cuenta con el equipo para determinar un semisólido y sólido. Además, el análisis de capacidad de intercambio catiónico no podrá ser comparado con los análisis de la Universidad de Caldas, puesto que estos no cuentan con los procedimientos para dicho análisis.

Finalmente se comparó y analizó el agua utilizada para llevar a cabo los análisis fisicoquímicos de laboratorio, dicha comparación se hizo entre el agua destilada (agua generalmente utilizada en El Centro Administrativo de Laboratorios, Equipos y Reactivos-CALER) y agua desionizada, ya que según los protocolos del IGAC la conductividad del agua utilizada en los análisis fisicoquímicos debe ser muy baja.

Según la literatura el agua desionizada es aquella a la cual se le han quitado los cationes, como los sodio, calcio, hierro, cobre y otros, y aniones como el carbonato, fluoruro, cloruro, etc. mediante un proceso de intercambio iónico y el agua destilada es aquella a la que se le ha eliminado prácticamente la totalidad de impurezas e iones mediante destilación (el agua llega a su punto de ebullición y se recogen sus vapores, condensándolos). La eficiencia del proceso de purificación determina el nivel de pureza del agua. Por lo cual la conductividad del agua es el parámetro que mejor define el nivel de pureza, la conductividad del agua se mide en  $\mu\text{S}/\text{cm}$  (microsiemens/cm); cuánto más bajo sea este valor, más pura será el agua, aunque existen otros parámetros que determinan sus propiedades físico-químicas (dureza, pH, concentración de cloruros, calcio, sílice, etc). (ADESCO, S.A., (s.f)).

Se realizaron tres replicas para cada análisis fisicoquímico comparando a su vez el agua, es decir se realizaron tres replicas con agua destilada y tres replicas con agua desionizada para los parámetros que requerían la utilización y el manejo de agua. Cabe aclarar que los reactivos preparados también fueron elaborados con estos dos tipos de agua y el agua utilizada para los análisis en el laboratorio animal y vegetal de la Universidad de Caldas fue el agua desionizada. Dicha

comparación arrojará que agua es más apta para el análisis fisicoquímico del lodo residual.

#### 4.2.1 pH

**Método:** Método potenciométrico: relación sólido: agua (1:1 1:2 1:3)

**Nota 2.**

La medida del pH se puede realizar mezclando la muestra con agua o con cloruro potásico a diferentes concentraciones; esto se debe tener en cuenta si se van a comparar datos de diferentes laboratorios o del mismo en épocas diferentes, ya que los resultados obtenidos pueden ser diferentes.

Se recomienda realizar una prueba de todos los instrumentos y reactivos (si se requieren) antes de empezar a realizar el análisis, una vez seguro de su funcionamiento óptimo, se podrá iniciar con la práctica.

##### 4.2.1.1 PRINCIPIO FISICO

El método a emplear es la relación sólido-agua destilada 1:3, empleando pHmetro (WTW 7110). La determinación de pH en lodos debe realizarse tan pronto como sea posible, puesto que sus propiedades pueden cambiar con el paso del tiempo, este método es aplicable a todos los tipos de suelos y a los lodos generados en plantas de tratamiento de aguas residuales.

La determinación del pH está basada en la medida de la actividad de iones hidronio ( $H^+$ ) en la suspensión lodo: agua, establecida con base en una relación peso: volumen. El pH es definido como el logaritmo negativo en base 10 de la actividad del ion hidronio.

Para medir el pH se usan métodos potenciométricos, los cuales se basan en la comparación entre el potencial eléctrico producido por los iones  $H^+$  en solución y el

potencial constante que produce un electrodo de referencia. El pH varía con respecto a la temperatura por lo que es necesario corregir la lectura a la temperatura a la cual esté calibrado el electrodo (Jaramillo, 2002, Pág 361).

La medición de pH se hace generalmente en una suspensión lodo: agua en relación 1:1, sin embargo, existen otras suspensiones ampliamente utilizadas como son lodo: KCl 1M en relación 1:1 ó suelo: CaCl<sub>2</sub> 0.01M en relación 1:2 (Jaramillo, 2002, Pág 361).

#### 4.2.1.2 OBJETIVO

Determinar la medición del pH de las muestras de lodo mediante el método potenciométrico

#### 4.2.1.3 IMPORTANCIA

Los lodos residuales pueden presentar un rango amplio con respecto al pH. Dado que los suelos presentan valores desde ácidos a fuertemente alcalinos, la aplicación de los lodos como enmienda puede tener un efecto amortiguador del pH (Ministerio de Medio Ambiente y Medio Rural y Marino, 2009).

La solubilidad de muchos contaminantes inorgánicos cambia en función del pH y normalmente su movilidad disminuye con altos valores de pH (García, Rehabilitación de un suelo con bajo perfil de nutrientes aplicando biosólidos como fertilizante, 2011).

El pH es muy importante en las propiedades del suelo porque: Regula las propiedades químicas del suelo y su fertilidad.

- ✓ Es uno de los principales responsables en la disponibilidad de nutrientes para las plantas, influyendo en la mayor o menor asimilabilidad de los diferentes nutrientes

Considerándose en conjunto los efectos producidos por los diferentes valores de pH en cuanto a la absorción de los nutrientes, puede decirse que el pH “ideal” está entre 6 y 7, presentándose en zonas húmedas y valores entre 5-7 y 7-8 para zonas áridas (Ecohortum, 2013)

- ✓ Determina la disponibilidad del resto de los cationes para las plantas.
- ✓ Influye sobre la CIC, que es menor en suelos ácidos que en los básicos.

Influye sobre las propiedades biológicas del suelo:

- ✓ Tanto las plantas como los microorganismos del suelo presentan un determinado intervalo de pH óptimo para su crecimiento, generalmente próximo a la neutralidad.

Los suelos ácidos y muy ácidos no son adecuados para el correcto desarrollo de los cultivos ya que provocan:

- ✓ Carencia de Ca para plantas y microorganismos.
- ✓ Exceso de Al y Mn en la solución del suelo, tóxico para la vegetación (Báscones E. , (s.f))

La toxicidad del Al es probablemente el factor que más limita el crecimiento de las plantas en suelos fuertemente ácidos (pH menor que 5.5 en la mayoría de los suelos). El H<sup>+</sup> solamente es tóxico a un pH menor que 4.2.

El pH del suelo tienen influencia varios factores, entre los que se incluyen: material de origen y profundidad del suelo, precipitación, inundación, vegetación natural, cultivos sembrados y fertilización nitrogenada. (Cerón, (s.f) Pág 44)

#### 4.2.1.4 CALIBRACION DEL pH-METRO

Se debe realizar la calibración para cada equipo que se utilice para la determinación de cada método analítico.

##### ***Calibración del pH-metro***

Calibrar el pH-metro permite asegurar la fiabilidad de este instrumento, este es un dispositivo electrónico que se compone de un electrodo de referencia, un electrodo de respuesta al pH y un instrumento de medida de potencial.

**Nota 3.** Se deben adquirir ya sea preparando o comprando las siguientes soluciones tampón: Tampón pH 4, Tampón pH 7, Tampón pH 9.

El pH de estas soluciones pueden cambiar según su antigüedad y almacenamiento, por eso debe tenerse en cuenta la fecha de vencimiento que aparece en la etiqueta del envase y deben mantenerse guardadas en nevera en el envase original.

**Nota 4.** Las precauciones a considerar.

- ✓ La variación de temperatura de todas las disoluciones empleadas, patrones de calibración y disoluciones de referencia no debe exceder 1°C.
- ✓ El electrodo combinado de vidrio debe estar en perfectas condiciones de uso, completamente inundado de disolución de electrolito KCl 3M y sin defectos aparentes.
- ✓ Seguir la instrucción correspondiente para la medida de pH.

1. Conectar el medidor de pH (On). El sistema de medida del pH debe estar funcionando durante al menos 30 minutos antes de iniciar el proceso de calibración.
2. Limpiar el electrodo exteriormente con abundante agua destilada y secar con papel suavemente

Presionamos el botón CAL

3. Sumergir el electrodo en la solución tampón a temperatura controlada. La solución utilizada debe ser la de pH más próximo al pH interno del electrodo de vidrio, que suele ser pH 7.
4. Esperar el equilibrio térmico durante aproximadamente 1 minuto. con cuidado de no sumergirlo más allá de la marca que garantiza la estanqueidad.
5. Agitar suavemente en círculos la solución amortiguadora, observando el medidor hasta que la lectura de pantalla se estabilice.
6. Retirar el electrodo de la disolución y lavarlo con abundante agua destilada o con la solución tampón que será utilizada a continuación. Pueden secarse los electrodos sin frotar.
7. Sumergir el electrodo en otro vaso que contenga otra disolución tampón de pH diferente a la anterior (suele utilizarse pH 4). Esperar a su estabilización.
8. Presionar ahora el botón HOLD/CO finalizado

De esta forma el aparato queda ajustado en toda su escala y listo para realizar medidas de pH sobre sustancias de pH desconocido.

La escala ha quedado ajustada en dos puntos de la recta que relaciona los potenciales (mV) generados por el electrodo en función del pH de las disoluciones en que se sumerge.

Si se requiriese el ajuste empleando además otro punto de calibración (por ejemplo, pH 9) deberán repetirse los puntos 3) a 8).

9. No secar (Equipos y Laboratorios de Colombia, (s.f)).



#### 4.2.1.5 PROCEDIMIENTO E INSTRUMENTOS

**Nota 5.** La determinación de pH en lodos debe realizarse tan pronto como sea posible. Este método es aplicable a todos los tipos de muestras solidas (lodo, suelo, residuos sólidos) y a los lodos generados en plantas de tratamiento de aguas residuales.

**Nota 6.** En suelos o lodos orgánicos aumentar la relación muestra: agua a 1:5 o hasta que se homogenice totalmente.

**Observación:** El análisis debe tener como mínimo tres réplicas para su posterior comparación y determinación del promedio.

#### 4.2.1.6 MATERIALES Y REACTIVOS

##### **Materiales**

- Balanza de 0.1 g de precisión
- Potenciómetro
- Toalla de papel
- Frasco lavador
- Dispensador de volumen variable de 10 ml de capacidad
- Beaker de 10 ml (4)
- Agitador o varillas de vidrio o de plástico.
- pinzas

##### **Reactivos**

- Agua destilada
- Muestra problema (lodo)
- Solución buffer pH 7.00 y 4.00.

#### 4.2.1.7 PROCEDIMIENTO DETERMINACION DEL pH

1. Marcar la muestra

Ajustar la balanza a las condiciones normales de operación

2. Pesar 10 gr de muestra previamente secada y tamizada por 2 mm, ponerlos en un vaso de vidrio de 100 ml o 50 ml.

3. Verter 10 ml de agua destilada y agitar con varilla de vidrio hasta formar una suspensión homogénea, aproximadamente durante un minuto.

4. Si se forma la suspensión continuar con el procedimiento. Si no se forma la suspensión agregar agua hasta que todo quede homogenizado, anotar el volumen añadido

Dejar la muestra en reposo durante 30 minutos.

5. Encender el potenciómetro

Calibrar el potenciómetro con una porción de 10 ml de las soluciones tampón pH 7.00 y pH 4.00. (Estas porciones deben ser cambiadas periódicamente, como mínimo una vez al mes).

6. Homogenizar la muestra antes de la lectura.



Figura 2. Homogenización de la muestra para la medición de pH

Lavar y secar con toalla de papel, el electrodo antes de cada muestra.

7. Medir el pH de la muestra de la siguiente manera: agitar vigorosamente con el recipiente de vidrio.
8. Leer el pH hasta que la lectura sea estable por lo menos durante 15 segundos
9. Reportar los resultado con dos cifras decimales, e indicar la relación suelo: agua de la suspensión o si se utilizó otra solución diferente a agua destilada
  
10. Lavar el electrodo con ayuda del frasco lavador, empleando abundante agua hasta retirar todos los rastros de lodo (secar con cuidado) (IGAC I. G., Métodos Analíticos del Laboratorio de Suelos. Sexta edición, Analisis de pH, Metodo relacion Agua:Suelo, 2006).

#### **Notas 7.**

- ✓ En caso que el lodo absorba toda el agua y dificulte la realización de la lectura de pH (como sucede con lodo oscuros que contienen niveles muy altos de materia orgánica), amplíe la relación lodo: agua siguiendo relaciones en números enteros hasta que se logre obtener una suspensión homogénea.
- ✓ Nunca deje el electrodo al aire por largos periodos de tiempo (más de 15 minutos). Mantenga permanentemente el electrodo en KCl 3M cuando el equipo no esté siendo utilizado

#### 4.2.1.8 RANGOS Y ANALISIS

##### **Interpretación y análisis de los resultados**

A continuación se tienen algunas interpretaciones para el residuo sólido en estudio, siendo este adaptado a la interpretación y clasificación de suelo, debido a que el lodo se aplicara al suelo, mejorando las propiedades fisicoquímicas del suelo por lo cual la tabla 3 nos ayudara a determinar el rango de pH en el que se encuentra el lodo residual en estudio. De acuerdo con el valor de pH que presenten y con el método utilizado para determinarlo, los suelos se califican de

varias maneras, según diferentes autores, para este caso utilizaremos la calificación de acuerdo al Instituto Colombiano Agropecuario-ICA:

Tabla 3 Clasificación del pH de la muestra (lodo)

pH (medio en agua, en disolución 1:2)		Tipo o reacción		Observaciones
<b>&lt;5,5</b>	< 4,5	Extremadamente ácido	<b>Muy ácido</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Dificultad para la retención de muchos nutrientes</li> <li>-Posible toxicidad del aluminio</li> <li>-Posibles deficiencias de P, Ca, Mg. Es necesario encalar para la mayoría de los cultivos.</li> </ul>
	4,5-5,0	Muy fuertemente ácido		
	5,1-5,5	Fuertemente ácido		
<b>5,5-6,5</b>	5,6-6,0	Medianamente ácido	<b>Ácido</b>	Baja solubilidad del P y regular disponibilidad del Ca y Mg. Algunos cultivos como las leguminosas requieren encalamiento
	6,1-6,5	Ligeramente ácido		Condición adecuada para el crecimiento de la gran mayoría de los cultivos
<b>6,5-7,5</b>	6,6-7,3	Neutro	<b>Neutro</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Intervalo óptimo para los cultivos</li> <li>-Buena disponibilidad de Ca y Mg; moderada disponibilidad de P y baja disponibilidad de micronutrientes a excepción del Mo.</li> </ul>
<b>7,5-8,5</b>	7,4-7,8	Medianamente básico	<b>Básico</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Posible exceso de carbonatos. Baja solubilidad del P y de micronutrientes a excepción del Mo.</li> </ul>
	7,9-8,4	Moderadamente básico		

				Se inhibe el crecimiento de varios cultivos. Es necesario tratar el suelo con enmiendas.
<b>&gt;8,5</b>	8,5-9,0	Ligeramente alcalino	<b>Muy básico</b>	-Posible exceso de Na intercambiable. Se inhibe el crecimiento y desarrollo de la mayoría de los cultivos, posible aparición de clorosis férrica Es necesario tratar el suelo con enmiendas.
	9,1-10,0	Alcalino		
	>10,0	Fuertemente alcalino		

\*Fuente: Rioja Molina, A (2002), apuntes de Fitotecnia general, E.U.I.T.A, Ciudad Real

Teniendo en cuenta que el pH del suelo es vital para el desarrollo de cultivos a continuación se presenta la Interpretación del pH en la reacción en suelos o residuos sólidos ácidos y neutros que se debe tener en cuenta para ciertos cultivos.

La mayoría de elementos esenciales y de cultivos se comportan bien a pH entre 5.5 y 6.7 y tienen su pH óptimo entre 6.2 y 6.5

- Plantas con rango entre 4.8 y 5.5: Piña, yuca, papa y pastos gordura, braquiaria y puntero.
- Plantas con rango de pH entre 5.6 y 6.4: Arroz, maíz, tomate, trigo, frijol.
- Plantas con rango de pH entre 6.5 y 7.3: Alfalfa, trébol, algodón, coliflor, caña de azúcar. (Jaramillo, 2002, Pág 361)

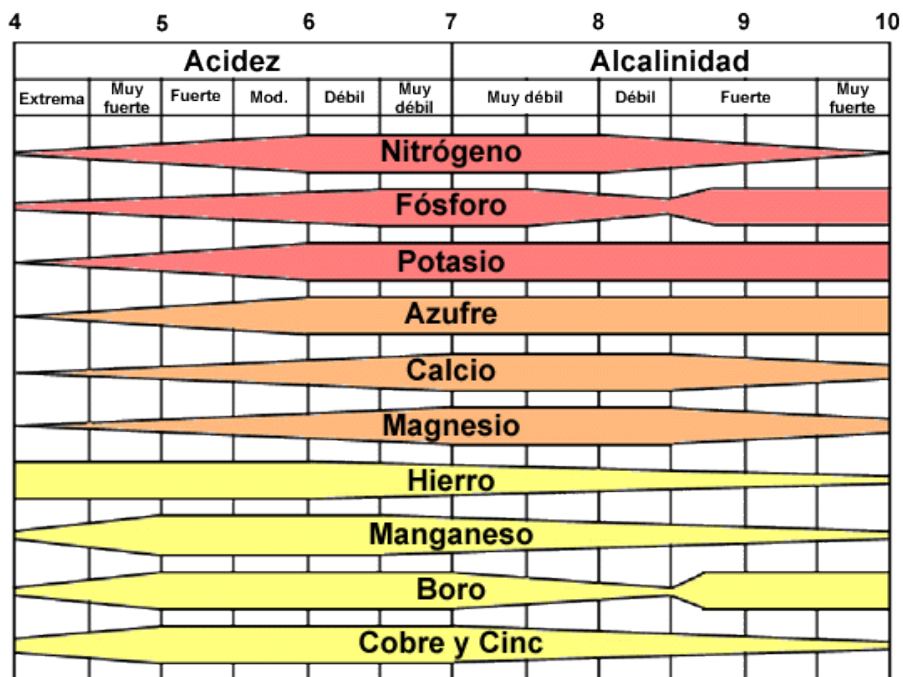
En el rango de acidez del suelo, se puede decir

- Cuando los suelos tienen un pH por debajo de 5,2: se tiene problema de aluminio intercambiable

- Si el suelo tiene un pH por encima de 5,2: se puede decir que el suelo no tiene problemas de aluminio y tiene unos contenidos adecuados de calcio, de magnesio, sodio y de potasio
- La gran mayoría de los cultivos en Colombia se producen en suelos con pH por encima de 5,2 pero no puede pasarse de 6.5, ya que ocasionaría otros inconvenientes en cuanto a los microelementos.

Prácticamente la disponibilidad de todos los nutrientes de la planta está controlada por el pH del suelo como se aprecia en la figura 3, en la cual se representa la solubilidad de los nutrientes en el suelo, en relación con el pH del mismo.

En esta figura el mayor espesor de la barra correspondiente a un elemento indica la mayor disponibilidad de él en la solución del suelo, y el rango de pH en el cual se presenta, ese mayor espesor es el rango óptimo de suministro de dicho elemento; a medida que el espesor de la barra se va haciendo menor, va disminuyendo la disponibilidad del nutriente (Peña D. , 2005)



**Figura 3** Representación de la solubilidad de los nutrientes en el suelo, en relación con el pH

#### 4.2.1.9 CORRECCIÓN DEL PH

**Para suelos muy ácidos:** agregar encalado (óxido de calcio CaO o carbonato de calcio de CaCO<sub>3</sub>), donde el ion H de la molécula se reemplaza por el catión calcio

**Suelos muy alcalinos:** agregar de azufre (en polvo o molido), inicialmente se oxida y luego esos radicales oxidados toman el hidrogeno del suelo formando H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (ácido sulfúrico), este se disocia y los H pasan a sustituir las bases de la molécula

#### 4.2.1.10 LEGISLACION

Las regulaciones de biosólidos en el mundo tienen varias consideraciones. Por ejemplo, establecen límites y parámetros en las concentraciones de metales pesados. En EEUU y la UE existen normativas muy similares al respecto, las cuales han sido imitadas en muchos otros países. En España se tienen en cuenta valores límite de metales pesados dependiendo del pH del suelo.

✓ La legislación Colombiana se refiere a los biosólidos y su relación con el pH en el Decreto A 456 *“Por la cual se establecen los criterios de calidad y uso para el aprovechamiento y disposición final de los Biosólidos generados en plantas de tratamiento de aguas residuales municipales y se toman otras determinaciones”*

**Parágrafo 6.** Para facilitar la toma de decisión sobre el aprovechamiento de los biosólidos, se podrán realizar análisis de carácter físico, tales como pH, % de Humedad y Densidad real.

- ✓ La norma técnica Colombia 5167: Productos para la Industria Agrícola, Productos orgánicos usados como abonos o fertilizantes y enmiendas de suelo, define algunos productos orgánicos empleados como fertilizantes o abonos y enmiendas del suelo, establece un uso al producto dependiendo de su caracterización, por ello se debe tener en cuenta la norma y con los requisitos determinados por la norma.

Teniendo en cuenta las características del lodo en estudio se determina algunos usos específicos y sus requisitos en cuanto a su pH.

- Enmienda orgánica no húmica: Si el producto se disuelve en agua, su disolución no debe desarrollar pH alcalino.
  - abono orgánico mineral sólido: pH, reporta. Se indicará la materia prima de la cual procede el producto.
- ✓ Dentro de los métodos del EPA (Environmental Protection Agency) de los Estados Unidos, se puede encontrar el método EPA 9045 D- SOIL AND WASTE pH, el cual contiene el procedimiento para el análisis del pH en suelos, el cual es muy similar al procedimiento del IGAC del cual está basado este documento.

**Nota 8.**

A la muestra a la que se le realizara este procedimiento proveniente de una planta de tratamiento de agua residual de una industria de alimentos se le realiza un tratamiento químico; el cual consiste en la adición de cal al lodo para elevar el pH.

La cal es el reactivo que más se utiliza por su reducido costo y alcalinidad, realiza principalmente una acción bactericida, llevando al bloqueo temporal de fermentaciones ácidas; la estabilización alcalina pretende aumentar el pH por



encima de 12 unidades y mantenerlo durante 72 horas como mínimo, para lograr la reducción significativa de patógenos y la estabilización del lodo; adicionalmente, este valor de pH sobrepasa los límites de tolerancia para el crecimiento y supervivencia de organismos tan resistentes como los huevos de helmintos (EPA, 2003).

Por ejemplo, un suelo con pH de 6.0 tiene 10 veces más actividad de iones H<sup>+</sup> que uno de pH 7.0. La necesidad de cal se incrementa rápidamente a medida que el pH del suelo se reduce.

#### **4.2.2 HUMEDAD**

De acuerdo con el Ministerio de Obras Públicas y comunicaciones, Los siguientes errores posibles causarían determinaciones imprecisas de la humedad.

- a) Muestra demasiado pequeña: mientras más grande es la muestra, más precisa es la determinación, debido a que se usan pesos mayores.
- b) Pérdida de humedad antes del pesado de la muestra húmeda: aún en el recipiente cubierto, la muestra puede perder una cantidad significativa de agua, a menos que la pesada se realice pronto.
- c) La muestra se saca del horno antes de obtener la condición de peso constante.
- e) Pesar la muestra secada al horno cuando aún está caliente. La precisión de una balanza sensible puede ser afectada, por estar caliente la muestra y/o el recipiente al realizar la pesada.
- g) Temperatura incorrecta del horno. (Ministerio de obras públicas y comunicaciones, 2014).

#### 4.2.2.1 PRINCIPIO FISICO

En el momento de secar el lodo húmedo hasta un peso constante con una temperatura controlada se especifica el peso de agua eliminada. La disminución del peso a causa del secado es estimado como el peso del agua y el peso del lodo que continua del secado es utilizado como el peso de las partículas sólidas.

Mediante este método el secado en horno a 105°C no cuenta con unos resultados decisivos con materiales que contienen gran porcentaje de agua de hidratación o materia orgánica. Debido a este inconveniente se recomienda secar el lodo en un horno a una temperatura de 60°C o en un desecador a temperatura ambiente.

#### 4.2.2.2 OBJETIVO

Determinar la humedad de las muestras de lodo mediante el método gravimétrico

#### 4.2.2.3 IMPORTANCIA

La humedad es la cantidad de agua por volumen de lodo que se encuentra en una cantidad específica. Disponer del dato de su abundancia es de vital importancia, puesto que “el volumen de lodo depende en su mayoría del contenido de humedad. Un lodo primario tiene del 91 al 95% de humedad, con un valor típico del 94%. En cambio, un lodo secundario, tiene del 98.5 al 99.5% de humedad, con un valor típico del 99.2% (Eddy, 1981)”. (J, 2013)

Autores como (Haug, 1993; Madejón y col, 2002; Jeris y col, 1973) consideran que la humedad de los materiales es la variable más importante en el compostaje y convirtiéndose como un importante criterio para la optimación del compostaje. (Márquez, (s.f))

#### 4.2.2.4 CALIBRACION DE HUMEDAD

- Se verificó el estado de mantenimiento de la estufa y la calibración de la balanza analítica; con la cual se realizan todas las mediciones de peso para humedad
- Se estableció la mejor eficiencia de secado para la estufa entre los crisoles de porcelana; que han sido utilizados históricamente dentro del laboratorio de calidad de aguas de la UCM
- Los recipientes utilizados para la determinación de humedad fueron tarados a una temperatura de 40°C durante 1 día y enfriados en desecador antes de ser utilizados.
- Normalmente, los lodos tienen una humedad que puede dificultar la obtención de una muestra representativa. Por lo tanto, deben secarse y molerse para reducir la variabilidad de las su muestras a usarse en los análisis.
- El secado se realiza a una temperatura no superior a 40°C±2°C y luego la muestra se muele hasta que pase por un tamiz de 2 mm de apertura. Tanto el secado como la molienda deben realizarse usando equipos y materiales que no liberen elementos que serán analizados en las muestras.

#### 4.2.2.5 MATERIALES E INSTRUMENTOS

Las muestras deben mantenerse refrigeradas a 4°C hasta el análisis.

## **Materiales**

- Balanza de 0.1 g de precisión
- Horno de calentamiento termostato
- Espátula metálica acanalada
- Capsula metálica con tapa de ajuste hermética de 15 a 20 g de capacidad

### 4.2.2.6 PROCEDIMIENTO

1. Ajustar la balanza a las condiciones normales de operación
2. Corroborar el número de identificación de cada capsula con su respectiva tapa; pesar el código de identificación de la muestra.
3. Secar las capsulas durante 30 minutos a 105°C para retirar la humedad. Llevar al desecador durante 15 minutos.
4. Poner en la capsula 10 g de lodo para muestra mineral ,5 g para muestra alta en materia orgánica, previamente seco al aire y tamizado por 0,41 mm; Llevar muestra control del proceso analítico.
5. Secar durante 48 horas a 60°C en el horno o la estufa de calentamiento, sin tapar completamente las capsulas para asegurar la completa eliminación de la humedad y obtener un peso constante. Si el equipo se apaga durante el proceso, iniciar nuevamente la etapa de secado.



**Figura 4** Montaje capsulas con tapa y lodo en el horno para humedad

6. Dejar enfriar las capsulas dentro del horno o la estufa durante 2 h ; tajarla herméticamente, retirarlas del horno y pesarlas de inmediato
7. Ajustar la balanza a las condiciones normales de operación
8. Pesar la capsula con la muestra y anotar el dato con dos decimales en la hoja de registro
9. Disponer adecuadamente de los residuos generados
10. Realizar cálculos

#### 4.2.2.7 CÁLCULO

$$pw (\%) = \frac{(P_{mh}-P_c)-(P_{ms}-P_c)*100}{(P_{mh}-P_c)} \text{ (Ecuación 1).}$$

Donde

Pw= porcentaje de humedad en el lodo a 105 °C

Pmh= peso de la muestra más el peso de la capsula antes del secado a 105°C

Pms= peso de la muestra más el peso de la capsula después del secado a 105°C

Pc= peso de la capsula

#### 4.2.2.8 RANGOS Y ANALISIS

Con base al reglamento técnico del sector de agua potable y saneamiento básico y ambiental - RAS (sección II, título f) en su Tabla F.6.3. Límites máximos permisibles en el compost; en categoría A y categoría B, definidos de acuerdo con el uso final se encuentra que el contenido de humedad (%) para la categoría A debe ser  $\leq 20$ ; y para la categoría B debe contar con un porcentaje  $\leq 25$ .

Una excesiva humedad tapona los poros y limita el intercambio de gases y el aporte de oxígeno, dando lugar esto último al predominio de las condiciones anaerobias en la masa de compostaje, lo que se traduce en fenómenos de putrefacción, malos olores, etc. Además, un exceso de humedad combinado con una escasa retención hídrica del sustrato originará con toda probabilidad fenómenos de lixiviación, repercutiendo en pérdidas de agua y elementos nutritivos del sustrato, así como la necesidad de un control de los mismos para evitar la contaminación de las zonas adyacentes al área de tratamiento.

#### **Nota 9.**

- El secado realizado a 105°C en lodos con alto contenido de materia orgánica puede ocasionar pérdida de masa debido a la oxidación y volatilización de compuestos orgánicos, también esto ocurre para aquellos suelos o lodos que comprenden en sus compuestos yeso u otros minerales, puesto que contienen gran cantidad de agua de hidratación. De esta manera, es recomendable el secado de la muestra en un horno a una temperatura de 60°C o en un desecador a temperatura ambiente.

- Asimismo, este método cuenta con la ventaja de ser sencillo y no emplear instrumentos complejos y con la desventaja de no tener una medición in situ y el muestreo es destructivo al sitio.
- Respecto al horno, debe ser controlado termostáticamente con una temperatura uniforme de  $105 \pm 5^{\circ}\text{C}$  en toda la cámara de secado.
- La balanza debe contar con una precisión  $\pm 0.01$  g para muestras que correspondan a una masa  $\leq 200$  g;  $\pm 0.1$  g para aquellas muestra con una masa entre 200 y 1000 g y  $\pm 1$  g para muestras con una masa  $>1000$  g.
- Los recipientes para el almacenamiento de la muestra deben estar elaboradas a partir de un material resistente a la corrosión y a cambios en su masa, en el momento de ser sometidos a constantes calentamientos, enfriamientos y operaciones de limpieza.
- Se emplearan recipientes con tapas de cierre hermético para muestras con masa  $\leq 200$  g; y recipientes sin tapa para muestra con una masa  $\geq 200$  g. las tapas con cierre hermético se hace con el fin de prevenir pérdidas de humedad de la muestra antes del pesaje inicial y para impedir la absorción de humedad procedente de la atmosfera luego del secado y antes del pesaje final.

#### 4.2.2.9 LEGISLACION

Según la resolución 00150, Anexo 7 de enero 21 de 2003, del Instituto Colombiano Agropecuario-ICA, por la cual se adopta el reglamento técnico de

fertilizantes y acondicionadores de suelos para Colombia, Guía para la presentación de protocolos para ensayos de eficacia de fertilizantes, con fines de registro, se considera como condiciones importantes la humedad del suelo. (Instituto Colombiano Agropecuario, 2003).

### **NORMA TÉCNICA NTC COLOMBIANA 1495, 2013-04-17**

Esta norma cubre la determinación en laboratorio del contenido de agua (humedad) de suelos, rocas y materiales similares con base en la masa, en donde la reducción de la masa por secado, se debe a la pérdida de agua.

En esta recomiendan explícitamente que la muestra a analizar debe almacenarse en recipientes no corrosivos y herméticos, mantener la a una temperatura entre 3° y 30° C y en un área en la cual no tengan contacto directo con la luz solar (cuarto oscuro).

La determinación del contenido de agua (Humedad) se deberá hacer tan pronto como sea posible después de la preparación de la muestra, especialmente si se usan recipientes potencialmente oxidables (como tubos de acero de pared delgada, latas de pintura, etc) o bolsas plásticas.

#### **En dicha norma se define**

Contenido de agua por masa (de un material) -Humedad. La proporción que se expresa como el porcentaje de la masa de agua de “poros” o “libre” en determinada masa de material, con respecto a la masa de material sólido. Una temperatura normalizada de 110 °C ± 5 °C se usa para determinar estas masas.



**NORMA TÉCNICA COLOMBIANA NTC 1886, 1983-09-07, Ingeniería civil y arquitectura. Suelos. Determinación de humedad, cenizas y materia orgánica.**

Esta norma establece los métodos para determinar el contenido de humedad, de ceniza y de materia orgánica en los suelos en forma de turba, en ella se encuentran dos métodos para determinar la Humedad, procedimientos, metodológicas y ecuaciones.

#### **4.2.3 CAPACIDAD DE INTERCAMBIO CATIONICO, CIC**

**Método:** Acetato de amonio N, pH 7

##### **4.2.3.1 PRINCIPIO FISICO**

El método se basa en la saturación de los sitios de intercambio con el ión amonio mediante la aplicación a la muestra de un exceso de acetato de amonio. La concentración normal que se usa asegura una completa saturación de la superficie de intercambio, y como está amortiguada a pH 7.0, se logra mantener un cierto valor de pH. (Luis C., 2006)

Posteriormente la muestra es lavada con etanol para eliminar o desplazar el exceso de saturante de amonio no intercambiado presente en el lodo y para minimizar la pérdida del amonio adsorbido. El  $\text{NH}_4^+$  que ocupa los sitios de cambio es reemplazado luego por  $\text{Na}^+$  mediante lavado de la muestra con una solución de cloruro de sodio al 10%.

Finalmente a la solución extraída se le adiciona formaldehído que reacciona con el cloruro de amonio formado para producir ácido clorhídrico, el cual es valorado por titulación con hidróxido de sodio.

#### 4.2.3.2 OBJETIVO

Determinar las condiciones para la medición de la capacidad de intercambio catiónico en muestras de biosólido o suelo, por el método del acetato de amonio 1M a pH 7. Este método se recomienda para suelos o lodos con pH mayor de 5.5.

#### 4.2.3.3 IMPORTANCIA

La CIC o capacidad de intercambio catiónico es la capacidad del lodo para retener e intercambiar diferentes elementos minerales. Esta capacidad aumenta notablemente con la presencia de materia orgánica; por lo anterior, se puede decir que es la base de fertilidad del suelo. (Arias, 2007)

- ✓ A veces la medición de cada catión es mucho más válida para indicar la fertilidad del suelo que la medición de la capacidad de Intercambio catiónico (CIC). Sin embargo, la CIC se evalúa para valorar la fertilidad potencial del suelo. (McKean, 1993)
- ✓ La CIC depende de la textura del suelo y del contenido de materia orgánica. En general, entre más arcilla y materia orgánica en el suelo, la capacidad de intercambio es mayor. (Arias, 2007).
- ✓ Favorece la microestructura del suelo siendo un elemento muy positivo en la lucha contra la erosión de los suelos. Y en general favorece también el desarrollo de microfauna edáfica. Todos estos factores hacen que este parámetro sea muy útil para conocer de forma indirecta la fertilidad de un suelo determinado.

En general, en la mayoría de los suelos y lodos la CIC aumenta cuando se presentan incrementos en el pH. (Arias, 2007).

- ✓ Su importancia agronómica: Influye en propiedades físicas (estructura, estabilidad estructural, retención de agua), químicas (acidez, alcalinidad), fertilidad (reposición de nutrientes).

#### 4.2.3.4 CALIBRACION DE CIC

Para el análisis de capacidad de intercambiado cationico es necesario realizar la estandarización o normalización para los reactivos que se utilicen en el procedimiento (depende del reactivo); para la elaboración de este análisis basta utilizar la bomba de filtración, embudo y un erlenmeyer, por lo cual no es necesario la calibración de estos instrumentos, por ende solo es necesario asegurarse que la boba funcione adecuadamente y que ninguno de los instrumentos de vidrio o acrílico se encuentren quebrados.

Aunque los instrumentos que se utilizaran para esta prueba no tienen una calibración específica, se puede realizar una calibración teórica o una revisión corta teorica sobre el método que se empleara para analizar la capacidad de intercambio cationico en la muestra (lodo residual).

Dentro de la literatura se ha encontrado que los métodos y sus agentes más comúnmente utilizados en la solución desplazante para la determinación del CIC son: acetato de amonio normal y neutro, acetato de sodio a pH 8.2, solución de cloruro de bario 0.5N más trietanolamina y cloruro de potasio sin amortiguar.

El método que se utilizara en la determinación del CIC será el Acetato de amonio 1 N, pH 7.0- Método IGAC (IGAC I. G., Métodos Analíticos del Laboratorio de Suelos. Sexta edición., 2006)

El método del acetato de amonio tiene algunas ventajas:

- ✓ Es el más utilizado y por este motivo se le considera como estándar de referencia.
- ✓ La mayoría de los valores de capacidad de intercambio dados en la literatura están ejecutados de acuerdo con esta técnica.
- ✓ Al trabajar con una solución altamente amortiguada, la última parte de la solución que percola a través del lodo tiene el mismo pH de la solución amortiguada.
- ✓ El amonio es fácilmente determinado.
- ✓ En la misma operación se determinan las bases de cambio.

Leonardo Jaimes Martínez de la Universidad industrial de Santander, Facultad de ciencias (2005) en su tesis de grado “ESTANDARIZACIÓN Y VALIDACIÓN DE ALGUNOS PARÁMETROS FÍSICO - QUÍMICOS EN SUELOS PARA USO AGRÍCOLA” en el Laboratorio Químico de Suelos de la Secretaria de Agricultura y Desarrollo Rural de Santander planteo la estandarización de algunos métodos analíticos con el propósito de ofrecer mejores resultados.

Los métodos empleados para las técnicas analíticas a estandarizar fueron: para el pH, potenciométrico; Aluminio disponible, Capacidad de Intercambio Catiónico y Materia orgánica, volumétrico; Materia orgánica y fósforo disponible, espectrofotométrico. Se realizó un diseño experimental factorial 23 que permitió estudiar las interacciones entre las variables del proceso de extracción de los métodos mencionados, aportando la mejor condición experimental de cada uno de ellos.

Según el autor el análisis de resultados para la capacidad de intercambio catiónico demostró que las variables no interactúan entre ellas, determinando que las

condiciones escogidas para el método utilizado son precisas. Se reportó que el método de extracción mediante solución de acetato de amonio 1N, pH 7 como exacta para determinar capacidad de intercambio catiónico con un 95% de confianza. Al comparar el método de acetato de amonio con otro método, se pudo observar que no presentan una diferencia significativa, sin embargo, el método de acetato de amonio 1N, pH 7 posee una mayor eficiencia en la extracción. Por lo cual este será el método a emplear en este proyecto.

#### 4.2.3.5 MATERIALES Y REACTIVOS

##### ***Acetato de amonio 1 N, pH 7.0, Método IGAC***

##### **Equipos y Materiales**

- Balanza de 0.1 g de precisión
- Bomba de vacío
- Toalla de papel
- Equipo de filtración con aditamentos
- Agitador recíproco
- Erlenmeyer con tiburadura lateral de 250 ml

##### **Reactivos**

- Agua destilada
- Muestra problema (lodo)-tamizado por 2 mm, secado al aire
- Acetato de amonio ( $\text{NH}_4 \text{OH}$ ) : 1 N y pH 7
- Ácido acético
- Alcohol etílico al 95%
- Solución de cloruro de sodio al 10%

- Formaldehído al 50%
- Hidróxido de sodio 2 N
- Hidróxido de sodio 0.2 N
- Fenolftaleína al 1% en alcohol del 96%
- Biftalato de potasio RA-Seco a 105 °C

#### 4.2.3.6 PREPARACIÓN DE LOS REACTIVOS

- ✓ Para la preparación de los reactivos se debe contar con todos los implementos de seguridad y trabajar bajo la campana de extracción de gases.
- ✓ Es necesario tener conocimiento de todos los reactivos que se utilizarán en la pruebas, los impactos que puede generar a la salud y al medio ambiente.
- ✓ Antes de preparar algún reactivo se debe percatar que, algún reactivo ya se encuentre en el laboratorio de calidad de aguas o en CALER; así mismo; es importante preguntar las inquietudes que se tengan sobre la preparación de las soluciones al personal de CALER, estos pueden ser muy útiles.

A continuación se presentan los procedimientos para la preparación de las soluciones con sus correspondientes procedimientos de estandarización o normalización.

##### 1. Solución Acetato de amonio 1N pH 7.0

Hay dos formas de preparar la solución acetato de amonio al 1N con pH 7 según su estado y reacciones que se tengan dentro del laboratorio.

1.1 Acetato de amonio 1N pH 7.0:

Pesar 77.10 g de acetato de amonio ( $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ ) R.A. y disolver en agua destilada y llevar a volumen final 1 L. Ajustar el pH a 7.0 empleando ácido acético, amoniaco o hidróxido de amonio según sea el caso y si se requiere.

**(Esta solución es la que se utilizara para el procedimiento de este análisis)**

1.2 Acetato de amonio 1N y pH 7:

A partir de ácido acético o amoniaco RA. Medir 58 ml de ácido acético y 70 ml de amoniaco ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) concentrado, adicionar lentamente y con agitación a un balón de 1L aforado que contiene aproximadamente 500 ml de agua destilada, agregar 350 ml más de agua, ajustar el Ph a 7 con ácido acético o amoniaco , según el caso y completar el volumen con agua destilada.

2. Etanol al 95% grado técnico.

Para establecer su acidez: mezclar 50 ml de alcohol con 34 ml de agua libre de  $\text{CO}_2$  , agregar 3 gotas de fenolftaleína y titular con NaOH (Hidroxido de Sodio) a 0,05N hasta alcanzar un color ligeramente rosado.

No debe emplearse más de 0,2 ml de soda, de lo contrario se debe cambiar el alcohol.

3. Solución Cloruro de sodio al 10%:

Pesar 100 g de cloruro de sodio ( $\text{NaCl}$ ) R.A. y disolver en 1 L con agua destilada.

4. Formaldehido ( $\text{CH}_2\text{O}$ ) al 37% R.A.

- ✓ El grado analítico del formaldehido es 37% un porcentaje mayor a este pasa de un estado líquido a un estado gaseoso.

- ✓ Tomando el 37% R.A como grado analítico ósea el 100%, y se requiere para el análisis el 50%.

En cabina de extracción medir con una probeta 1 L de formaldehido concentrado grado técnico (37%) y diluir con 1 L de agua destilada en un botellón ámbar a 2 L.

Se debe tener mucho cuidado al preparar esta solución puesto que puede generar graves impactos a la salud del analista, se recomienda usar protector nasal y encima de este una careta y guantes de nitrilo y leer las propiedades, usos y manejos del formaldehido el cual se puede encontrar en el siguiente link (<http://www.anla.gov.co/documentos/Guia15.pdf> ) -Guía del Formaldehido

#### 5. Solución de hidróxido de sodio

Para este análisis se requiere titular con Hidróxido de sodio al 0,2 N, para preparar esta solución se debe primero preparar la solución de hidróxido de sodio al 2N, de la siguiente forma.

##### Hidróxido de sodio 2N:

Pesar y disolver 83 gr de NaOH en agua destilada. Llevar a volumen de 1L con agua destilada

##### Hidróxido de sodio 0.2N:

Medir con pipeta aforada d 100 ml de la solución de hidróxido de sodio (NaOH) al 2N, llevar a un balón aforado de 1 L y completar el volumen con agua destilada.

- ✓ Se debe comprobar la normalidad exacta del NaOH (Ver Anexo 2).

#### 6. Solución fenolftaleína

Se puede preparar la fenolftaleína de dos formas

En CALER se cuenta con fenolftaleína al 1%, de igual forma se darán algunos parámetros para prepararla.



#### 6.1 Fenolftaleína al 0.5%:

Disuelva 1.25 g de fenolftaleína en 125 ml de alcohol etílico o isopropílico y 125 ml de agua destilada, luego agregue gota a gota y con agitación NaOH 0.02N hasta la aparición de un color rosado pálido. (Análisis de la capacidad de intercambio cationico, 2012)

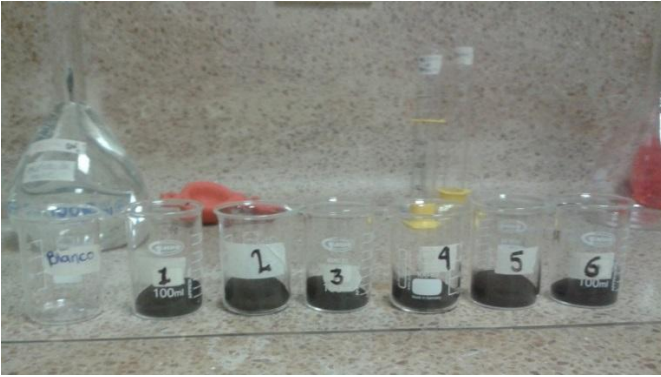
#### 6.2 Fenolftaleína al 1% en alcohol del 96%:

Pesar 1,0 g de Fenolftaleína y disolver en 100 ml de alcohol etílico del 96%.

### 4.2.3.7 PROCEDIMIENTO

#### ***Etapas de Extracción***

1. Ajustar la balanza a las condiciones normales de operación
  
2. Pesar 5.0 gr de la muestra (lodo) seco y tamizado por 0,41 mm, ponerlos en un vaso precipitado de 100 ml
  - ✓ Anotar el código de la muestra en las hojas de registro.
  - ✓ Llevar control del proceso analítico y un blanco de proceso (Bp)
  
3. Agregar por las paredes del recipiente con la muestra, 40 ml de acetato de amonio 1N pH 7.0
  - ✓ En lodos orgánicos agitar con una varilla para lograr una suspensión óptima.
  - ✓ Dejar en contacto durante una noche, o agitar las muestras que están en los frascos de vidrio, previamente tapados con tapón de caucho, en agitador reciproco durante 30 min



**Figura 5** Preparación de la Muestra, 6 Replicas para el análisis de CIC

4. Instalar el sistema de filtración con erleneyer de 250 ml con desprendimiento lateral, embudos Buchner y papel filtro
- ✓ Filtre al vacío el extracto a través de un papel filtro colocado dentro del embudo



**Figura 6** Montaje de filtración de vacío para el análisis de CIC



**Figura 7** Instrumentos y equipos para la realización del análisis del CIC

5. Encender la bomba al vacío, abrir el paso de vacío y transvasar la muestra cuantitativamente con ayuda de frasco lavador que contiene solución de acetato de amonio, lavar las paredes del embudo con porciones de 5 ml de acetato de amonio permitiendo cada vez que la solución extractora se filtre casi completamente sin dejar secar el lodo ni el papel filtro. Hasta completar un volumen del extracto de aproximadamente 100 ml.



**Figura 8** Lavado del lodo con porciones (ml) de acetato de amonio 1M pH 7 para el análisis de CIC.

6. Cerrar el paso de vacío, desmontar el embudo y el erlenmeyer.
  - ✓ Lavar el erlenmeyer de 250 ml con agua corriente y enjuague tres veces con agua destilada.

✓ Instalar nuevamente el embudo que contiene el lodo saturado (muestra) con acetato de amonio en otro o en el mismo erlenmeyer utilizado (una vez lavado) y aplicar vacío

7. Abrir el paso al vacío y lavar el exceso de amonio (soluble) del lodo con alcohol etílico del 95 %, se debe realizar 5 veces con porciones de 10 ml, permitiendo cada vez que el etanol se filtre casi completamente, sin dejar secar el lodo.

8. Desconectar el erlenmeyer en que se recibió el filtrado y disponerlo para que sea eliminada la solución alcohólica, en un recipiente dispuesto para tal fin

✓ Lave nuevamente el erlenmeyer de 250 ml con agua corriente y enjuague tres veces con agua destilada.

9. Instalar el embudo con la muestra en el erlenmeyer limpio, abrir paso de vacío y lavar el lodo con cinco porciones de 10 mL de cloruro de sodio al 10%, permitiendo que cada porción adicionada se filtre completamente, con el fin de extraer el amonio intercambiable

✓ Cerrar el paso al vacío, desconectar el erlenmeyer y retirar el embudo que contiene la muestra

✓ Apagar la bomba de vacío y disponer adecuadamente de los residuos sólidos

### ***Etapa de cuantificación***

10. Al erlenmeyer con el extracto agregarle 20 ml de formalehído al 50% bajo campana de extracción; esperar mínimo 5 minutos para asegurar la eliminación de los vapores generados.

11. Agregar a la solución de 2 a 5 gotas de fenolfataleína

12. Preparar las condiciones instrumentales del titulador mecánico, o instalar la bureta de 25 ml en el soporte universal para titular con NaOH 0.2 N

✓ **(Bp) BLANCO:** Titule con el hidróxido de sodio normalizado un blanco compuesto por 50 mL de cloruro de sodio al 10%, 20 mL de formaldehído y 3 gotas de fenolftaleína. Registre el volumen gastado de NaOH.

✓ Titular las soluciones del blanco de procesos (Bp), de la muestra control y de la muestra de lodo con hidróxido de sodio 0.2 N, hasta que el extracto de transparente a rosa pálido a color rosa tenue. El color debe permanecer como mínimo 30 s.

✓ Registrar la cantidad de la normalidad y el volumen del hidróxido de sodio gastado en la titulación en cada solución en la hoja de registro de datos.



**Figura 9** Montaje de la titulación con el hidróxido de sodio a 0,2 N en el análisis de CIC

13. Disponer adecuadamente de los residuos generados en el proceso analítico y apagar el equipo o desmontar la bureta

14. Realizar los cálculos de acuerdo con el numeral correspondiente a cálculos para determinar la capacidad de intercambio cationico en meq/100 g de lodo; revisar y corroborar los cálculos y anotar los resultados con dos decimales en la hoja de registro.

#### 4.2.3.8 CALCULOS

$$C. I. C \frac{\text{meq}}{100\text{g}} = \frac{(V-Bp)*N*100+pw}{pm} \text{ (Ecuación 2).}$$

Dónde:

C.I.C= capacidad de intercambio cationico en meq por 100 g de lodo

V= ml de NaOH gastados en la titulación de la muestra

Bp= ml de NaOH gastados en la titulación del blanco de proceso

N= normalidad del NaOH

Pm= peso muestra en g.

Pw= porcentaje de humedad en el lodo seco a 105 °C (factor de corrección por humedad) (IGAC I. G., Métodos Analíticos del Laboratorio de Suelos. Sexta edición., 2006)

#### 4.2.3.9 RANGOS Y ANALISIS

### **Interpretación de resultados de la capacidad de intercambio**

(CIC) La capacidad de intercambio catiónico (CIC) es una propiedad química a partir de la cual es posible inferir acerca

- Del tipo de arcilla presente
- La magnitud de la reserva nutrimental
- Del grado de intemperismo de los suelos.

El resultado numérico de la determinación sirve además como base en el cálculo del porcentaje de saturación de bases, que es un dato ampliamente usado en los estudios de fertilidad

- ✓ CIC es la capacidad de 100 gramos de un suelo o lodo de retener a su alrededor cationes; se mide en meq/100 gramos de suelo o lodo. Depende del tipo de arcillas del complejo arcillo-húmico y de la cantidad de materia orgánica que tenga el suelo o lodo. La capacidad de intercambio catiónico de un suelo le permite retener los elementos necesarios para nutrir las plantas

Para la caracterización de este parámetro se va a tomar como referencia la tabla 4 en la cual se interpreta el CIC en el suelo, la cual se tomara como guía para interpretar los resultados de CIC en el lodo residual en estudio.

Tabla 4 Interpretación de la C.I.C. (meq/100 gr). Clasificación de la fertilidad de suelos de acuerdo a la CIC

CIC total meq/100 gr		Tipo o reacción	Observaciones
0-10	< 6	Muy bajo	Suelo muy pobre: necesita aporte importante de materia orgánica para elevar su CIC
10-20	6-12	Bajo	Suelo pobre: necesita aporte de materia orgánica
20-35	12-25	Medio	Suelo medio
35-45	25-40	Alto	Suelo rico
>45	>40	Muy alto	Suelo muy rico

Fuente: Rioja Molina, A. (2.002), Apuntes de Fitotecnia General, E.U.I.T.A.,

Los suelos con alta CIC suelen tener alto contenido de arcilla y/o materia orgánica. Estos suelos son considerados más fértiles, ya que pueden retener más nutrientes. Capacidades típicas de intercambio cationico según componentes y tipos de suelo.

✓ Respecto a la reserva nutrimental se considera que ésta es abundante cuando la CIC es mayor que 25 cmol (+) kg<sup>-1</sup> de suelo. La fertilidad de los suelos se puede clasificar de acuerdo con los resultados analíticos obtenidos con métodos apropiados tanto en suelos ácidos como alcalinos

✓ El Ca puede ser deficiente cuando la CIC del suelo es extremadamente baja. También puede presentarse una deficiencia de Mg.

✓ En Colombia la CIC de los suelos es muy variables, aun dentro de una misma región. La CIC mas alta se ha encontrado en los climas fríos donde predomina el coloide orgánico

✓ La materia orgánica tiene una elevada capacidad de intercambio catiónico, esto es una gran capacidad para retener cationes en el suelo. Además, favorece la microestructura del suelo siendo un elemento muy positivo en la lucha contra la erosión de los suelos.

Normalmente en los suelos suele haber mezclas de arcillas y distintos tipos de M.O, por lo que es difícil poder conocer un valor exacto de C.LC. Total.

Tras ser cultivados de forma continua, los suelos se empobrecen en nutrientes. Esta es la razón por la que a menudo se le da descanso a los suelos uno o más años con vistas a que recuperen su fertilidad y contenido en materia orgánica. En caso contrario, deben añadirseles los aniones y cationes en forma de enmiendas (inorgánicas u orgánicas) o abonos. Los abonos más elementales contienen nitrógeno, fósforo y potasio.



#### 4.2.3.10 LEGISLACION

##### **NORMA TÉCNICA COLOMBIANA (NTC) 5268: Calidad de suelo determinación de la capacidad de intercambio catiónico**

Esta norma describe la determinación en el laboratorio de la capacidad de intercambio catiónico (CIC) de los suelos empleando acetato de amonio 1 N (1 M) y pH 7,0. Las mediciones objeto de esta norma pueden ser empleadas en campos relacionados con agricultura, medio ambiente y recursos naturales. El método que cubre esta norma es de alta utilización a nivel internacional.

##### **En dicha norma se define:**

Capacidad de intercambio catiónico (CIC). Medida de la carga negativa del complejo de cambio del suelo a un pH específico, neutralizada por cationes que pueden ser reversiblemente remplazados por aquellos que provienen de soluciones salinas o ácidas. Tiene dos componentes: la Capacidad de Intercambio Catiónico Efectiva (CICE) y la Capacidad de Intercambio Catiónico Variable (CICV). (NTC 5268)

Para el conocimiento del procedimiento de los métodos anteriores es necesario comprar la Norma, en el siguiente link se encuentra su precio y su forma de pago: <http://tienda.icontec.org/index.php/salud-y-ambiente-impreso/ntc-5268-calidad-del-suelo-determinacion-de-la-capacidad-de-intercambio-cationico.html>

## 4.2.4 NITROGENO TOTAL

**Método:** Kjeldahl modificado

### 4.2.4.1 PRINCIPIO FISICO

Se efectúa una digestión de la muestra para destruir la materia orgánica en ácido sulfúrico, el nitrógeno orgánico se transforma en sales de amonio ( $\text{NH}_4^+$ ) con ayuda de un catalizador. Las muestras pueden contener formas iónicas como los nitratos ( $\text{NO}_3^-$ ) y los nitritos ( $\text{NO}_2^-$ ) para lo cual es necesaria la utilización de ácido sulfúrico en la digestión para que estos compuestos se conviertan en nitrosalicilatos, los cuales si pueden transformarse en sales de amonio para luego ser destilados en medio fuertemente básico donde se desprende el amonio ( $\text{NH}_3$ ), el cual se captura en una solución de ácido bórico. Posteriormente se determina volumétricamente el  $\text{NH}_3$  capturado al titular con ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) o ácido clorhídrico ( $\text{HCl}$ ) de normalidad conocida. (Universidad Nacional de Colombia, 2007)

### 4.2.4.2 OBJETIVO

Definir las condiciones necesarias para realizar la cuantificación total del nitrógeno en muestras de compost, suelos, biosólido u otro material que contenga el elemento en forma orgánica ó inorgánica.

### 4.2.4.3 IMPORTANCIA

El nitrógeno total de Kjeldhal es descrito como la cantidad de amonio libre y compuestos orgánicos nitrógenos que son transformados a sulfato de amonio,

luego de realizarse una digestión de la muestra con ácido sulfúrico junto con un catalizador.

- ✓ En ocasiones, el nitrógeno se convierte en un factor limitante para el compostaje, ya que la falta de componentes o compuestos nitrogenados puede condicionar la mayor o menor degradación del material y, junto a las condiciones de humedad y aireación, estos componentes marcan la naturaleza y eficiencia del proceso y con ello la mayor o menor rapidez del mismo.
  
- ✓ En los microorganismos la carencia de nitrógeno puede afectar el crecimiento, por lo que la población microbiana no tendrá un desarrollo óptimo. De esta manera, el pH restringe el desarrollo microbiano, procediendo como un componente selectivo para las poblaciones microbianas y controlando las pérdidas de nitrógeno durante el desarrollo; un pH mayor a 7.5 contribuye a la pérdida del nitrógeno por volatización de amoníaco.
  
- ✓ En contraste, demasiado nitrógeno permite el crecimiento microbiano rápido y acelera la descomposición; pero puede crear problemas de olor en condiciones anaerobias. Además, el exceso de nitrógeno puede ser liberado como amoníaco; en tanto que el nitrógeno aprovechable escapará en forma de gas. Para la mayoría de los materiales una relación C/N cercana a 10:1 mantendrá estos elementos en equilibrio aproximado. En los suelos normalmente el contenido de nitrógeno varía de 0.05 a 2% en sus diferentes formas.

- Funciones Generales del Nitrógeno

- ✓ El N es un constituyente importante de las proteínas, aminoácidos, ácidos nucleicos, enzimas, vitaminas, fosfolípidos y de la clorofila.
- ✓ Promueve el rápido crecimiento y la formación de las hojas, incrementando el área foliar para realizar la fotosíntesis y mejorar la producción de alimentos.
- ✓ Da el color verde oscuro a las hojas y aumenta el vigor general de las plantas.
- ✓ Aumenta el contenido de proteínas en los productos alimenticios Promueve la formación de frutos y granos.
- ✓ Es un nutrimento esencial para los microorganismos de suelo que actúan en la descomposición de la materia orgánica.
- ✓ Contribuye en la formación de los tejidos y se considera que es el elemento que más contribuye en el crecimiento de las plantas.

- Síntomas Visuales de Deficiencia del Nitrógeno

- ✓ Clorosis o amarillamiento general del follaje y caída prematura de las hojas inferiores.
- ✓ Lento crecimiento y poco desarrollo de la planta.
- ✓ Reducción del área foliar y poco desarrollo radicular.
- ✓ Disminución del grosor y longitud de los tallos de la planta.
- ✓ En los cereales los entrenudos se acortan y adelgazan.
- ✓ Pobre macollamiento en los cereales (arroz, avena, trigo, cebada).
- ✓ En casos severos se reduce considerablemente la floración y se disminuyen drásticamente los rendimientos de los cultivos.
- ✓ Reduce el contenido de agua en la planta, lo cual se manifiesta en síntomas visuales muy similares al stress de sequía.

- ✓ Contrariamente, el exceso de nitrógeno retarda la maduración y la formación del fruto, promueve excesiva área foliar y restringe el sistema radicular. (Blanco, 2003)

#### 4.2.4.4 EQUIPOS Y MATERIALES

- Balanza de 0.001 g de precisión
- Titulador automático Metrohm
- Unidad de destilación Tecator 1026
- Unidad de digestión y destilación para nitrógeno (Kjeldhal)
- lodo secado al aire y tamizado por 2 mm
- tubo portamuestra Tecator
- Frasco plástico lavador
- Pipetas aforadas de 15 o 20 mL
- Cápsula pesa-sustancias para pesos hasta de 5 g
- Espátula metálica acanalada
- Cucharilla de adición de la mezcla Jackson
- Dispensador de 5mL
- Barra de agitación magnética
- Barra imantada
- Soporte universal con pinza para bureta
- Bureta volumétrica de 25 mL
- Balón aforado de 1 L

#### 4.2.4.5 REACTIVOS

- Agua destilada con una conductividad no mayor a 0.2 mS/cm a 25°C
- Ácido sulfúrico 0.01 N
- Hidróxido de sodio al 40%
- Ácido bórico al 4%
- Mezcla Jackson o tabletas Kjeldhal
- Indicador mixto

- Cloruro de potasio 2N
- Recipiente plástico de 1 L
- Recipiente plástico para almacenar hasta 2 Kg de reactivo químico solido
- Erlenmeyer de 250 mL
- Balón aforado de 100 mL
- Gradilla de madera

#### 4.2.4.6 PREPARACIÓN DE LOS REACTIVOS

##### 1. Solución utilizada para la titulación

###### 1.1 Ácido sulfúrico 0.1N:

Medir 2.8 de ácido sulfúrico concentrado y ponerlos lentamente en un balón aforado de 1 L que contenga alrededor de 200 mL agua destilada.

- ✓ Dejar enfriar y completar el volumen.
- ✓ Normalizar con soda valorada 0.1N o con carbonato de sodio

###### 1.2 Ácido sulfúrico 0.01N:

Medir con pipeta aforada 100 mL de solución valorada de ácido sulfúrico 0.1N, colocar en un balón aforado de 1 L y completar a volumen con agua destilada.

- ✓ Se puede reemplazar con HCl 0,01N o a 0,1 N (este es el más utilizado y el más recomendado por algunos analistas)(Ver Anexo 2-Estandarizacion HCL)
- ✓ La estandarización para el ácido sulfúrico a 0,01 N y el ácido clorhídrico al 0,01 N se normalizan con el carbonato de sodio.

##### 2. Hidróxido de sodio al 40%:

Se debe tener sumo cuidado con este reactivo puesto que es altamente corrosivo, trabajar siempre bajo campana de extracción de gases.

Se debe tener las siguientes recomendaciones para su preparación

- ✓ Colocar agua fría o hielo dentro de un recipiente, encima de este ubicar un beaker con 400 g de Hidróxido de sodio (NaOH) RA (agregando lentamente)
- ✓ Disolver con agua destilada (500 ml) y con agitación continua
- Esta reacción es exotérmica (la reacción se calentara) por lo cual se debe esperar a que obtenga una temperatura ambiente.
- ✓ Una vez se tenga una temperatura ambiente se deberá llevar a volumen de 1 L en balón aforado con agua destilada.

3. Ácido bórico al 4%:

Pesar 40 g de ácido bórico RA, disolver con agua destilada caliente en un vaso de precipitados de 500 mL, cuando la solución esté fría, llevar a volumen de 1 L en balón aforado.

**Nota 10.**

Si al realizar algún reactivo estos se presentan reacciones exotérmicas (calientes) o endotérmicas (fríos) se debe esperar a que estos obtengan la temperatura ambiente, puesto que puede causar problemas en el aforo.

- ✓ Si es exotérmico el aforo bajara si no se deja obtener la temperatura ambiente
- ✓ Si es endotérmico el aforo subirá

4. Mezcla Jackson:

Pesar 80 g de sulfato de cobre ( $\text{CuSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) pulverizado y seco a  $105^\circ\text{C}$ , 12 g de óxido mercuríco y 4.0 g de selenio en polvo; macerar y mezclar homogéneamente los 3 reactivos y agregar luego 1920.0 g de sulfato de sodio

anhidro y mezclar homogéneamente. El sulfato de sodio se puede remplazar por  $K_2SO_4$  anhidro pulverizado.

**Nota 11.**

Si no se tiene o puede realizar la mezcla Jackson se puede utilizar las tabletas Kjeldahl las cuales se encuentran en CALER. Estas se deben triturar hasta obtener un polvo el cual debe ser homogéneo.

5. Indicador mixto:

Disolver en 100 mL de etanol de 95%, 0.5 g de bromocresol verde y 0.1 de metil rojo

✓ Este reactivo ya se encuentra preparado dentro de CALER.

6. Estos dos últimos reactivos son utilizados para realizar la titulación con titulador automático

✓ Soluciones buffer de pH 4.00 y 7.00 (para la preparación ver método de pH con  $H_2O$ )

✓ Cloruro de potasio 2N: pesar 149.12 g de KCl. Disolver en 500 mL de agua destilada en un recipiente plástico o vaso de precipitados de 1 L y llevar a volumen de 1 L en balón aforado con agua destilada.

#### 4.2.4.7 PROCEDIMIENTO

✓ Preparar los reactivos requeridos para el análisis

✓ Comprobar, antes y durante el proceso, que el material a utilizar este completamente limpio



## Etapa de digestión

1. Preparar los reactivos requeridos para el análisis  
Ajustar la balanza a las condiciones normales de operación
2. Poner en un tubo portamuestra Tecator o en un balón Kjeldahl entre 0.1 y 0,2 g de lodo seco y tamizado por 0,41 mm, de acuerdo con el contenido de carbón orgánico (5) así:
  - 0.10 g de suelo o biosólido, si el contenido de carbono es mayor al 4% (muestra oscura) (utilizada)
  - 0.30 g de suelo o biosólido, si el contenido de carbono está entre 1 y 4% (muestra parda)
  - 0.50% de suelo o biosólido, si el contenido de carbono es menor al 1% (muestra clara)

### Nota 12.

- ✓ Pesar la muestra directamente en el tubo tecator de 0,1-0,2 gramos, entre más muestra se pese se deberá agregar mayor cantidad de las tabletas Kjeldahl y mayor tiempo de reacción dentro del digestor.  
Por ende debe ser 0,1 ya que la muestra demorara aproximadamente en digerar 2 horas.
3. Anotar el código y el peso de la muestra en la hoja de registro  
Llevar muestra control y blanco de proceso (Bp); anotar los datos en la hoja de registro.

- ✓ En este caso la muestra de control será Harina de trigo (secada a 60°C durante dos horas), se deberá tener presente el porcentaje de nitrógeno y proteína que tiene la harina seleccionada.
  - ✓ El blanco del proceso (según algunos analistas) es el agua destilada de 10 -20 mL, el cual se le agregan las mismas cantidades de reactivos agregados a las muestras.
4. Pesar y agregar 2 gramos del catalizador (tabletas Kjeldahl)  
Agregar a la muestra y al blanco de proceso 10 mL de ácido sulfúrico concentrado en cabina y tomando todas las precauciones necesarias.



**Figura 10** Aplicación de las pastillas Kjeldahl y el ácido sulfúrico en el análisis de nitrógeno total

5. Preparar las condiciones instrumentales de la unidad de digestión Tecator o del equipo de digestión Kjeldahl; precalentar la unidad de digestión Tecator de 5 a 10 minutos en la potencia 10.
- ✓ Continuar en potencia 10 durante todo el proceso
  - ✓ Observar y percatar que el scruber contenga los niveles adecuados de agua para su proceso y que se encuentre en buen funcionamiento.
6. Tapar herméticamente los tubos portamuestra con la cubierta del equipo Tecator, colocarlos en el digestor y asegurar la manguera de la cubierta a la trampa de gases.

- ✓ En el equipo Kjeldhal conectar al balón el tapo de caucho con su manguera del extractor de gases, abrir la llave de paso del agua del scrubber para empezar su proceso de refrigeración y absorción de vapores.
- ✓ Dejar las muestras en digestión a potencia 10 y esperar durante 2 h.



**Figura 11** Proceso de digestión en el análisis de nitrógeno total

7. Verificar la digestión completa de la muestras mediante inspección visual del digesto.



**Figura 12** Cambios de color que deben tomar las muestras durante el proceso de digestión en la prueba de nitrógeno total

✓ La solución final debe ser verde clara y translúcida o blanca lechosa. Si la solución resultante no llena los requisitos anteriores someterla a digestión a 2 h más o en su defecto, hasta notar el viraje de la muestra.

8. Apagar el digestor; en el equipo Tecator, permitir que el scrubber elimine por completo los gases que se encuentran en los tubos; sin quitar la cubierta y la manguera.

✓ Dejar mínimo 30 minutos o hasta que no haya emisión de vapores, retirar la cubierta con los tubos o desconectar el tapón de caucho del balón Kjeldahl.

## **Etapas de destilación**

### **A. Destilador Tecator**

9 Preparar las condiciones instrumentales de la unidad de destilación Tecator para nitrógeno.

✓ Conectar, abrir la llave de paso del agua y prender el equipo.

11. Poner y asegurar la cabeza de destilación de la unidad el tubo portamuestra con el digestor

Colocar en un erlenmeyer de 250 mL con 15 mL de ácido bórico ( $H_3BO_3$ ) al 4% en la plataforma dispuesta para recibir el destilado.



**Figura 13** Unidad de destilación con la muestra 1.

**Nota 13.** Se debe agregar 15 ml de ácido bórico a cada muestra (tubo de tecator), 3 gotas del indicador mixto y finalmente homogenizar



**Figura 14** Erlenmeyer con 15 ml de ácido bórico y 3 gotas de indicado mixto

✓ Bajar la puerta de la cabeza de destilación y subir la plataforma hasta el nivel señalado para que se inicie el proceso de destilación; al tubo con el digesto se le agregan automáticamente y de forma lenta 20 mL de NaOH al 40%.

✓ La destilación finaliza a los 6 minutos, al cabo de los cuales se emite una señal acústica y se baja automáticamente la plataforma.

### **Pasos para el funcionamiento del digestor**

1. Conectar, prender, abrir el paso del agua y esperar a que el agua recorra
2. Oprimir STOP (aparece 6:00 minutos)
3. Oprimir START (hasta que pite)
4. Oprimir REGENT
5. Finalmente START

12. Retirar de la plataforma de destilación el vaso plástico o el erlenmeyer que contiene el destilado.

✓ previo enjuague con agua destilada de la parte interna y externa de la manguera de destilación con ayuda de frasco lavador.

13. Subir la puerta de protección de la unidad de destilación, enjuagar con agua destilada la manguera con ayuda de frasco lavador, retirar con guantes (o una toalla ya que este se encuentra a altas temperaturas) el tubo que contiene la muestra (digesto) y ponerlo en la gradilla para que se enfríe.

14. Disponer adecuadamente de los residuos generados para su eliminación.

✓ Al terminar el proceso de destilación, lavar el sistema de destilación con agua destilada.

### **Etapas de titulación**

La titulación se puede realizar de forma automática (destilado sin indicador) o de forma volumétrica (destilado con indicador), dependiendo de los equipos que se encuentren en el laboratorio.

No se cuenta con titulador automático por lo cual se explicara y realizara el procedimiento para titular manualmente o volumétricamente

### **Titulador o bureta volumétrica (destilado con indicador)**

15. Preparar las condiciones instrumentales del titulador, o montar la bureta de 25 mL para titular con ácido sulfúrico 0.01N o ácido clorhídrico al 0,01 N (recomendado)

16. Titular los destilados del blanco de proceso (Bp) y de las muestras de lodo

- ✓ Con ácido sulfúrico hasta el viraje de azul a traslucido y luego a pardo rojizo
- ✓ Con ácido clorhídrico hasta el primer viraje de azul a rojo pálido

Anotar el volumen gastado en cada solución en la hoja de registro de datos.



**Figura 15** Viraje de las muestras en el análisis de nitrógeno total

17. Disponer adecuadamente de los residuos generados en el proceso analítico y apagar el equipo, o desmontar la bureta.

### **DESCONECTAR Y CERRAR LA LLAVE DE PASO DEL AGUA**

18. Realizar los cálculos de acuerdo con el numeral correspondiente a cálculos; revisar y corroborar los cálculos y anotar con dos decimales en la hoja de registro.

#### 4.2.4.8 CALCULOS

Para este procedimiento realizar los siguientes cálculos, considerando el blanco; a excepción si el equipo los registra e imprime (titulador automático); se requiere el pw (humedad) de la muestra:

$$\%Nt = \frac{(Vm-VBp)*N*0.014*(100+pw)}{pm} \text{ (Ecuación 3)}$$

Dónde:

%Nt= cantidad de nitrógeno total en el lodo expresado en porcentaje

Vm= mL de ácido sulfúrico gastado en la titulación de la muestra

VBp= mL ácido sulfúrico gastado en la titulación del blanco del proceso

N= normalidad del ácido sulfúrico utilizado en la titulación

Pm= peso muestra en g

0.014= factor de conversión del peso equivalente del nitrógeno expresado en meq

Pw= porcentaje de humedad en el lodo seco a 105°C (factor de corrección por humedad)

#### **Nota 14.**

En caso de no poder realizar la prueba con un blanco realizar los cálculos para hallar nitrógeno en lodos con la siguiente ecuación.

$$\%Nt = \frac{(Vm)*N*0.014*(100)}{pm} \text{ (Ecuación 3.1)}$$

Las variables para la fórmula 2 tienen el mismo significado para la fórmula 1

- ✓ De igual forma con ambas ecuaciones el resultado deberá ser el mismo.



## INTERFERENCIAS DEL MÉTODO KJELDAHL

De acuerdo con las etapas correspondientes del método, Carreira Daniel (2011) plantea algunas sugerencias para los posibles inconvenientes presentados en el desarrollo de la prueba.

### *Etapas I: Digestión de la muestra*

#### ✓ *Característica de la muestra.*

No se encuentran demostraciones relevantes con respecto a la finura del componente sobre el porcentaje de recuperación de Nitrógeno. Algunos investigadores sugieren un grado de tamizado conforme a la escala del método a realizar.

Además, una mayor retención de amonio se da en componentes finos; presentándose entre sus láminas. De esta manera, el incremento del porcentaje de recuperación de nitrógeno es ocasionado debido a la hidratación precedente o el tratamiento con HF.

Igualmente, existe un considerable consumo de ácido sulfúrico cuando la digestión de muestras presenta niveles altos de materia orgánica u óxidos de hierro o aluminio.

#### ✓ *Temperatura de digestión*

De acuerdo a diversas investigaciones se ha demostrado que la temperatura de digestión es el componente que tiene un gran efecto en la determinación del nitrógeno a través del método kjeldahl, puesto que si esta es inferior a 360°C la digestión puede ser parcial o lenta y si es mayor a 410°C puede originarse pérdida de amonio. Esto se puede compensar por medio del control con un bloque calefactor y la adición de potasio o sulfato de sodio lo cual incrementa el punto de ebullición del ácido sulfúrico conllevando a un incremento de la concentración de sales (sal de potasio o sal de sodio)

- ✓ Asimismo, preferentemente se emplea la sal de potasio y no la de sodio, debido a que la de sodio aumenta el arrastre del digesto sobre las paredes del tubo o balón, siendo más alta la temperatura allí.
- ✓ Por otra parte se encuentra el tiempo de digestión, siendo este extenso con niveles bajos de estas sales en el ácido sulfúrico ( $\leq 0.3$  g/mL) y logrando un menor tiempo si la concentración es alta ( $\geq 1$  g/mL), de este modo se puede omitir el uso de catalizadores (Bremner, 1960). Aunque, un alto nivel de concentración de estas sales ( $>0.8$ g/mL) cuenta con la contrariedad de la sodificación del digesto al existir el enfriamiento, recomendándose una destilación antes o una destilación de la muestra preliminar al suceso de esta sodificación.

#### *Etapa II: Destilación*

- ✓ Principalmente, se debe evitar fugas en el sistema con la correcta unión del tubo o balón con el destilador.
- ✓ Se recomienda el ajuste del pH de la solución de ácido bórico a niveles entre 4.5 y 5.0; ya que el amonio que se libera al alcalinizar se recolecta sobre esta solución

De esta manera su concentración o volumen no es imprescindible conocer con precisión, puesto que el borato de amonio formado allí es transformado de nuevo en ácido en la sucesión de la valoración con solución de sulfúrico. (IGAC I. G., Métodos Analíticos del Laboratorio de Suelos. Sexta edición., 2006)

#### 4.2.4.9 RANGOS Y ANALISIS

En la tabla 5 se presenta los rangos respectivos para la categorización del suelo de acuerdo al nitrógeno total que este obtenga del residuo.

Tabla 5 Rangos de Nitrógeno

<b>Categoría</b>	<b>Valor (%) de nitrógeno*</b>	<b>Niveles críticos del N (%) según la FAO**</b>
Extremadamente pobre	< 0.032	0,00-0,10
Pobre	0.032-0.063	0,10-0,15
Medianamente pobre	0.064 – 0.095	
Medio	0.096 – 0.126	0,15-0,25
Medianamente rico	0.127 – 0.158	
Rico	0.159 – 0.221	0,25-0,30
Extremadamente rico	>0.221	Mayor 0,30

\*Adaptado de *Manual de técnicas de análisis de suelos aplicadas a la remediación de sitios contaminados*, (pág. 40), por L.C Fernández, N.G Rojas, T.G Roldán, M.E Ramírez, H.G Zegarra, R. Uribe, R:J Reyes, D.F Hernández, J.M Arce, México D.F.: Editorial del Deporte Mexicano. Copyright 2006 por Instituto Mexicano del Petróleo y el Instituto Nacional de Ecología  
\*\*<http://www.fao.org/docrep/019/i3361s/i3361s.pdf>

“En California, Pratt y Col. (1973), estima que el 35% del N-total de un lodo obtenido por digestión anaerobia (2.5% del N-total) es utilizable el primer año del cultivo, un 10% del N-residual lo será el segundo año y el 5% restante se mineraliza durante el tercer año.” (M, (s.f) Pagina 92)

- Con base al reglamento técnico del sector de agua potable y saneamiento básico y ambiental - RAS (sección II, título f) en su Tabla F.6.3. “Límites máximos permisibles en el compost para N total, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> y K<sub>2</sub>O (%)” y en la categoría A para materia orgánica estabilizada; debe ser declarado si cada uno de los anteriores es ≥1%.

#### 4.2.4.10 LEGISLACION

##### **NORMA TÉCNICA COLOMBIANA NTC 5889, 2011-11-30, Análisis de suelos. Determinación del nitrógeno total**

Esta norma contempla los métodos más reconocidos para determinar el contenido de nitrógeno total en suelos. Existen dos métodos que en general han ganado aceptación para determinar el nitrógeno total: El Método Kjeldahl, el cual es esencialmente un procedimiento de oxidación vía húmeda y el Método Dumas, el cual es fundamentalmente una oxidación seca por combustión

##### **NORMA TÉCNICA COLOMBIANA NTC 5167 (Segunda actualización), Productos para la industria agrícola. Productos orgánicos usados como abonos o fertilizantes y enmiendas o acondicionadores de suelo**

Esta norma establece los requisitos que deben cumplir y los ensayos a los cuales deben ser sometidos los productos orgánicos usados como abonos o fertilizantes y como enmiendas o acondicionadores de suelo, en ella se encuentra definen el método para determinar del nitrógeno total en materiales clasificados como orgánicos y orgánicos minerales.

##### **NORMA TÉCNICA NTC COLOMBIANA 370, 2011-11-30, Abonos o fertilizantes. Determinación de nitrógeno total**

Esta norma establece los métodos para determinar el contenido de nitrógeno total presente en abonos o fertilizantes. Los métodos de análisis considerados cubren los siguientes compuestos nitrogenados: -Método A: nitrógeno orgánico, ureico, amoniacal y nítrico; Método B: nitrógeno orgánico, ureico y amoniacal; Método C: nitrógeno ureico.

## 4.2.5 MATERIA ORGANICA

**Método:** pérdida por ignición

### 4.2.5.1 PRINCIPIO FISICO

No existe un método de rutina con el cual se puede determinar la materia orgánica (MO) en el suelo o biosólidos de una manera satisfactoria. Por esa razón normalmente se estima Indirectamente utilizando la medida del contenido del carbón orgánico (CO) en el suelo o biosólido.

Para la determinación del humus o materia orgánica muerta hay varios métodos, El método por ignición o calcinación para la determinación de la materia orgánica implica la destrucción climatizada de toda la materia orgánica en la muestra del lodo residual.

El método de calcinación se aplica debido a que se puede obtener resultados de manera simple y rápida, secando la muestra a 40-60 °C con partícula <2mm libre de materiales inertes y de carbonatos a una temperatura promedio de 500-600 °C de 6 a 8 horas, posteriormente se enfría la muestra en un desecador y se pesa; el contenido de materia orgánica se determinara calculando la diferencia entre los pesos inicial y final de la muestra dividido por el peso de la muestra inicial multiplicado por 100% veces. No debe contener humedad o agua antes de calcular el contenido de materia orgánica. Se asume que el material volatilizado es la fracción orgánica

### 4.2.5.2 OBJETIVO

El objetivo principal de esta práctica determinar la cantidad de carbono orgánico presente en el residuo (lodo), mediante el método de calcinación.

#### 4.2.5.3 IMPORTANCIA

La Materia Orgánica de los lodos residuales tienen mayor cantidad de Nitrógeno y menor relación Carbono:Nitrógeno que los de los suelos. Por otra parte, los lodos aportan al suelo agrícola materia orgánica y nutrientes. Sin embargo, la relación de materia orgánica en el lodo seco y su contenido de nutrientes obedece a la procedencia de estos, como también si han sido previamente estabilizados por digestión aeróbica o anaeróbica (García, Rehabilitación de un suelo con bajo perfil de nutrientes aplicando biosólidos como fertilizante, 2011).

En consideración con el alto contenido de materia orgánica de los lodos, se podría considerar a primera vista, como fertilizantes ideales, aunque los lodos de aguas residuales con contenidos de sustancias fecales y orinas que se emplean como fertilizantes tienen limitaciones. Por otra parte, los lodos pierden progresivamente su contenido de Nitrógeno y Fósforo, según se reduce su contenido de agua lo que da como resultado proporciones de Nitrógeno, Fosforo y Potasio bajos, con una concentración alrededor del 3% (García, Rehabilitación de un suelo con bajo perfil de nutrientes aplicando biosólidos como fertilizante, 2011).

La materia orgánica influye positivamente en todas las propiedades del suelo, tanto físicas:

- ✓ Incrementa la capacidad de retención del agua del suelo.
- ✓ Aumenta la estabilidad estructural.
- ✓ Aumenta la aireación.
- ✓ Aumenta la permeabilidad.

- ✓ Facilita el laboreo al disminuir la cohesión cuando están secos y los hace más ligeros y menos encharcadizos cuando están húmedos, por lo que aumenta el tiempo de tempero.
- ✓ Los suelos son más oscuros, por lo que absorben más radiación y son más cálidos.

Como químicas:

- ✓ La mineralización de la materia orgánica libera al suelo gran cantidad de elementos esenciales
- ✓ Regula el pH del suelo.
- ✓ Influye en la CIC, aumentándola y por lo tanto, aumentando la fertilidad química del suelo.
- ✓ Inmoviliza metales pesados.

Y biológicas:

- ✓ Favorece la germinación de las semillas.
- ✓ Favorece el estado sanitario de órganos subterráneos.
- ✓ Regula la actividad microbiana.
- ✓ Aporta reguladores del crecimiento vegetal.
- ✓ Activa la rizogénesis.

La materia orgánica tiene una elevada capacidad de intercambio catiónico, esto es una gran capacidad para retener cationes en el suelo o lodo. Además, favorece la microestructura del suelo siendo un elemento muy positivo en la lucha contra la erosión de los suelos. Y en general favorece también el desarrollo de microfauna edáfica.

**Nota 15.** Al realizar la práctica en laboratorio procurar que los materiales utilizados estén en óptimas condiciones para evitar errores en medidas de pesos o durante el proceso de calcinación, de esta manera obtener un resultado con un margen de error bajo.

#### 4.2.5.4 CALIBRACION

El método de calcinación o pérdida por ignición (loss on ignition, LOI) (Schulte & Hopkins, 1996) cuantifica directamente el contenido de MO y se basa en determinar la pérdida de peso de una muestra de suelo al someterla a elevadas temperaturas. Existen numerosos trabajos donde se utilizan temperaturas de ignición que van desde los 250 a los 600 °C en mufla y diferentes períodos de tiempo, desde 2 hasta 24 h (Combs & Nathan, 1998). Mitchell (1932) informó que temperaturas de ignición entre 350 y 400 °C eran adecuadas. Davies (1974) concluyó que 430 °C podría ser utilizada en suelos con presencia de carbonatos y se lograría una completa oxidación de la MO. Así este método permite la determinación de la MO total del suelo. Schulte & Hopkins (1996), para muestras de suelo de la región central del norte de los EEUU, desarrollaron el método de LOI que incluye como pre tratamiento el secado a 105 °C durante 24 h y luego 2 h de ignición a 360 °C.

#### 4.2.5.5 EQUIPOS Y MATERIALES

- Balanza de 0,001 g de precisión
- lodo seco y tamizado < 2 mm
- Bandeja para transporte de material de vidrio
- Capsula pesa-sustancias para pesos hasta de 25-50 gr
- Estufa con capacidad de 550-600°C
- Desecador con vacío con un agente secante activo



- Mufla y plancha

#### 4.2.5.6 PROCEDIMIENTO

1. Secar los crisoles o capsulas previamente marcados con el número de la muestra a 60 °C en la estufa
2. Colocar las capsulas en el desecador durante 15 minutos, hasta obtener temperatura ambiente, finalmente pesar (tener en cuenta si se pesa con la tapa o sin la tapa de la capsula) en la balanza electrónica
3. Pesar aproximadamente 1 gramo de muestra del residuo sólido en una de las capsulas
4. Dentro del extractor colocar la muestra en la plancha aproximadamente a 300 °C hasta dejar de observar humo.
5. Posteriormente se coloca la muestra a 600°C dentro de la mufla durante seis horas (figura )



**Figura 16** Montaje muestra de lodo residual y capsula en el horno para el análisis de materia orgánica

6. Finalmente se coloca la muestra en el desecador 15 minutos y se pesa. (IGAC I. G., 2006.)

#### 4.2.5.7 CALCULOS

$$\%MO = \frac{(Pc+R)-(Pc)}{Pm} * 100 \text{ (Ecuación 4)}$$

Donde

Pc: Peso de la Capsula

Pm= Peso de la muestra

Pc+R= Peso de la capsula más el residuo

%MO= Porcentaje de Materia Orgánica

**Observaciones:**

- ✓ Suelos con altos contenidos de Mn", Fe" y Cr darán resultados demasiado altos.
- ✓ Me/ores resultados pueden ser obtenidos usando suelo finamente molido (0.25 mm).
- ✓ Manejar e H2SO4 con sumo cuidado, puesto que es muy corrosivo y toxico, evitar contacto con manos o vestidos etc, se debe agregar ajo campana de extracción
- ✓ Se puede utilizar las soluciones de NaHCO3 o NH4OH diluido para neutralizar cualquier salpicadura

4.2.5.8 RANGOS Y ANALISIS

Los resultados se expresan en porcentajes de materia orgánica con dos cifras decimales

Tabla 6 Interpretación del contenido de materia orgánico en suelo en relación con los suelos volcánicos (león y Aguilar, 1987)

Clase	Materia orgánica (%)	
	Suelos volcánicos	Suelos no volcánicos
Muy bajo	<4.0	<0.5
Bajo	4.1-6.0	0.6-1.5
Medio	6.1-10.9	1.6-3.5

Alto	11.0-16.0	3.6-6.0
Muy alto	>16.1	>6.0

#### 4.2.5.9 LEGISLACION

### **NORMA TÉCNICA COLOMBIANA (NTC) 5403: CALIDAD DE SUELO. DETERMINACIÓN DEL CARBONO ORGÁNICO**

Esta norma cubre la determinación del carbono orgánico en los suelos, en el laboratorio, a través de métodos de oxidación seca y húmeda (numeral 4) y, diferentes métodos de cuantificación (numeral 5). Las mediciones, objeto de esta norma pueden ser empleadas en campos relacionados con agricultura, medio ambiente y recursos naturales.

La valoración de la cantidad de carbono orgánico sirve como índice de fertilidad del suelo y como orientación para la fertilización de los cultivos.

Además de los métodos presentados en esta norma existen otros que pueden emplearse previa validación de los mismos frente a los aquí descritos. El criterio de selección de los métodos que cubre esta norma se basa principalmente en su alto nivel de utilización a nivel nacional e internacional.

- ✓ La legislación Colombiana se refiere a los biosólidos y su relación con el carbono orgánico en el Decreto A 456 *“Por la cual se establecen los criterios de calidad y uso para el aprovechamiento y disposición final de los Biosólidos generados en plantas de tratamiento de aguas residuales municipales y se toman otras determinaciones”*

**ARTÍCULO PRIMERO- DEFINICIONES.** Para los efectos de este Decreto, se adoptan las siguientes definiciones:

**Abono o fertilizante orgánico.** Producto sólido, obtenido a partir de la estabilización de residuos de animales o vegetales, o la mezcla de los anteriores, que contiene como mínimo el 15% de carbono orgánico y que aplicado al suelo suministra a la planta uno o más nutrientes necesarios para su crecimiento y desarrollo.

## **NORMA TÉCNICA COLOMBIANA 5167: PRODUCTOS PARA LA INDUSTRIA AGRÍCOLA PRODUCTOS ORGÁNICOS USADOS COMO ABONOS O FERTILIZANTES Y ENMIENDAS DE SUELO**

En el apartado 5.1.6 “*Cuantificación del carbono orgánico oxidable total*” se encuentra el procedimiento para el análisis de CO en suelos, este es muy similar al procedimiento utilizado por el IGAC.

En dicha NTC se encuentran algunos rangos para el carbono orgánico dependiendo del uso que se le emplee a la muestra (lodo).

- ✓ Para abono orgánico mineral sólido el contenido de carbono orgánico oxidable total debe ser mayor de 5% y menor de 15%
- ✓ Para enmienda orgánica no húmica el contenido de carbono orgánico oxidable total debe ser como mínimo 15%

Estos dos usos fueron escogidos debido a que ambos productos o residuos para la elaboración de abono orgánico mineral sólido y enmienda orgánica no húmica son provenientes de plantas de tratamiento de aguas residual.

### **4.2.6 DENSIDAD REAL**

**Método:** método del picnómetro

#### **4.2.6.1 PRINCIPIO FISICO**

La relación que existente entre la masa del residuo sólido (lodo residual) seco y la masa de igual volumen de agua, se le llama densidad de la fase sólida del residuo (densidad real), además esta puede indicar la relación entre el contenido mineral y la orgánico que se encuentran en el residuo. (Sanclemente, 2011).

Para esta determinación se utiliza el método del picnómetro consiste en determinar la densidad real midiendo el volumen de fluido desplazado por una masa conocida del residuo sólido en un frasco volumétrico o picnómetro, este es el principio de exclusión de las Sustancias de Arquimedes, decir que, cuando un

sólido se sumerge en un recipiente lleno de agua destilada, la cantidad de agua desplazada es igual al volumen de la parte sólida sumergida.

#### 4.2.6.2 OBJETIVO

Determinar la densidad real del residuo sólido (lodo residual) mediante el método del picnómetro, en el laboratorio de calidad de aguas.

#### 4.2.6.3 IMPORTANCIA

El valor de la Densidad real cambia en función del tipo de minerales del material inicial y de la cantidad de materia orgánica del lodo residual. Puesto que la materia orgánica pesa mucho menos que un volumen igual de sólidos minerales, la cantidad de ese constituyente en un suelo afecta marcadamente a la densidad de las partículas (Buckman, 1977).

#### 4.2.6.4 CALIBRACION

1. Lavar el picnómetro con agua destilada y secar en la estufa u horno a 60°C, aproximadamente 2 horas, después de seco pasar a una desecadora, hasta que este a temperatura ambiente y pesar el picnómetro seco y vacío con tapa puesta de 50 mL en la balanza analítica con una aproximación de 0.01 gr.
2. El volumen del picnómetro, consiste en llenarlo con agua destilada a cierta temperatura hasta 0.5 cm debajo de la marca de aforo dejando reposar por unos minutos
3. Medir la temperatura del agua contenido en el picnómetro, con el fin de determinar en la tabla de densidades, la densidad del agua a esa temperatura.
4. Con una pipeta completar el volumen del agua hasta la marca de aforo y secar cuidadosamente el interior del cuello del picnómetro, respetando el menisco.
5. Pesar el frasco lleno de agua hasta la marca de aforo.
6. Repetir cinco veces el procedimiento detallado para diversas temperaturas
7. Representar en una gráfica los resultados de los pesos obtenidos (peso del picnómetro lleno de agua), en función de la temperatura.

8. Los puntos de la curva de calibración teórica se pueden obtener con la siguiente ecuación.

#### 4.2.6.5 EQUIPOS Y MATERIALES

- Picnómetro de 50 mL
- Balanza Analítica
- Embudo de cristal
- Pinzas
- Papel filtro
- Agua destilada
- Espátula o cucharilla
- Frasco lavador
- Desecadora
- Termómetro de escala 0-100°C
- Bomba de vacío
- Plancha de calor o mechero de gas

#### 4.2.6.6 PROCEDIMIENTO

1. Pesar el picnómetro vacío con tapa y registrar el dato.
2. Pesar en una capsula de aluminio, de porcelana o directamente en el picnómetro aproximadamente  $<0,2$  gramos de la muestra de lodo o residuo (lodo pasado por tamiz  $< 2$  mm, previamente seco) empleando un embudo pequeño y seco, para evitar pérdidas de material.
3. Pesar el picnómetro más el lodo seco con la tapa y registrar el dato.
4. Adicionar agua destilada empleando el vaso de precipitados de 25 mL, vertiéndola sobre la pared del picnómetro, completar hasta  $1/3$  del volumen del picnómetro. El contenido se agita circularmente con la mano y se lleva enseguida el picnómetro sin la tapa al desecador durante 2 horas para eliminar las burbujas de aire que pudieran quedar retenidas entre las partículas.

5. Retirar el picnómetro del desecador, adicione agua destilada hasta 2/3 del volumen y llevarlo nuevamente a la campana de vacío durante 1 hora.
6. Retirar del vacío, llenar completamente con la misma agua, tapar y pesar el picnómetro con el agua y con la muestra, registrar el dato.



**Figura 17** Picnómetro con agua y lodo residual para el análisis de densidad real

7. Vaciar el contenido total del picnómetro, lavar y secar convenientemente, luego llenar con el agua destilada, tapar y pesar, registrar el dato.
8. Realizar los cálculos necesarios.

### **Recomendaciones**

La temperatura del picnómetro con agua y la muestra del lodo residual deben ser igual a la del picnómetro con agua solamente, ya que la densidad del agua, como es conocido, varía con la temperatura. De no hacerse de esta forma, se estaría introduciendo un error en los cálculos al hallar la densidad real

El análisis se debe hacer por triplicado, puesto que la diferencia entre la densidad real de las muestras no debe ser mayor de 0,02. Es necesario realizarlo por triplicado, para confirmar los valores obtenidos, los cuales son muy sensibles a las fallas existentes en las operaciones de manipulación realizadas en el laboratorio.

#### **4.2.6.7 CALCULOS**

Para determinar la densidad real, empleando los datos del ensayo se emplea la siguiente ecuación:

$$D_s = \frac{(M_{pss} - M_{pv}) * (D_w)}{(M_{pw} - M_{pv}) - (M_{pssw} - M_{pss})} \quad (\text{Ecuación 5})$$

Donde

Ds: Densidad específica, en g/ml

M<sub>pss</sub>: Masa del picnómetro+ lodo seco a 105°C, en gramos

M<sub>pv</sub>: Masa del picnómetro vacío y seco, en gramos

M<sub>pw</sub>: Masa del picnómetro + agua, en gramos

M<sub>pssw</sub>: Masa del picnómetro + agua + lodo seco, en gramos

#### 4.2.6.8 RANGOS Y ANALISIS

A continuación se presenta la Tabla 7. En la cual se presenta la densidad a diferentes temperaturas, las cuales deberá ser usada para la calibración del picnómetro.

Tabla 7 Densidad del agua a diferentes temperaturas

Temperatura (°C)	Densidad (mg.m <sup>-3</sup> )
15	0,99913
16	0,99897
17	0,99880
18	0,99662
19	0,99843
20	0,99823
21	0,99802
22	0,99780
23	0,99757
24	0,99733
25	0,99708
26	0,99682
27	0,99653
28	0,99627
29	0,99598
30	0,99568

Fuente: Hernández, Juvenil. Luis , Instituto Nacional de ciencias agrícolas, métodos para el análisis físico de los suelos, Manual de laboratorio, Densidad



El contenido de materia orgánica en los suelos o lodos influye en el valor de la densidad real, disminuyéndola, en ocasiones varias décimas.

Los valores de la gravedad específica de los suelos varia de 2.60 a 2.80, aunque algunos suelos orgánicos pueden registrar valores de 1.50 o en el otro caso extremo existen suelos con alto contenido de hierro que llegan a registrar valores de 3.00. (Universidad Peruana Union , 2012).

#### 4.2.6.9 LEGISLACION

#### **La NORMA TÉCNICA NTC COLOMBIANA 1974 2003-09-24, Métodos de ensayo para peso específico de sólidos de suelo con picnómetro de agua**

Esta norma es una adopción idéntica (IDT) por traducción de la ASTM D 854:2000, Standard Test Methods for Specific Gravity of Soil Solids by Water Pycnometer. En la cual se explica el procedimiento mediante el método del picnómetro para suelos.

#### **4.2.7 CONDUCTIVIDAD ELECTRICA**

**Método:** Extracto de saturación

#### **Nota 16.**

En esta práctica se utilizara la bomba de filtración por lo cual se debe de tener sumo cuidado, puesto que los líquidos utilizados podrían desviarse hacia la manguera de succión provocando graves daños a la bomba.

El laboratorio de calidad de aguas de la Universidad Católica de Manizales solo cuenta con una bomba, un embudo y un corcho, materiales que se utilizaran en esta prueba, por ende se debe tener cuidado y paciencia al realizar la práctica.

Se recomienda realizar una prueba de todos los instrumentos y reactivos (si se requieren) antes de empezar a realizar el análisis, una vez seguro de su funcionamiento óptimo, se podrá dar inicio a la práctica.

**Observación:** El análisis debe tener como mínimo tres réplicas para su posterior comparación y determinación del promedio.

Se recomienda realizar un ensayo del procedimiento de la prueba antes de comenzar con el análisis.

#### 4.2.7.1 PRINCIPIO FISICO

La conductividad eléctrica es una medida indirecta de la cantidad de sales que contiene un suelo o biosólido, su resultado se da en milimhos/ cm o dS/cm y también en micromhos/cm. (Valero, (s.f))

Para obtener la Conductividad Eléctrica del lodo en el extracto de Saturación inicialmente se prepara la pasta saturada; se extrae luego el extracto en un filtro a presión. En el extracto obtenido se lee la conductividad Eléctrica.

La medición de la conductividad eléctrica se hace generalmente en el extracto de saturación, sin embargo, existen otras suspensiones ampliamente utilizadas como son lodo:agua, relación 1:5; básicamente tiene los mismos procedimientos del pH pero en este caso se utiliza un conductímetro el cual se encuentra anexo al pHmetro.

#### 4.2.7.2 OBJETIVO

Determinar la conductividad eléctrica (CE) en el lodo (muestra) mediante procesos de filtración al vacío de un extracto acuoso, preparado a partir de la pasta saturada.

#### 4.2.7.3 IMPORTANCIA

Como ya se ha mencionado anteriormente, este parámetro indica el contenido total en sales solubles en el lodo. Al aplicarse al suelo, estas sales incrementarán la propia conductividad del mismo. De esta manera, la conductividad puede ser un factor limitante si se supera valores por encima de los cuales la presión osmótica en el medio sea tal que la raíz no pueda extraer agua o nutrientes del suelo (Ministerio de Medio Ambiente y Medio Rural y Marino, 2009).

El análisis de la CE en suelos se hace para establecer si las sales solubles se encuentran en cantidades suficientes como para afectar la germinación normal de las semillas, el crecimiento de las plantas o la absorción de agua por parte de las mismas. (Santibáñez, (s.f))

Los suelos con elevadas conductividades eléctricas impiden el buen desarrollo de las plantas, ya que contienen asimismo una elevada cantidad de sales. Cada cultivo es capaz de sobrevivir en rangos algo diferentes de conductividad, dependiendo del tipo de sales que tiene el suelo, sin embargo se pueden dar las siguientes líneas generales:

- < 500 micromhos/cm, buen desarrollo
- 500-1000 micromhos/ cm, aparecen problemas en algunos cultivos
- >1000 micromhos/cm, dificultades en muchos cultivos.

#### 4.2.7.4 CALIBRACION

Calibrar un conductímetro permite asegurar la fiabilidad de este instrumento. **El conductímetro** es un dispositivo diseñado generalmente para medir la conductividad eléctrica en una disolución

- ✓ Es importante calibrar el conductímetro periódicamente para que los valores dados por el conductímetro queden tan fiables que como sea posible.
- ✓ La variación de temperatura de todas las disoluciones empleadas, patrones de calibración y disoluciones referencia no debe exceder 1°C
- ✓ Comprobar que la etiqueta de certificación del material de referencia esté vigente y comprobar que el estado del pH-metro sea aparentemente correcto.
- ✓ Se puede solicitar la preparación del KCl en CALER, o prepararse por los mismos analistas.

Para calibrar un instrumento se debe comparar su lectura con un patrón o estándar que proporcione una lectura fija y conocida. Usando una solución de

conductividad conocida podemos fijar la escala del conductímetro de manera precisa.

- ✓ Se emplea una solución 0.01M de KCl la cual presenta una conductividad 1413  $\mu\text{S}/\text{cm}$ , también se puede llevar a cabo con una solución de 0,02 N con una conductividad 2768  $\mu\Omega/\text{cm}$

#### 4.2.7.5 PREPARACIÓN DE REACTIVOS Y MATERIALES

- **Agua destilada:** Debe ser agua destilada, la cual nos asegura una conductividad menor a 2  $\mu\text{S}$ .
- **Cloruro de potasio (KCl):** Debe ser cloruro de potasio calidad para análisis (R.A.). De esta manera nos aseguramos la ausencia de impurezas que puedan modificar la conductividad deseada.
- **Matraz aforado de un litro:** Debe utilizarse un instrumento que nos permita la medición de volumen con el menor error posible. Se propone un matraz aforado, pudiendo emplearse cualquier otro instrumento volumétrico pero deberá tenerse en cuenta el error en su medición para considerar en el resultado final.
- **Balanza analítica:** Cualquier instrumento que permita la medición de pesos con precisión al miligramo como mínimo.

#### Preparación 1. Solución 0.01M de KCl, conductividad de 1413 $\mu\text{S}/\text{cm}$ (KCl sólido)

- ✓ El cloruro de potasio (KCl) es higroscópico (absorbe humedad) por lo que antes de pesarse deberá secarse en estufa a 150 °C durante 2 horas (puede usarse el horno de cocina a temperatura media, protegiendo el recipiente donde se prepare con papel de aluminio para evitar contaminaciones, dejando el papel de aluminio sobre el recipiente sin ajustar para permitir que escape la humedad.

#### Calculo

- Una solución de 0.01M equivale a 0.01 mol por litro.
- Un mol de KCl es de 74.5 g por lo que 0.01 mol serán 0.745 g
- Esta solución tiene una conductividad de 1413  $\mu\text{S}$ .

- ✓ Pesar con precisión 0.745g de KCl y diluir a 1L con agua destilada. Mezclar bien hasta asegurar que no queden cristales en el fondo.

Una vez se tenga la solución en estado líquido se procede a su uso para la calibración del conductímetro

1. Enjuagar bien la celda del conductímetro con agua destilada.
2. Con la celda fuera del agua graduar el cero del conductímetro.
3. Introducir la celda en la solución calibradora y graduar el conductímetro a 1413  $\mu\text{S}/\text{cm}$ . (Guerrero, (s.f)).

Preparación 2. Solución Cloruro de potasio (KCl) 0,02 N, conductividad de 2768  $\mu\Omega/\text{cm}$

Pesar 1,49 g de KCL R.A, disolver y llevar a volumen con agua destilada a 1 L; esta es la solución estándar de referencia cuya conductividad a 25°C es 2768  $\mu\Omega/\text{cm}$

**Nota 17.**

El presente procedimiento no se realiza con los pasos mismo pasos a seguir por el Laboratorio de Nutrición Animal y Vegetal de la Universidad de Caldas, ya que no se cuenta con el equipo para la medición en muestras sólidas o semisólidas.

#### 4.2.7.6 EQUIPOS Y MATERIALES

- ✓ Preparar los reactivos requeridos para el análisis
  - ✓ Comprobar, antes y durante el proceso, que el material a utilizar este completamente limpio
- 
- Conductímetro de exactitud de al menos 0,01 ds/m
  - Agua con una conductividad no mayor de 0,2  $\mu\text{s}/\text{cm}$  a 25 °C
  - Bomba al Vacío
  - Agua destilada
  - Equipo de filtración con aditamentos
  - Cloruro de potasio (KCL) 0,01 N
  - Erlenmeyer con tubuladura lateral de 500 ml

- Termómetro
- Papel filtro semicuantitativo de 9 cm de diámetro, cantidad 5
- Espátula
- Embudo Buchner de porcelana de 9 cm de diámetro interno
- Toallas o paño limpiador
- Frasco lavador
- Beaker de 50 ml y 250 ml

#### 4.2.7.7 PROCEDIMIENTO

Después de tener todos los instrumentos en adecuado estado y preparar todos los reactivos, proceder de acuerdo con el método de conductividad eléctrica en extracto de saturación de lodos.

1. Pese aproximadamente de 100 a 200 gramos de muestra en un beaker de 250 ml, previamente seco a  $T < 40^{\circ}\text{C}$  y con tamaño de partícula  $< 2$  mm.
2. Agregar agua destilada dentro del beaker con la muestra poco a poco, mezclando con una espátula hasta obtener la pasta saturada
  - ✓ Deje en reposo por 4 horas y compruebe el punto de saturación.
  - ✓ Anotar las porciones de agua destiladas agregadas.

#### **Nota 18.**

Para comprobar el estado de saturación de la muestra. Los criterios para saturación son los siguientes: La muestra brilla al reflejar la luz, fluye con facilidad cuando se Inclina el vaso y no debe haber exceso de agua en la superficie.

3. Instalar el sistema de filtración con los erlenmeyer de 500 ml, el embudo Buchner y el papel filtro, tal y como se muestra a continuación.



**Figura 18** Montaje de la Bomba al vacío, embudo Buchner y el Erlenmeyer para análisis de CE

4. Prender la bomba de vacío y transvasar la muestra en el embudo. Filtrar hasta obtener un volumen superior a 100 ml. Cerrar el paso de vacío y apagar la bomba.
- ✓ La extracción al vacío termina cuando el aire comienza a pasar a través del filtro.
5. Transferir el filtrado (el residuo dentro del erlenmeyer) a un beaker identificado con el número de la muestra
6. Disponer adecuadamente de los residuos generados en el procesos analítico
7. Determinar la conductividad eléctrica mediante el conductímetro previamente calibrado
- ✓ Llenar la celda –pipeta con el extracto o inserte o sumerja la celda en el extracto, posteriormente leer la conductividad

### **Interferencias**

- ✓ La contaminación de la celda puede cambiar su constante
- ✓ Burbujas de aire en los electrodos
- ✓ El método se adapta a un amplio rango de conductancias de la pasta saturada y de valores de pH, el extracto debe ser diluido, si la lectura de conductividad sobrepasa el rango del aparato utilizado.
- ✓ La CE se incrementa con la temperatura. Para conseguir reproducibilidad, la celda debe ser chequeada rutinariamente. (Sistema de Informacion Agrícola Nacional, (s.f))

#### 4.2.7.8 CÁLCULOS

La conductividad eléctrica de una solución es proporcional al contenido de sales disueltas e ionizadas contenidas en esa solución.

Por tanto, el contenido salino de una solución se conoce midiendo la conductividad eléctrica de la solución, mediante la fórmula:

$$\mathbf{ST = 0,64 \cdot CE}$$

**CE** = Conductividad eléctrica.

Se expresa en:

- deciSiemens / metro (dS/m)
- milimhos / centímetro (mmho/cm)
- 1 dS/m = 1 mmho/cm

**ST** = Contenido total de sales.

Se expresa en:

- **gramos / litro de disolución (g/l)**
  
- Por convención los valores de conductividad menores a 1 , deben ser reportados con dos cifras decimales , y valores mayores a 1 con tres cifras decimales. (EDUCARM, (s.f)).

#### 4.2.7.9 RANGOS Y ANALISIS

Los valores de conductividad eléctrica, son leídos directamente en el instrumento, por ende se deberá relacionar el resultado con la siguiente tabla para la salinidad del suelo, teniendo en cuenta que el material solido en estudio será implementado en el suelo.

Tabla 8 Interpretación de la C.E. del extracto de saturación del suelo (milimhos/cm). **(Guerrero, (s.f))**

#### Escala de salinidad a 25 °C



<b>CE en dS/m</b>	<b>Tipo de suelo</b>	<b>Efectos</b>
0-2	No salino	Despreciables en su mayoría No afecta los cultivos
2-4	Ligeramente salino	Se restringen o disminuye los rendimientos de cultivos muy sencibles
4-8	Moderadamente salino	Disminuye los rendimientos de la mayoría de los cultivos
8-16	Fuertemente salino	Solo dan rendimientos satisfactorios los cultivos tolerantes
>16	Extremadamente salino	Solo dan rendimientos satisfactorios algunos cultivos muy tolerantes

Fuente: Hernán Guerrero, Sociedad Acuariologica del Plata, Preparación de una solución calibradora para conductímetros PDF, Tomado de [http://www.sadelplata.org/articulos/querrero\\_070226.pdf](http://www.sadelplata.org/articulos/querrero_070226.pdf), Febrero 2014.

En general, por encima de 6 milimhos/cm se restringe el rendimiento de muchos cultivos, por lo cual, se deben iniciar prácticas de recuperación del suelo.

- ✓ En invernaderos y otras situaciones que requieren fertilizaciones frecuentes, la CE tiene que ser comprobada frecuentemente para asegurarse que las plantas están tomando los suficientes nutrientes y evitar los efectos tóxicos de las sales. En general, las plantas más jóvenes requerirán menor CE que las plantas maduras
- ✓ El filtrado o extracto de saturación, además de utilizarse para medir la CE de la muestra (suelo o lodo), es utilizado para determinar el pH del mismo. Si se mide el pH en este extracto, la temperatura de la solución buffer y de la pasta tiene que ser iguales.

#### 4.2.7.10 LEGISLACION

✓ **La NORMA TÉCNICA (NTC) COLOMBIANA 5596, calidad de suelo.  
Determinación de la conductividad eléctrica**

Esta norma describe la determinación de la conductividad eléctrica, en el laboratorio, a través de métodos conductimétricos. Las mediciones objeto de esta norma pueden ser empleadas en campos relacionados con agricultura, medio ambiente y recursos naturales.

Esta norma específica la medición de la conductividad eléctrica a través de distintos métodos; la selección de alguno de ellos dependerá principalmente del tipo de suelo y de las tablas de referencia disponibles para la interpretación posterior de los resultados.

**En dicha norma se define:**

**Conductividad eléctrica.** Corresponde al contenido de electrolitos presentes en el suelo que son solubles en el agua. Es un indicador de la salinidad del suelo. Esta norma presenta dos métodos de ensayo equivalentes los cuales se resumen en la Tabla 9

Tabla 9 Métodos para determinación de la conductividad eléctrica

<b>Método</b>	<b>Característica</b>	<b>Recomendaciones para su uso</b>	<b>Procedimiento</b>
<b>Método A</b>	La conductividad eléctrica específica es medida en un extracto obtenido por el filtrado de una pasta saturada de suelo y el resultado es corregido a una temperatura de 25 °C	Todo tipo de suelos	Numeral 4.1
<b>Método B</b>	Medición en un filtrado de la suspensión suelo / agua en relación 1:5 (peso/volumen). El resultado es corregido a una temperatura de 25 °C	Todo tipo de suelos	Numeral 4.2

Para el conocimiento del procedimiento de los métodos anteriores es necesario comprar la Norma, en el siguiente link se encuentra su precio y su forma de pago:

<http://tienda.icontec.org/index.php/salud-y-ambiente-impreso/ntc-5596-calidad-de-suelo-determinacion-de-la-conductividad-electrica.html>

Esa norma específica los rangos para los usos apropiado de la muestra

<http://tienda.icontec.org/index.php/review/product/list/id/6605/category/12/>

✓ **La NORMA TÉCNICA (NTC) COLOMBIANA 5167: Productos para la industria agrícola productos orgánicos usados como abonos o fertilizantes y enmiendas de suelo**

En el apartado 5.1.3.3.3 esta norma hace énfasis en el procedimiento para medir la conductividad eléctrica.

Define algunos productos orgánicos empleados como fertilizantes o abonos y enmiendas del suelo, establece un uso al producto dependiendo de su caracterización, por ello se debe tener en cuenta la norma y con los requisitos determinados por la norma.

Teniendo en cuenta las características del lodo en estudio se determina algunos usos específicos y sus requisitos en cuanto a su pH.

- Enmienda orgánica no húmica: Conductividad eléctrica, declararla. Se indicará la materia prima de la cual procede el producto.
- abono orgánico mineral sólido: Conductividad eléctrica, reportar. Se indicará la materia prima de la cual procede el producto.

## CAPITULO 3

### 5. RESULTADOS Y ANALISIS

A continuación se presentan las tablas de resultados con tres replicas, promedio y desviación estandar de los siete parámetros fisicoquímicos realizados dentro del Laboratorio de Calidad de Aguas de la Universidad Católica de Manizales (UCM) utilizando agua destilada y agua desionizada.

#### 5.1 Resultados para la prueba de pH

**Tabla 5.1.1 Resultados del pH con agua destilada**

<b>pH</b> <b>Método: Potenciómetro</b> <b>Fecha: 21-Marzo-2015</b>			
<b>Agua destilada</b>			
<b>No. Réplica</b>	<b>Pm (g)</b>	<b>Agua destilada (mL)</b>	<b>pH</b>
1	10,231	30	5,094
2	10,1156	30	5,088
3	10,142	30	5,079
<b>Promedio</b>			5,087
<b><math>\sigma</math></b>			0,00755

**Tabla 5.1.2 Resultados del pH con agua destilada y desionizada**

<b>pH</b> <b>Método: Potenciómetro</b> <b>Fecha: 14-Noviembre-2015</b>			
<b>Agua destilada</b>			
<b>No. Réplica</b>	<b>Pm (g)</b>	<b>Agua destilada (mL)</b>	<b>pH</b>
1	10,0003	30	5,597
2	10,0004	30	5,604

3	10,0005	30	5,603
<b>Promedio</b>			5,601333
$\sigma$			0,003786
<b>Agua desionizada</b>			
<b>No. Réplica</b>	<b>Pm (g)</b>	<b>Agua desionizada (mL)</b>	<b>pH</b>
1	10,195	30	5,496
2	10,1652	30	5,561
3	10,1241	30	5,501
<b>Promedio</b>			5,519333
$\sigma$			0,036171

Los resultados del pH se presentan en las tablas 5.1.1 y 5.1.2 las cuales indican que el pH se encuentra entre 5.0 y 5.5. Según la tabla 3 “Clasificación del pH de la muestra (lodo)”, la mayoría de elementos esenciales y de cultivos se comportan bien a pH entre 5.5 y 6.7. Algunos cultivos como las leguminosas requieren encalamiento a este pH y las plantas con rango de pH entre 5.6 y 6.4 como el arroz, maíz, tomate, trigo, frijol se pueden desarrollar en óptimas condiciones. El pH en suelos manejables para el café debe estar entre 4.5-6.0 (Ospina, 1997). De igual forma los cultivos de la zona central cafetera como la piña, la yuca, el cacao, hortalizas, los cítricos y la morera son cultivos los cuales se pueden producir y desarrollar en pH entre 5.0-6.0 (Garcia, Suelos en la Zona Cafetera clarsificacion y uso, (s.f)).

Un incremento en CIC puede ser originado por el aumento de la materia orgánica, la cual contiene sitios activos compuestos por grupos funcionales carboxílicos, carbonílicos, fenólicos, amínicos, alcohólicos, entre otros; estos grupos poseen una capacidad cambiante de ligar e intercambiar iones debido al pH, ya que a medida que el pH aumenta, los iones  $H^+$  hidrolizables de la materia orgánica son neutralizados proporcionando cargas negativas que adsorben Ca y Mg. La mayor influencia de la materia orgánica del lodo en las propiedades químicas del suelo se encuentra en la variación del complejo coloidal de este (Alvarez, 2008) .

## 5.2 Resultados para la prueba de Humedad

Tabla 5.2.1 Resultados de Humedad con agua destilada

<b>HUMEDAD</b>					
<b>Método: Gravimétrico</b>					
<b>Fecha: 21-Marzo-2015</b>					
<b>Agua Destilada</b>					
<b>No. Réplica</b>	<b>PMH</b>	<b>PMS</b>	<b>PC</b>	<b>%Humedad</b>	<b>Materia seca</b>
1	187,6501	183,5101	182,6125	82,18199142	17,81800858
2	114,8603	110,8323	109,9514	82,05504288	17,94495712
3	192,262	188,1412	187,2923	82,91848603	17,08151397
4	172,5711	168,6606	167,8312	82,50174054	17,49825946
<b>Promedio</b>				82,41431522	17,58568478
$\sigma$				0,38508975	0,38508975

Tabla 5.2.2 Resultados de Humedad con agua destilada

<b>HUMEDAD</b>					
<b>Método: Gravimétrico</b>					
<b>Fecha: 14-Noviembre-2015</b>					
<b>Agua Destilada</b>					
<b>No. Réplica</b>	<b>PMH</b>	<b>PMS</b>	<b>PC</b>	<b>% Humedad</b>	<b>Materia seca</b>
1	86,8124	82,7597	81,8214	81,20016	18,79983971
2	84,1547	80,1002	79,0461	79,36617	20,63383314
4	73,0151	68,8479	67,7656	79,3828	20,61720164
<b>Promedio</b>				79,98304	20,01695816
$\sigma$				1,054088	1,054088302

Según la tabla de resultados 5.2.1 y 5.2.2 la humedad oscila entre 79.98 y 82.41%, según el Anexo 4.1 la humedad para compostaje se encuentra >60% lo cual indica que el lodo cuenta con oxígeno insuficiente, siendo una solución para esto el volteo de la mezcla y/o adición de material con bajo contenido de humedad y con alto valor en carbono, como serrines, paja u hojas secas. Cabe aclarar que en el procedimiento de esta prueba la utilización del agua es inherente, por lo cual no se realizó la comparación de los dos tipos de aguas ya mencionados.

### 5.3 Resultados para la prueba Conductividad Eléctrica

Tabla 5.3.1 Resultados de Conductividad Eléctrica con agua destilada

<b>Conductividad</b>				
<b>Método: Extracto de saturación</b>				
<b>Fecha: 21- Marzo-2015</b>				
<b>agua destilada</b>				
<b>No. Réplica</b>	<b>Pm (g)</b>	<b>Agua destilada (mL)</b>	<b>CE</b>	
			<b>µs/cm</b>	<b>mS/cm</b>
1	20,0161	60	392	0,392
2	20,0255	60	412	0,412
3	20,0671	60	385	0,385
<b>Promedio</b>			396,3333	0,396333333
<b>σ</b>			14,0119	0,0140119

Tabla 5.3.2 Resultados de Conductividad Eléctrica con agua destilada y desionizada

<b>Conductividad</b>				
<b>Método: Extracto de saturación</b>				
<b>Fecha: 14-Noviembre-2015</b>				
<b>Agua Destilada</b>				
<b>No. Réplica</b>	<b>Pm (g)</b>	<b>Agua Destilada (mL)</b>	<b>CE</b>	
			<b>µs/cm</b>	<b>mS/cm</b>
1	20,0161	60	495	0,495
2	20,0255	60	513	0,513
3	20,0671	60	488	0,488
<b>Promedio</b>			498,6667	0,498667
<b>σ</b>			12,89703	0,012897
<b>Agua Desionizada</b>				
<b>No. Réplica</b>	<b>Pm (g)</b>	<b>Agua Desionizada (mL)</b>	<b>CE</b>	
			<b>µs/cm</b>	<b>mS/cm</b>
1	10,195	30	633	0,633
2	10,1652	30	621	0,621
3	10,1241	30	626	0,626
<b>Promedio</b>			626,6667	0,626667

$\sigma$	6,027714	0,006028
----------	----------	----------

Teniendo en cuenta la tabla 8 se emplea como medida de la salinidad la conductividad eléctrica de un extracto de saturación del lodo residual en el punto de salinización; los resultados arrojados para este parámetro según las tablas 5.31 y 5.3.2 dieron entre 0.39 y 0.62, lo cual indica que es un residuo no salino la cual no afecta los cultivos; dicha salinidad es apta para el desarrollo de pastos para la actividad ganadera así como para aportar como fertilizante.

#### 5.4 Resultados para la prueba de Capacidad de Intercambio Catiónico

Tabla 5.4.1 Resultados de Capacidad de Intercambio Catiónico con agua destilada

<b>CAPACIDAD DE INTERCAMBIO CATIONICO (CIC)</b>					
<b>Método: Acetato de amonio 0,1 N</b>					
<b>Fecha:21- Marzo-2015</b>					
<b>agua destilada</b>					
<b>No. Réplica</b>	<b>V</b>	<b>N</b>	<b>Pm</b>	<b>Bp</b>	<b>Cálculo</b>
1	25,1	0,2	5,0648	15,1	54,90028489
2	24,8	0,2	5,005	15,1	54,35743515
3	25,5	0,2	5,0764	15,1	56,35075308
<b>Promedio</b>					55,20282437
$\sigma$					1,030522534

Tabla 5.4.2 Resultados de Capacidad de Intercambio Catiónico con agua destilada y desionizada

<b>CAPACIDAD DE INTERCAMBIO CATIONICO (CIC)</b>					
<b>método:</b>					
<b>Fecha:14-Noviembre-2015</b>					
<b>Agua Destilada</b>					
<b>No. Réplica</b>	<b>V</b>	<b>N</b>	<b>Pm</b>	<b>Bp</b>	<b>CIC (meq/100 g de lodo)</b>
1	27,5	0,2	5,0068	15,1	65,123225
2	26,2	0,2	5,0068	15,1	59,93028739
3	26,8	0,2	5,0781	15,1	61,45191369
<b>Promedio</b>					62,16847536



$\sigma$					2,669596545
<b>Agua Desionizada</b>					
No. Réplica	V	N	Pm	Bp	CIC (meq/100 g de lodo)
1	25,4	0,2	5,016	14,8	57,826747
2	25,9	0,2	5,433	14,8	55,22896428
3	26,1	0,2	5,02	14,8	60,56951453
<b>Promedio</b>					57,87507527
$\sigma$					2,670603107

Los resultados obtenidos de CIC observados en las tablas 5.4.1 y 5.4.2 Según la Tabla 4 "Interpretación de la C.I.C. (meq/100 gr). Clasificación de la fertilidad de suelos de acuerdo a la CIC" los valores >45 meq/100 gr se consideran que son de un tipo de muestra más fértil, lo cual le proporcionan mayor reserva nutricional al aplicar el lodo residual en el suelo. Así mismo cuando se presenta en la muestra (suelo o lodo) un valor alto de CIC, se encuentra asociada a alta saturación de bases ya que esta situación indica una gran capacidad potencial para suministrar Calcio, Magnesio y Potasio a las plantas (FAO, 2013). Así mismo, su gran capacidad de intercambio catiónico es a causa de su carga negativa; resultado de la disociación de los grupos ácidos que contiene (García, Rehabilitación de un suelo con bajo perfil de nutrientes aplicando biosólidos como fertilizante, 2011).

### 5.5 Resultados para la prueba de Nitrógeno

Tabla 5.5.1 Resultados de Nitrógeno y Proteína Bruta con agua destilada

<b>NITROGENO TOTAL</b> <i>Método: KJELDAHL Modificado</i> <i>Fecha: 21-Marzo-2015</i>						<b>PROTEÍNA BRUTA</b> <i>Fecha: 21-Marzo-2015</i>	
<b>Agua Destilada</b>						<b>Agua Destilada</b>	
No. Réplica	Vm	N	Pm	VBp	Cálculo %Nt	No. Réplica	% Proteína Bruta
1	4,2	0,01	0,1001	0,6	0,918449699	1	5,740310619
2	3,95	0,01	0,1182	0,6	0,85342738	2	5,333921125
3	3,6	0,01	0,1024	0,6	0,897820458	3	5,611377861
4	3,7	0,01	0,1003	0,6	0,942079913	4	5,887999457

5	3,6	0,01	0,1006	0,6	0,91388484	5	5,711780248
6	0,6	0,01	10 mL	0,6	---	<b>Promedio</b>	5,657077862
<b>Promedio</b>					0,905132458		
$\sigma$					0,032961902	$\sigma$	0,206011888

Tabla 5.5.2 Resultados de Nitrógeno y Proteína Bruta con agua destilada y desionizada

<b>NITROGENO TOTAL</b> <i>Método: KJELDAHL Modificado</i> <i>Fecha: 14-Noviembre-2015</i>						<b>PROTEÍNA BRUTA</b> <i>Fecha: 14-Noviembre-2015</i>	
<b>Agua destilada</b>						<b>Agua destilada</b>	
No. Réplica	Vm	N	Pm	VBp	Cálculo %Nt	No. Réplica	% Proteína Bruta
1	1,6	0,1	0,1021	0,6	2,460982979	1	15,38114362
2	1,7	0,1	0,104	0,6	2,657624984	2	16,61015615
3	1,6	0,1	0,1019	0,6	2,465813171	3	15,41133232
<b>Promedio</b>					2,528140378	<b>Promedio</b>	15,80087736
$\sigma$					0,112162962	$\sigma$	0,701018514
<b>Agua desionizada</b>						<b>Agua Desionizada</b>	
No. Réplica	Vm	N	Pm	VBp	Cálculo %Nt	1	20,17331218
1	2,2	0,1	0,1012	0,9	3,227729948	2	18,54820587
2	2,1	0,1	0,1016	0,9	2,967712939	3	19,80154406
3	2,2	0,1	0,1031	0,9	3,168247049	<b>Promedio</b>	19,50768737
<b>Promedio</b>					3,121229979		
$\sigma$					0,136235697	$\sigma$	0,851473104

El resultado de nitrógeno se encuentra entre 0.9 y 3.1 según las tablas 5.5.1 y 5.5.2 lo cual significa que es extremadamente rico según la tabla 6; de igual forma el estudio realizado por Dágner G (2003) de acuerdo con las propiedades agrológicas; el nitrógeno y el fósforo expone concentraciones característico en los biosólidos de Colombia con un rango para de 1.6 -3.3 (Anexo 4.5); tiene mayor capacidad en el beneficio para labores agrícolas y no agrícolas (cobertura de rellenos, actividades forestales, recuperación de suelos) específicamente para nitrógeno; con base a lo anterior el lodo residual analizado no cuenta con una categorización constante en el tiempo.

Por otra parte la relación Carbono/ Nitrógeno (C/N) indica acerca de la mineralización de la MO, es decir la capacidad para producir nitrados. El carbono es el principal componente de la materia orgánica (58%, expresa que en 100 g de

lodo hay 58 g de MO). También el nitrógeno hace parte de ella (5%, expresa que en 100 g de lodo hay 5 g de nitrógeno total) (Espinosa, 1997). En el lodo residual analizado se cuenta con una relación de C/N entre 66.46 y 31.7.

Teniendo en cuenta la bibliografía, una relación C/N de los residuos mayor a 30 en la que se encuentra el lodo, los microorganismos no cuentan con suficiente nitrógeno y emplean todo con el que cuentan para su desarrollo; contando con inmovilización de nitrógeno (Anexo 4.3). Cuando la relación se encuentra entre 15 y 30, los microorganismos tienen alrededor de la cantidad necesaria, por ende no hay liberación de nitrógeno. De esta manera, solo existe liberación de nitrógeno cuando la relación es menor a 15. De esta misma manera, a medida que los microorganismos atacan y descomponen la materia orgánica, va descendiendo la relación C/N hasta acercarse al valor de una relación de 10, siendo esta la normal para el humus (Vivancos, 1978).

## 5.6 Resultados para la prueba Materia Orgánica

Tabla 5.6.1 resultados de Materia Orgánica

<b>MATERIA ORGÁNICA</b> <b>Método: pérdida por Calcinación</b> <b>fecha: 23- Marzo-2015</b>					
No. Réplica	PC	PM	PC+R	Materia Orgánica	%Cenizas Totales
1	20,621	1,0116	21,0412	58,46184263	41,53815737
2	20,3682	1,2192	20,8631	59,4078084	40,5921916
3	19,1254	1,001	19,5321	59,37062937	40,62937063
<b>Promedio</b>				59,08009347	40,91990653
<b><math>\sigma</math></b>				0,535743544	0,535743544

Tabla 5.6.2 resultados de Materia Orgánica

<b>MATERIA ORGÁNICA</b> <b>Método: pérdida por Calcinación</b> <b>fecha: 16-Noviembre-2015</b>					
No. Réplica	PC	PM	PC+R	Materia orgánica	%Cenizas Totales

1	20,7899	1,004	20,8012	98,8745	1,125498008
2	18,0606	1,005	18,0716	98,90547	1,094527363
3	20,4888	1,009	20,5019	98,70168	1,298315164
<b>Promedio</b>				98,82722	1,172780178
<b><math>\sigma</math></b>				0,109814	0,109813795

El porcentaje de ceniza no tuvo una variabilidad con respecto a la toma de muestra en diferentes tiempos, oscilando entre 17.58 y 20.01 según las tablas 5.6.1 y 5.6.2; teniendo en cuenta que la materia seca contiene C, O, H, N, S, P y elementos minerales, contando con el 90% en C, H, se cuenta con la disposición relativa de estos elementos a causa de la variación del contenido de la materia seca en el lodo residual.

Se obtuvo un rango de la materia orgánica para el lodo residual de 59.08 y 98.82, se debe tener en cuenta que la materia orgánica produce sustancias aglutinantes, microbiano que ayudan a estabilizar la estructura del suelo: la descomposición de la materia orgánica del lodo residual en este caso durante el desarrollo de los cultivos o para utilización de abono o enmienda depende del porcentaje de materia de orgánica que presente el lodo residual.

## 5.7 Resultados para Densidad Real

Tabla 5.7.1 Resultados Densidad Real

<b>Densidad Real</b>						
<b>Método: Picnómetro</b>						
<b>fecha: 23- Marzo-2015</b>						
<b>No. Réplica</b>	<b>Mpss (g)</b>	<b>Mpv (g)</b>	<b>Mpw (g)</b>	<b>Mpssw (g)</b>	<b>Dw (g/mL)</b>	<b>Densidad real (g/mL)</b>
1	21,0763	19,3656	69,4211	69,9471	0,99862	1,466552315
2	21,038	19,3397	58,221	58,771	0,99862	1,502210908
3	21,0442	19,0421	58,2443	58,9051	0,99862	1,512247892
<b>Promedio</b>						1,493670372
<b><math>\sigma</math></b>						0,024015141

Tabla 5.7.2 Resultados Densidad Real

<p style="text-align: center;"><b>Densidad Real</b>  <b>Método: Picnómetro</b>  <b>fecha: 16-Noviembre-2015</b></p>						
No. Réplica	Mpss (g)	Mpv (g)	Mpw (g)	Mpssw (g)	Dw (g/mL)	Densidad real (g/mL)
1	21,038	19,3397	57,2183	57,231	0,99862	1,02336781 3
2	21,0763	19,3656	68,3913	68,4189	0,99862	1,03227647 1
3	21,0442	19,0421	57,2243	57,351	0,99862	1,08157091 7
<b>Promedio</b>						1,0457384
<b><math>\sigma</math></b>						0,03134992 8

La densidad de la partícula depende de las densidades acumulativas de los constituyentes orgánicos e inorgánicos de la muestra. Además, su valor disminuye con el aumento de la materia orgánica. La densidad real de suelos minerales oscila entre 2.6 a 2.75 g/cm<sup>3</sup>, mientras que la de la materia orgánica varía entre 1.2 y 1.7 g/cm<sup>3</sup> (Morales, 1977). El resultado obtenido de las dos muestras tomadas para densidad real del lodo residual según las tablas 5.7.1 y 5.7.2 es de 1.49 y 1.04 g/cm<sup>3</sup>, considerando que el valor de 1.04 g/cm<sup>3</sup> corresponde a un porcentaje de materia orgánica de 98.82, siendo este valor suficientemente alto para materia orgánica.

A continuación se presenta la tabla general de los resultados obtenidos junto con la desviación estándar de las réplicas a través de los análisis fisicoquímicos realizados, tanto por la Universidad Católica de Manizales y de la Universidad de Caldas.

Tabla 10 Resultados de los parámetros Físicoquímicos del Lodo Residual.

PARÁMETRO		RESULTADOS (Promedio ponderado)							
		UCM Fecha: 21-mar-15		U Caldas Fecha: 06-Jul.-15		UCM FECHA: 14-nov-15			
	UNIDADES	Agua destilada	$\sigma$	Agua Desionizada	$\sigma$	Agua Destilada	Agua Desionizada	$\sigma$ agua destilada	$\sigma$ agua Desionizada
Humedad	%	82,41	0,38	79,41	0,59	79,98		1,05	
Materia seca	%	17,58	0,38	50,58	0,59	20,01		1,05	
pH		5,08	0,007	5,37	0	5,6	5,45	0,003	0,03
Materia Orgánica	%	59,08	0,53	83,19	2,5	98,82		0,1	
Cenizas totales	%	40,91	0,53	16,81	2,5	1,17		0,53	
CIC	meq/100 g de lodo	55,2	1,03	-	-	62,16	57,87	2,66	2,67
Nitrógeno total	%	0,9	0,03	1,85	0,1	2,52	3,12	0,11	0,13
C/N		66,46	2,99	44,91	3,39	39,14	31,7	1,66	1,42
Densidad real	(g/cm <sup>3</sup> )	1,49	0,02	-	-	1,04		0,03	
Conductividad eléctrica (extracto de saturación 1:5)	ds/m	0,39	0,01	-	-	0,49	0,62	0,01	0,006
Conductividad eléctrica (1:1)	ds/m	-	-	0,2693	8,31	-	-	-	-
Proteína Bruta	%	5,65	0,2	11,6	0,62	15,8	19,5	0,7	0,85

Con base en los análisis realizados, los valores de humedad, pH y CIC son relativamente constantes, cuentan con cambios pequeños a través del tiempo; el pH se encuentra entre 5.35 y 5.9, lo cual indica que el lodo es muy fuertemente

ácido según la tabla 3, se encuentra en un rango ideal para el compostaje según la FAO (Organización de las Naciones Unidas para la Alimentación y la Agricultura) (Anexo 4.1.1), la gran mayoría de los cultivos en Colombia se producen en suelos con pH por encima de 5,2 pero no puede pasarse de 6.5, ya que esto ocasiona inconvenientes en cuanto a los microelementos del suelo, es decir, dificultad para la retención de muchos nutrientes y posibles deficiencias de P, Ca y Mg según la tabla 3, de esta misma forma Caldas cuenta con un suelo húmedo y ácido. (Espinosa, 1997). El CIC cuenta con una oscilación entre 55.2 y 62.16 meq/100 g de lodo.

Mediante los análisis realizados por el laboratorio de Nutrición Animal y Vegetal de la Universidad de Caldas se determinó que el lodo residual en estudio no cuenta con alto contenido con respecto a macroelementos, sin embargo los microelementos presentes en el residuo según el Anexo 4.2 “la composición química de los suelos del altiplano norte de Antioquia” se encuentra con contenidos aceptables para la producción de pastos y fertilizantes. Siendo esta un aporte para la producción económica del departamento de Caldas. Así mismo, teniendo en cuenta que en Colombia a partir del año de 1970 se incrementó la necesidad de usar los micronutrientes, para una óptima producción de los cultivos. Esto se debe a factores tales como: la continua reacción de los nutrientes del suelo por las cosechas, introducción de nuevos cultivos, a la erosión y lavado de la capa vegetal y a deficiencias inducidas por prácticas de manejo de suelo (Giraldo, 1977), por ello se puede determinar que el lodo residual en estudio puede ayudar al mejoramiento de las propiedades fisicoquímicas dependiendo del suelo en el que se aplique.

A pesar que los macronutrientes no se encuentran con contenidos aceptables, el lodo residual podría ser mezclado con otro tipo de residuos como la gallinaza con el fin de aumentar sus propiedades insuficientes (Anexo 4.4).

Con base al estado actual de los suelos y la economía de la región, se puede mencionar que la disposición final para este lodo residual con el fin de contar con su aprovechamiento es como complemento a algún tipo de mejorador de suelos, puesto que cuenta con alto contenido de micronutrientes, además de incrementar la retención de agua, mejorando el suelo de cultivo y contribuyendo a la restauración de suelos erosionados. Igualmente, las partículas delgadas y

orgánicas de los biosólidos pueden aumentar propiedades como la humedad y la disponibilidad de nutrientes.

De esta misma manera, los biosólidos a largo plazo ofrecen una continua y paulatina liberación de nutrientes al sustrato, factor que se debe tomar en cuenta. Asimismo, el biosólido potencializa y recupera las características texturales del mejorador de suelo mediante la variedad de nutrientes, especialmente en este caso de nitrógeno, el cual con frecuencia se encuentra en forma limitada en el suelo. A corto plazo, con base a estudios realizados se ha observado que mediante la adición de biosólidos al suelo se logra el incremento de conductividad eléctrica, materia orgánica, capacidad de intercambio catiónico; contando el lodo residual analizado en el presente proyecto con altos niveles en estos parámetros, el estudio también indica que se obtiene la neutralidad del pH, el aumento de nutrimentos, porosidad, entre otros. Sin embargo, los riesgos latentes que se deben considerar para la aplicación del lodo residual en la agricultura son: el incremento exagerado de la conductividad eléctrica y la presencia de patógenos en los lodos tratados; por lo cual se hace necesario el análisis microbiológico (Cardoso, 2002).

En general, los suelos forestales son buenos lugares para la aplicación de lodos, debido a que cuentan con altas tasas de infiltración (disminuye la salinidad y la acumulación), gran cantidad de materia orgánica la cual detiene los metales pesados contenidos en el lodo, sistemas de raíces perennes, que posibilitan el uso durante todo el año en climas suaves. Los suelos forestales con frecuencia son ácidos, sin embargo, investigaciones realizadas no han descubierto inconvenientes de lixiviación de metales pesados después de la aplicación del lodo (Cordero, 2010). Contrario a esto el lodo analizado ha sido estabilizado con cal lo cual indica que tiene una baja solubilidad, además de esto el análisis fisicoquímico realizado por el laboratorio de nutrición animal y vegetal, indica que no se cuenta con cantidad significativas de estos metales.



## 6. CONCLUSIONES

1. Teniendo en cuenta factores como la composición fisicoquímica del lodo residual de la planta de tratamiento de agua residual industrial de café, los requerimientos del suelo y algunos cultivos; el residuo no podría ser funcional como materia prima de producción de abono. Sin embargo, podría ser empleado como un complemento para la producción de abono orgánico o enmienda, además se puede agregar algunos sustratos o elementos que ayuden al lodo residual en estudio a utilizarse y emplearse como una biotecnología como lo es el compostaje o abono orgánico. Es importante que antes de su uso como complemento del abono se realice un análisis microbiológico, puesto que el tratamiento de las aguas residuales de la empresa son una combinación de aguas domésticas e industriales, por lo cual el residuo podría contar con cantidades de microorganismos no aptos para el suelo.
  2. El lodo residual generado por las PTAR de las industrias de Manizales actualmente no cuentan con una disposición final óptima, convirtiéndose en una oportunidad para desarrollar e implementar nuevas soluciones en esta problemática ambiental. Igualmente, es evidente que en Colombia aún falta investigación y normatividad para la implementación de lodos en diferentes actividades agrícolas, es por ello que se debe continuar indagando en este ámbito.
1. Después de una exhaustiva investigación sobre las prácticas de laboratorio para caracterizar un lodo residual sólido se determinó que este cumplía con características cualitativas similares a las correspondientes a la del suelo, por ende, se estableció como guía base el manual de laboratorio de análisis fisicoquímicos del Instituto Agustín Codazzi (IGAC) y las Normas técnicas

Colombianas vigentes para análisis de suelo, debido a que actualmente no se encuentran con técnicas de laboratorio para lodo residual.

2. Teniendo en cuenta la composición fisicoquímica del lodo residual de una planta de tratamiento de agua residual industrial de alimento de café, los requerimientos del suelo y algunos cultivos; el residuo podría ser empleado como un complemento para la producción de abono orgánico o enmienda, mas no como materia prima de producción de abono de igual forma se puede agregar algunos sustratos o elementos que ayuden a el lodo residual en estudio a utilizarse y emplearse como una biotecnología como lo es el compostaje o abono orgánico. Es importante que antes de su uso como complemento del abono se realice un análisis microbiológico, puesto que el tratamiento de las aguas residuales de la empresa son una combinación de aguas domesticas e industriales, por lo cual el residuo podría contar con cantidades de microorganismos no aptos para el suelo.
3. Se concluye que las pruebas de los parámetros fisicoquímicos realizadas en el laboratorio de calidad de aguas de la Universidad Católica de Manizales, fueron satisfactorias en cuanto al manejo de instrumentos y resultados adquiridos con respecto a las pruebas realizadas en el laboratorio de nutrición animal y vegetal de la Universidad de Caldas, con excepción de la capacidad de intercambio catiónico y densidad real, parámetros los cuales no fueron realizados en el laboratorio de la Universidad de Caldas debido a que no contaban con el procedimiento y experticia de este.
4. En general se puede observar que al utilizar agua destilada y agua desionizada en los análisis fisicoquímicos establecidos para la caracterización fisicoquímica del lodo residual; con base a la tabla 10 y los valores arrojados para el agua destilada y desionizada, se hace verídico que los resultados para los parámetros de nitrógeno total, CIC y conductividad eléctrica varían de

acuerdo al agua que se ha empleado para su procedimiento, lo cual puede deberse a los cationes existentes en el agua destilada. Por lo cual se recomienda llevar a cabo los análisis mencionados utilizando agua desionizada. Por otro lado, los resultados para pH con agua destilada es de 5.6 y para agua desionizada de 5.45 (tabla 10) lo cual quiere decir que el agua destilada no interviene notablemente en el resultado de pH.

5. Teniendo en cuenta los resultados obtenidos por el Laboratorio de la Universidad de Caldas y la Universidad Católica de Manizales (UCM) se comprueba que los procedimientos de los métodos analíticos llevados a cabo por el laboratorio de calidad de aguas de la UCM son congruentes a los obtenidos por el laboratorio externo, lo cual permite evidenciar y corroborar que los procedimientos analíticos realizados en esta investigación son verídicos.

## **7. RECOMENDACIONES**

- En el muestreo de biosólidos antes de colocar la muestra dentro de algún recipiente hermético, es necesario purgarlo dos o tres veces, a menos que contenga agentes preservativos. Dependiendo del tipo de determinación se debe leer previamente las instrucciones y procedimientos detalladamente, teniendo en cuenta todos los instrumentos y reactivos.
- Seguir las medidas de seguridad establecidas por el laboratorio de calidad de aguas de la Universidad Católica de Manizales, se deben emplear los elementos de protección personal requeridos para la determinación analítica

(guantes de nitrilo, tapabocas, gorro (el cabello largo debe ser recogido), careta, bata de laboratorio y polainas).

- Los reactivos que se utilizaron en las pruebas descritas son en grado analítico a menos que se indique otra cosa; cuando se hable de agua se debe entender agua desionizada o destilada, las soluciones para los análisis deben almacenarse en recipientes de polietileno, así mismo los reactivos concentrados se deben manipular bajo campana de extracción de gases y siempre deben estar como mínimo dos personas dentro del laboratorio, nunca una persona debe operar sola.
- Para el análisis de la capacidad de intercambio catiónico mediante el método de acetato de amonio se debe estandarizar todos los reactivos que se utilicen, principalmente el reactivo titulante. El tiempo prolongado en el que se deje la muestra de lodo con el acetato de amonio, puede incidir al momento de infiltrar la muestra, esta se puede colmatar y saturar de tal forma que aumentara el tiempo de infiltración, modificando los resultados significativamente. La partícula de la muestra de lodo debe ser muy fina puesto que esto también puede incidir en una distorsión de los resultados, cuanto más pequeña sea la partícula, más precisa será la medición de la capacidad de cambio, finalmente debe prestarse atención al viraje del color en la titulación.
- Al analizar los datos obtenido con agua destilada y agua desionizada, se tiene como observación que para unos valores más exactos y verídicos, procedimientos tales como CIC, nitrógeno total y conductividad eléctrica se deben realizar mediante el empleo de agua desionizada, puesto que los cationes con los que puede contar el agua destilada intervienen en dato del resultado. Siendo estos protocolos, claves en el momento de caracterizar y analizar un lodo residual.
- Se recomienda realizar la caracterización y análisis microbiológica del lodo residual, en cuanto a huevos de helmintos, salmonella sp, coliformes fecales y

virus entérico puesto que estos serán los parámetros que determinen de forma óptima el uso del lodo residual o biosólido según el decreto 1287 del 2010, en el cual se encuentran los valores máximos permisibles de microorganismos presentes en el lodo residual de una PTAR y el uso en la agricultura que se le pueden dar estos.

- De acuerdo a los datos obtenidos en el análisis del lodo residual se recomienda la separación del tratamiento de las aguas residuales dentro de la empresa, ya que los compuestos de las aguas domésticas podrían disminuir las propiedades que contiene las aguas industriales, lo cual no permite que el lodo residual en su totalidad sea apto para uso como abono orgánico.

## 8. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

- Análisis de la capacidad de intercambio catiónico*. (08 de Febrero de 2012). Obtenido de Información adquirida en video: <https://www.youtube.com/watch?v=TxYsQrgUCrA>
- Ministerio de obras públicas y comunicaciones*. (28 de 12 de 2014). Obtenido de Normas para materiales y ensayos de materiales. : <http://www.mopc.gov.py/userfiles/files/suelos.pdf>.
- abc, P. (4 de noviembre de 2005). *Nutrientes del suelo*. Obtenido de Recuperado de <http://www.abc.com.py/articulos/nutrientes-del-suelo-866315.html>
- Alvarez, A. B. (2008). *Alteraciones químicas y fitodisponibilidad de níquel en suelo tratado con lodo albaña*. Obtenido de Scientific Electronic Library Online 31(5): Recuperado de [http://www.scielo.br/scielo.php?pid=S0100-40422008000500009&script=sci\\_arttext](http://www.scielo.br/scielo.php?pid=S0100-40422008000500009&script=sci_arttext)
- Arias, A. (2007). *Suelos tropicales*. San José, Costa Rica: Ed. UNED.
- Báscones, E. M. ((s.f)). *Análisis de suelo y consejos de abono*. Obtenido de Directora de Calidad del Laboratorio de Análisis Agrícola. : [https://www.larioja.org/npRioja/cache/documents/518266\\_inea\\_interpretacion\\_suelos.pdf;jsessionid=6974A45BC255A29245C61913D8C41C33.jvm3](https://www.larioja.org/npRioja/cache/documents/518266_inea_interpretacion_suelos.pdf;jsessionid=6974A45BC255A29245C61913D8C41C33.jvm3)
- Blanco, J. (Febrero de 2003). *Manejo integral de suelos con énfasis en el cultivo de arroz*. Obtenido de Cucuta: <http://bibliotecadigital.agronet.gov.co/jspui/bitstream/11348/4185/1/Manejo%20del%20suelos%20para%20arroz.pdf>

- BOE-A. (julio de 12 de 2001). *Ministerio de Medio Ambiente de España*. Recuperado el 2014, de Disposiciones generales, aprueba el Plan Nacional de Lodos de Depuradoras de Aguas Residuales 2001-2006, Pagina 3: <https://www.boe.es/boe/dias/2001/07/12/pdfs/A25297-25304.pdf>
- Buckman, H. O. (1977). *Naturaleza y propiedades de los suelos*. Barcelona: Ed.Montaner y Simon, S.A.
- Cano, A. G. (Mayo de 2013). *SISTEMA DE CONTROL PARA LA PRODUCCIÓN MÁS LIMPIA EN UNA FÁBRICA DE PINTURAS ARQUITECTÓNICAS E INDUSTRIALES*. Recuperado el 19 de Mayo de 2014, de Biblioteca Virtual de la UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA, Pagina 264: [http://biblioteca.usac.edu.gt/tesis/08/08\\_2773\\_IN.pdf](http://biblioteca.usac.edu.gt/tesis/08/08_2773_IN.pdf)
- Cardoso. (2002). *Aplicación en un suelo agrícola de lodos residuales tratados*. Cancún, Mexico: AIDIS-FEMISCA.
- Castells, X. (2014). *Reciclaje de residuos industriales*. Ediciones Diaz de Santos, 2 edicion.
- Cerón, A. ((s.f) Pág 44). *MANUAL INTERNACIONAL DE FERTILIDAD DE SUELOS*. Obtenido de Instituto de la Potasa y el Fósforo AC INPOFOS: [https://www.academia.edu/7145740/PORQUE\\_SE\\_DEBEN\\_ENCALAR\\_LOS\\_SUELOS\\_ACIDOS](https://www.academia.edu/7145740/PORQUE_SE_DEBEN_ENCALAR_LOS_SUELOS_ACIDOS)
- Colín, L. M. (2004). *Nuevas aplicaciones de Lodos residuales*. Obtenido de Página 1.: Obtenido de [http://www.uaemex.mx/Red\\_Ambientales/docs/memorias/Extenso/TA/EO/TAO-67.pdf](http://www.uaemex.mx/Red_Ambientales/docs/memorias/Extenso/TA/EO/TAO-67.pdf)
- Comision Nacional del Medio Ambiente. (Marzo de 1998). *Fuente y Caracterización de los residuos solidos*. Obtenido de Guia para el contro y prevencion de la contaminacion industrial , Santiago, Chile: [http://www.sinia.cl/1292/articles-26230\\_pdf\\_frutas\\_hortalizas.pdf](http://www.sinia.cl/1292/articles-26230_pdf_frutas_hortalizas.pdf)
- Cordero. (2010). *Mejoramiento de suelo con biosólidos provenientes de la planta de tratamiento de aguas residuales de la UNAM*. Universidad Nacional Autónoma de México, México.
- Daguér G, G. P. (2003). *Gestión de Biosólidos en Colombia* . Congreso Internacional de Acodas.
- DANE. (2012, Pagina 11). *Informe de Coyuntura Economica Regional Departamento de Caldas- ICEDER*. Recuperado el 2014, de Edición, diseño e impresión, DANE – Banco de la República: [http://www.dane.gov.co/files/icer/2011/caldas\\_icer\\_\\_11.pdf](http://www.dane.gov.co/files/icer/2011/caldas_icer__11.pdf)
- Ecohortum. (2 de Abril de 2013). *Huerto en Casa: el pH óptimo en suelo*. Obtenido de <http://ecohortum.com/huerto-en-casa-el-ph-optimo-en-suelo/>
- Eddy, M. (1981). *Tratamiento y depuración de las aguas residuales, Ingeniería Sanitaria, Laboratorio de suelo* (2a Edición ed.). Barcelona : Labor S.A.

- EDUCARM, C. A. ((s.f)). *Tema 3, Propiedades Químicas del suelo, PDF*, . Obtenido de [http://servicios.educarm.es/templates/portal/ficheros/websDinamicas/20/suelos\\_tema\\_3](http://servicios.educarm.es/templates/portal/ficheros/websDinamicas/20/suelos_tema_3)
- EPA, E. P. (2003). *Método 1311, Toxicidad Característica Procedimiento de Lixiviación (TCLP)*. EPA-Environmental Protection Agency.
- Equipos y Laboratorios de Colombia. ((s.f)). *PROCEDIMIENTO DE CALIBRACION DE PHMETRO*. Recuperado el 2013, de [http://www.equiposylaboratorio.com/sitio/contenidos\\_mo.php?it=5033](http://www.equiposylaboratorio.com/sitio/contenidos_mo.php?it=5033)
- Espinosa, F. (1997). *Relaciones químicas de suelo-planta y fertilidad*. Manizales: Centro Editorial Universidad de Caldas.
- FAO, R. G. (2013). *EL MANEJO DEL SUELO EN LA PRODUCCIÓN DE HORTALIZAS CON BUENAS PRÁCTICAS AGRÍCOLAS*. adaptada para el Paraguay por el Consultor Ing. Agr. Claudio Villasanti con apoyo de la Ing. Agr. Pilar Román.
- García. ((s.f)). *Suelos en la Zona Cafetera clasificación y uso*. En A. G. García, & E. f. cafetero (Ed.), *Tipos de suelos, Federación Nacional de cafeteros de Colombia, anexo Condiciones ecológicas para los principales cultivos de diversificación en la zona cafetera central* (pág. 154). Medellín, Colombia: Bedout S.A.
- García. (2011). *Rehabilitación de un suelo con bajo perfil de nutrientes aplicando biosólidos como fertilizante*. Tesis , Instituto Politécnico Nacional, México D.F.
- García, J. G. (2005). *EVALUACIÓN DE PARÁMETROS DE CALIDAD PARA LA DETERMINACIÓN DE CARBONO ORGÁNICO EN SUELOS*. *Rev.Colomb.Quim. vol.34 no.2 Bogotá Dec. .*
- Garrido, J. I. (Agosto de 2008). *Alternativas de uso y disposición de Biosólidos y su impacto en las tarifas de Agua. Santiago de Chile*. Recuperado el 2014, de Seminario (Ingeniería comercial mención administración) Universidad de Chile Facultad de Economía y Negocios, Escuela de Economía y Administración.: [http://www.tesis.uchile.cl/tesis/uchile/ramila\\_j/sources/ramila\\_j.pdf](http://www.tesis.uchile.cl/tesis/uchile/ramila_j/sources/ramila_j.pdf)
- Gaviria, T. L. (1998). *CARDER, Tratamiento de Aguas Residuales: Una necesidad inaplazable*. Santa Fe de Bogotá: Ministerio del Medio Ambiente.
- Giraldo. (1977). *Fertilidad en suelos con énfasis en Colombia*. En J. G. Morales. Bogotá, Colombia: Instituto Colombiano Agropecuario-ICA.
- Guerrero. ((s.f)). *Sociedad Acuariológica del Plata*. Obtenido de Preparación de una solución calibradora para conductímetros PDF: [http://www.sadelpata.org/articulos/guerrero\\_070226.pdf](http://www.sadelpata.org/articulos/guerrero_070226.pdf)

- Guerrero, X. R. (2013). Caracterización fisicoquímica y microbiológica de los lodos presentes en la planta de tratamiento de aguas residuales industriales (PTARI) de la empresa jugos hit de la ciudad de Pereira. En *Humedad* (pág. 51). Pereira: Recuperado : Universidad Tecnológica de Pereira, Facultad de Tecnologías.
- Guzmán, Z. (2000). *Plan Estrategico Nacional De Mercados Verdes- Ministerio del Medio Ambiente*. Obtenido de BOGOTA D.C :  
[https://www.dnp.gov.co/Portals/0/archivos/documentos/DDUPA/Medio\\_Ambiente/P%C3%A1gina6\\_Plan\\_Estrat%C3%A9gico\\_Programa\\_Mercados\\_Verdes.PDF](https://www.dnp.gov.co/Portals/0/archivos/documentos/DDUPA/Medio_Ambiente/P%C3%A1gina6_Plan_Estrat%C3%A9gico_Programa_Mercados_Verdes.PDF)
- Hernández, J. L. (2007). *Instituto Nacional de ciencias agrícolas*. Recuperado el 2015, de Meodos para el análisis físico de los suelos, Manual de laboratorio, Densidad real :  
[http://200.14.48.83/files/folletos/metodos\\_analisis.pdf](http://200.14.48.83/files/folletos/metodos_analisis.pdf)
- IGAC, I. d. (2006). Métodos Analíticos del Laboratorio de Suelos. En *tercera edición, Analisis de pH, Metodo relacion Agua:Suelo* (págs. 73-75). Santa Fé de Bogotá: Imprenta Nacional de Colombia.
- IGAC, I. G. (2006). En *Métodos Analíticos del Laboratorio de Suelos. Sexta edición*. (págs. Página 83-87). Bogotá: Imprenta Nacional de Colombia.
- IGAC, I. G. (2006). *Métodos Analíticos del Laboratorio de Suelos. Sexta edición, Analisis de pH, Metodo relacion Agua:Suelo*. Bogotá D.C, Colombia: Imprenta Nacional de Colombia.
- IGAC, I. G. (2006.). Métodos Analíticos del Laboratorio de Suelos. Sexta edición. En *Analisis de Capacidad de intercambio Cationico , Metodo Acetato de amonio 1N, 7 pH* (págs. 83-85). Bogotá D.C, Colombia: Imprenta Nacional de Colombia.
- Instituto Colombiano Agropecuario. (21 de Enero de 2003).  
*Reglamento Técnico de Fertilizantes y Acondicionador es de Suelos par a Colombia*.  
 Obtenido de Resolución 00150, Anexo 7: [http://www.ica.gov.co/getdoc/24c681e1-7f12-456e-9249-c42ab71f7d38/Anexo7\\_Guia-Protocolos-eficiencia-de-Fertilizantes.aspx](http://www.ica.gov.co/getdoc/24c681e1-7f12-456e-9249-c42ab71f7d38/Anexo7_Guia-Protocolos-eficiencia-de-Fertilizantes.aspx)
- Instituto Nacional de Vías. ((s.f)). "*Determinación en el laboratorio del contenido de agua (humedad) roca y mezcla de suelo afectado con hidrocarburo-agregado*". Recuperado el 2014, de [http://labsueloscivil.upbbga.edu.co/sites/default/files/Norma%20INV%20E-122-07\\_0.pdf](http://labsueloscivil.upbbga.edu.co/sites/default/files/Norma%20INV%20E-122-07_0.pdf)
- J, L. (2013). Recuperado el 03 de Enero de 2015, de Los lodos de las plantas de tratamiento de aguas residuales, ¿problema o recurso?. : Recuperado de  
[http://www.ai.org.mx/ai/images/sitio/201309/ingresos/jglm/doc\\_ingreso\\_gualberto\\_limoun\\_trabajo\\_de\\_ingreso.pdf](http://www.ai.org.mx/ai/images/sitio/201309/ingresos/jglm/doc_ingreso_gualberto_limoun_trabajo_de_ingreso.pdf)



- J.R, L. (1964). *Booker Tropical Soil Manual*. A handbook for soil survey and agriculture land evaluation in the tropics and subtropics. Longman.
- Jaramillo, D. F. (2002, Pág 361). *Introducción a la Ciencia del Suelo*. Recuperado el 2015, de Universidad Nacional de Colombia, Facultad de Ciencias, Medellín:  
<http://www.bdigital.unal.edu.co/2242/1/70060838.2002.pdf>
- Kauffman, D. y. ((s.f)). *Protocolo para la medición, monitoreo y reporte de la estructura, biomasa y reservas de carbono de manglares*. Recuperado el 2014, de  
[https://books.google.com.co/books?id=qEnWBQAAQBAJ&printsec=frontcover&dq=Protocolo+para+la+medici%C3%B3n,+monitoreo+y+reporte+de+la+estructura&hl=es-419&sa=X&redir\\_esc=y#v=onepage&q=Protocolo%20para%20la%20medici%C3%B3n%20%20monitoreo%20y%20reporte%20de%2](https://books.google.com.co/books?id=qEnWBQAAQBAJ&printsec=frontcover&dq=Protocolo+para+la+medici%C3%B3n,+monitoreo+y+reporte+de+la+estructura&hl=es-419&sa=X&redir_esc=y#v=onepage&q=Protocolo%20para%20la%20medici%C3%B3n%20%20monitoreo%20y%20reporte%20de%2)
- Kucharz, T. (2009). Obtenido de Guía de conocimiento sobre medio ambiente:  
<http://www.gloobal.info/iepala/gloobal/fichas/ficha.php?id=1547&entidad=Noticias&cabecera=medioambiente&opcion=documento>
- Leone, G. A. ((s.f)). *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*. 20th Edition.
- Linares, L. C. (2006). *Manual de técnicas de análisis de suelos aplicadas a la remediación de sitios contaminados*. México, D. F.: Página 70, Instituto Mexicano del Petróleo, Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales, Instituto Nacional de Ecología.
- Luis C., F. G. (2006). Manual de análisis de técnicas de suelos aplicados a la remediación de sitios contaminados, Manual de técnicas de análisis de suelos. En .. H. Martha Elena R, *Tema 4, Análisis Físicos y químicos del suelo, Capacidad de intercambio Cationica (CIC)* (pág. Pág 70). México, D.F: Instituto Mexicano del Petróleo, Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales, Instituto Nacional de Ecología.
- M, G. ((s.f) Página 92). *Estudio de la mineralización en el suelo de Nitrógeno de lodos procedentes de plantas depuradoras de aguas residuales (tesis de doctorado)*. España: Universidad de Barcelona.
- Márquez, D. B. ((s.f)). *Capítulo 4. Factores que afectan al proceso de Compostaje*. Obtenido de Página 2:  
<http://digital.csic.es/bitstream/10261/20837/3/Factores%20que%20afectan%20al%20proceso%20de%20compostaje.pdf>
- McKean, S. J. (1993). MANUAL DE ANÁLISIS DE SUELOS Y TEJIDO VEGETAL, Una guía teórica y práctica de metodologías. En *DOCUMENTO DE TRABAJO No. 129, LABORATORIO DE SERVICIOS ANALÍTICOS, METODO 6, DETERMINACIÓN DE LOS CATIONES CAMBIABLES EN*

*SUELOS NO CAICAREOS NI SALINOS (CIC)* (pág. Pág 25). Centro Internacional de Agricultura Tropical· CIAT.

Ministerio de Medio Ambiente y Medio Rural y Marino. (2009). *Caracterización de los lodos de depuradoras generados en España*. España: Ministerio de Medio Ambiente y Medio Rural y Marino, Secretaría General Técnica, Centro de Publicaciones.

Morales, M. (1977). Fertilidad de suelos con énfasis en Colombia. Bogotá: Instituto Colombiano de Agricultura.

Municipio Metropolitano de Quito, D. d. (Agosto de 1999). *Manejo ambientalmente adecuado de lodos*. Recuperado el 2014, de Aspectos generales del manejo de lodos, Tipos de lodos, propiedades y clasificación, Lodos industriales: <http://www.bvsde.ops-oms.org/eswww/repamar/gtzproye/lodos/lodos.html>

Navarro N, C. R. (2007). *Evaluación de la Potencialidad del uso de Biosólidos originados en las Plantas de Tratamiento de Aguas Servidas en la fabricación de ladrillos*. *Revista Residuos Bilbao*. Editor, Reed Business Information S.A.

Niño, .. (2009). *Trabajo de grado, Determinación de la característica de toxicidad del Endosulfan por medio de la técnica TCLP*. Recuperado el 2014, de Universidad de la Salle, Facultad de Ingeniería Ambiental y Sanitaria, Bogota: <http://repository.lasalle.edu.co/bitstream/handle/10185/14004/T41.09%20N622d.pdf?sequence=1>

Nordell, E. (1965). *Tratamiento del agua para la industria y otros usos*. Continental.

NTC 5268, N. T. (s.f.). *NORMA TÉCNICA COLOMBIANA (NTC) 5268: Calidad de suelo determinación de la capacidad de intercambio catiónico*. Obtenido de <http://tienda.icontec.org/brief/NTC5268.pdf>

Oropeza, N. (2006). Lodos residuales: estabilización y manejo. En *1, Caos Conciencia* (págs. 51-58). México: Departamento de Ingeniería, Universidad de Quintana Roo.

Ospina, .. F. (1997). Relaciones químicas de suelo-planta y fertilidad. En L. F. Ospina. Manizales, Colombia: Centro editorial Universidad de Caldas.

Peña. (2005). *Propiedades químicas del suelo*. Recuperado el 2014, de <http://es.scribd.com/doc/248810371/laspropiedadesquimicasdelsuelo-120523141003-phapp01-docx#scribd>

Peña, D. (2005). *Propiedades químicas del suelo*. Obtenido de Pág 4: <http://es.scribd.com/doc/248810371/laspropiedadesquimicasdelsuelo-120523141003-phapp01-docx#scribd>

- RAS, D. d. (2000. ). Titulo E- TRATAMIENTO DE AGUAS RESIDUALES. En R. d. Colombia, *Reglamento tecnico del sector de agua potable y saneamiento basico, RAS - 2000* (págs. SECCION II, pág. E.9). Bogota, DC.: Ministerio de desarrollo economico .
- Rittmann, M. P. (2001). *Biotecnología del medio ambiente principios y aplicaciones*. Mexico: Ed. Mc Graw Hill.
- Sanclemente, O. E. (Julio de 2011). *Escuela de las ciencias agrícolas, pecuarias del medio ambiente, propiedades contaminantes del suelo*. Recuperado el 2014, de Universidad Nacional Abierta y a Distancia - UNAD, Palmira:  
[http://datateca.unad.edu.co/contenidos/358013/MODULO\\_PROPIEDADES\\_Y\\_CONTAMINACION\\_DEL\\_SUELO-FINAL.pdf](http://datateca.unad.edu.co/contenidos/358013/MODULO_PROPIEDADES_Y_CONTAMINACION_DEL_SUELO-FINAL.pdf)
- Santibáñez, V. C. ((s.f)). *Determinación del pH y conductividad eléctrica del suelo. Proyecto MECESUP UCH 0303*. Chile: Universidad de Chile.
- SASTRE, M. M. (1996). *Biosólidos generados en la depuración de aguas: (II). Métodos de Tratamiento*. Ingeniería del Agua, Vol. 3, Núm 3.
- Sierra, H. (1993). *Análisis de Aguas y Aguas*. Medellin: Universidad de Antioquia. Facultad de Ingeniería, Departamento de Ingeniería Sanitaria.
- Sistema de Informacion Agricola Nacional. ((s.f)). *Manuales de suelos, metodos analíticos , Venezuela*. Obtenido de Determinacion Conductividad electrica:  
[http://www.sian.inia.gob.ve/repositorio/manuales\\_suelos/metodos\\_analiticos\\_suelos/VIII.pdf](http://www.sian.inia.gob.ve/repositorio/manuales_suelos/metodos_analiticos_suelos/VIII.pdf)
- Steubing, L., Godoy, R., & Alberdi, M. (2001). *Métodos de ecología vegetal* (Primera edición ed.). Santiago de Chile, Chile: Editorial Universitaria, S.A.
- Universidad Nacional de Colombia. (2007). *Prueba de Laboratorio Nitrogeno Total*. Bogotá, Colombia: Facultad de Agronomía de guas y suelos.
- Universidad Peruana Union . (2012). *Facultad de ingeniería y arquitectura, programa de ingeniería civil* . Recuperado el 2015, de Labortorio de mecanica de suelos y concreto, Guia de laboratorio, Gravedad especifica de los suelos:  
<https://upeuingenieros.files.wordpress.com/2012/04/practica-nc2b0-03-lmsi-upeu2.pdf>
- Valero, G. S. ((s.f)). *Interpretacion Analisis de suelo*. Obtenido de Nue 5/93 HD, Pagina 30:  
[http://www.magrama.gob.es/ministerio/pags/biblioteca/hojas/hd\\_1993\\_05.pdf](http://www.magrama.gob.es/ministerio/pags/biblioteca/hojas/hd_1993_05.pdf)
- VALERO, M. S. (1993). *Ingeniero Agrónomo, Guía práctica para muestrear los suelos e interpretar sus análisis, INTERPRETACION DE ANALISIS DE SUELOS*, . España.

Vivancos, D. (1978). Abonos Minerales. Madrid: Gráficas E. Casado .

Winkler, M. (1994). *Tratamiento biológico de Aguas de Desecho*. Centro de información tecnológica. : Editor José O. Valderrama, edición 86, Año 15.

Wmacutel. (2004). *Fundamentos para la caracterización de las Aguas. Obtenido de Capítulo 7*. Obtenido de [www.ingenieriasanitaria.com/pdf/cap7.pdf](http://www.ingenieriasanitaria.com/pdf/cap7.pdf)

## 9.ANEXOS

### Anexo 1. Estandarización de los Reactivos

#### 1.1 Estandarización del NaOH

Para calcular la CIC se debe conocer la concentración exacta de la solución por lo cual se debe estandarizar semanalmente con biftalato de potasio, la cual debe ser igual o cercana a 0.2 N

- ✓ Para ello se requiere pesar 50 gr de Biftalato de potasio R.A seco a 105°C-110 °C , durante 30 minutos-1 hora y dejar enfriar en el desecador
- ✓ Este se puede pedir con un dos o tres días de anterioridad a CALER, inmediatamente del secado, colocar en la campana de extracción del laboratorio de calidad de aguas.

Posteriormente pesar 0,4084 g de biftalato de potasio, disolver en 50 ml de agua destilada, agregar de 2 a 3 gotas de fenolftaleína y titular con la solución de NaOH y calcular la normalidad de la soda con la siguiente ecuación.

$$NaOH = \frac{0,4084 \text{ g} * 1000}{204,2 \text{ g} * V (\text{ml NaOH})}$$

Se recomienda realizar réplicas de la estandarización del NaOH con el fin de obtener óptimos resultados. La siguiente tabla relación la réplica, el peso y los equivalente gramos de biftalato de potasio necesarios para la estandarización de NaOH.

Tabla 11 Estandarización NaOH

Estandarización NaOH			
No. Réplica	Peso C <sub>8</sub> H <sub>5</sub> KO <sub>4</sub> (g)	V gastado NaOH(mL)	N
1	0,4085	10,4	0,190403
2	0,4083	10,3	0,192158
3	0,4086	10,4	0,19045

Posteriormente se debe hallar la normalidad y sacar el promedio con los resultados experimentales de las tres réplicas y la desviación estándar, el resultado deberá ser cercano a la normalidad “teórica”



Ilustración 1 Preparación del Biftalato de Potasio para la estandarización del NaOH

## 1.2 Estandarización de HCL y H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

\*Para realizar la estandarización de HCL y el H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> se realiza el mismo procedimiento

1. Secar en estufa a 105 °C en un vidrio reloj una cantidad suficiente de carbonato de sodio, entre 2 a 3 horas, pasarlo a desecador para enfriar.
2. Pesar entre 0.005 y 0.01 g de carbonato de sodio (realizar 3 a 5 réplicas) en un beaker.
3. Agregar de 3 a 5 mililitros de agua destilada hasta disolver el carbonato de sodio.
4. Añadir de 2 - 3 gotas de anaranjado de metilo y mezclar (color gaseosa colombiana).
5. Titular con la solución de HCL o H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> preparado a 0.1 N (8.3 ml de HCL en 1000ml), gota a gota hasta que se presente un viraje a color rosado (manzana postobon).
6. Tener presente los mililitros gastados de HCL de cada una de las replicas

Cálculos

- Para preparar el HCL:

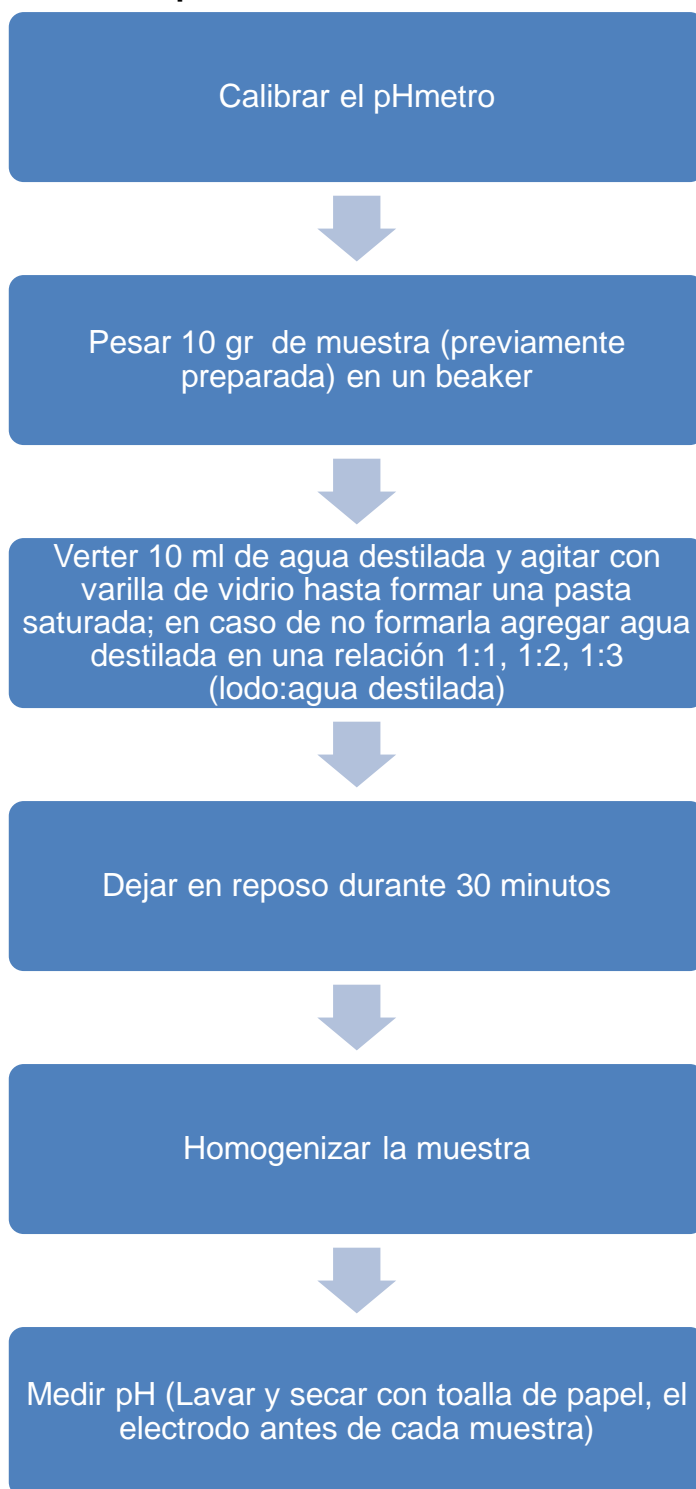
$$1000 \text{ mL HCL} * \frac{0,1 \text{ Eq - gramo}}{1000} * \frac{36,46}{1 \text{ Eq - gramo HCL}} * \frac{100}{37} * \frac{1}{1.19} = 8,3$$

Estandarización H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>			
No. Réplica	Peso Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> (g)	V gastado H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (mL)	Normalidad
1	0,1074	15,9	0,127447
2	0,1108	18	0,116143
3	0,1061	18	0,111216

Estandarización HCL			
No. Réplica	Peso Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> (g)	V gastado HCL (mL)	Normalidad
1	0,1055	15,9	0,125192833
2	0,1060	17,5	0,114285714

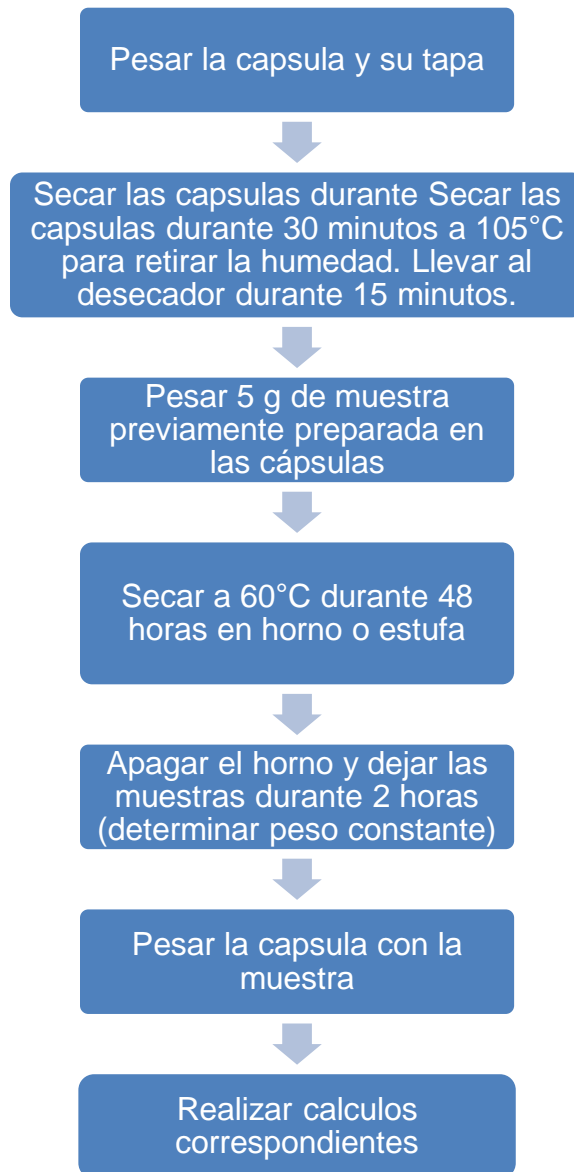
## Anexo 2. Flujo gramas de los procedimientos realizados

### 2.1 Procedimiento pH en lodo residual. Método: Potenciómetro

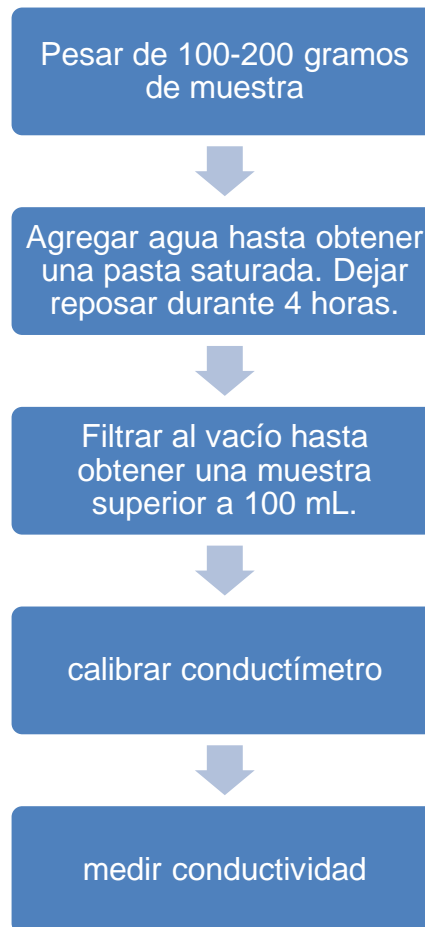




## 2.2 Procedimiento Humedad en lodo residual Método: Gravimétrico

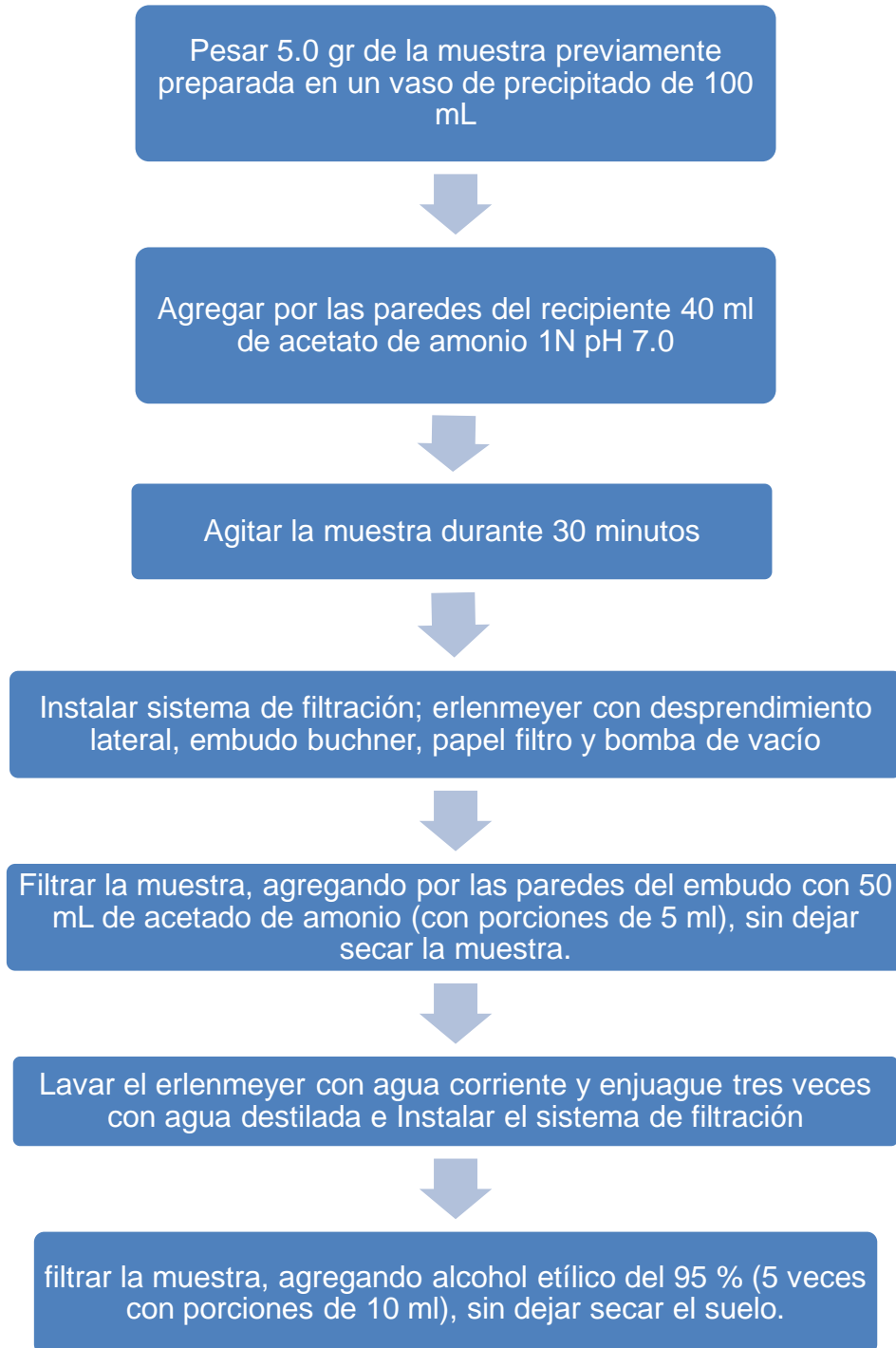


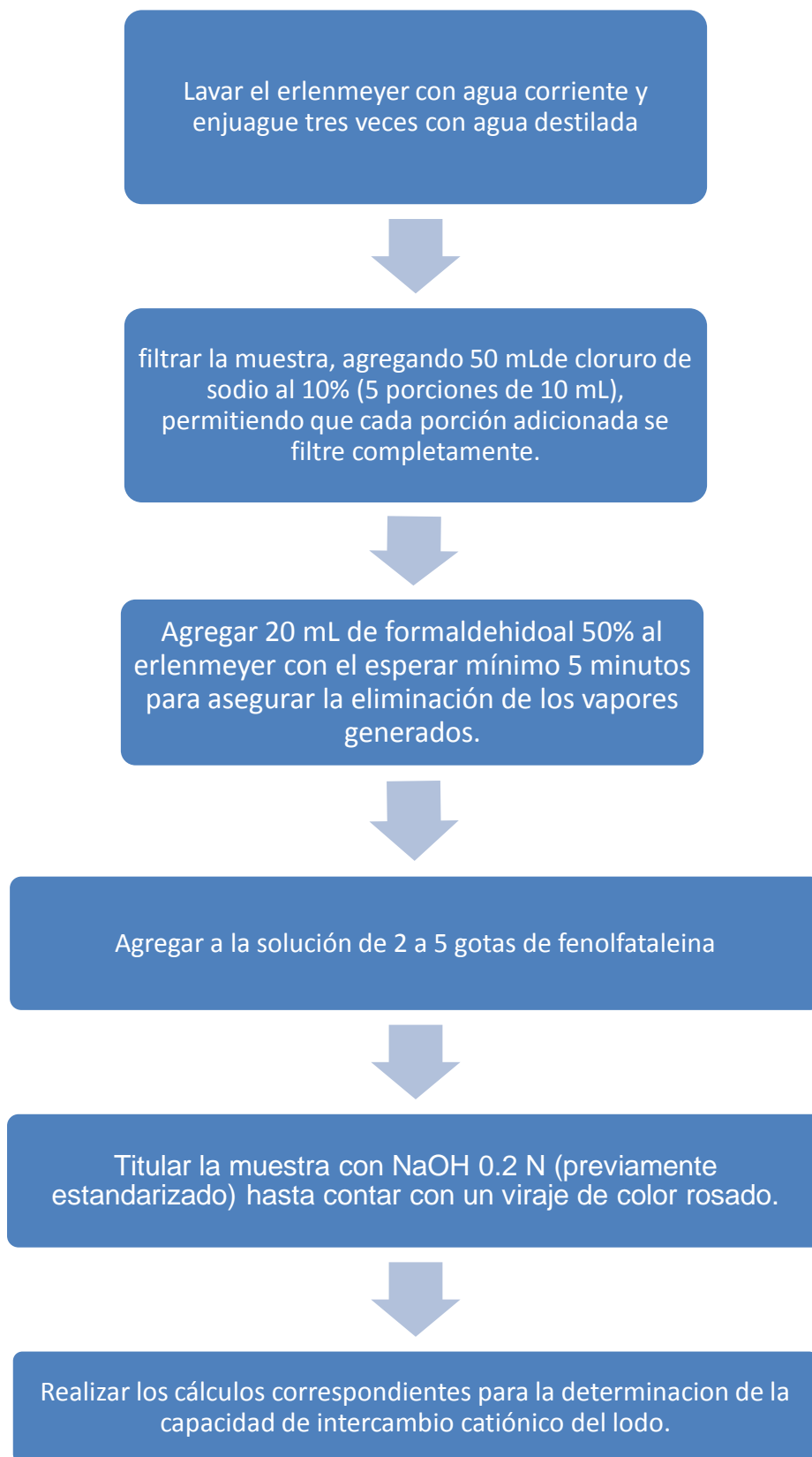
### 2.3 Procedimiento de Conductividad Eléctrica en lodo residual Método: Conductímetro



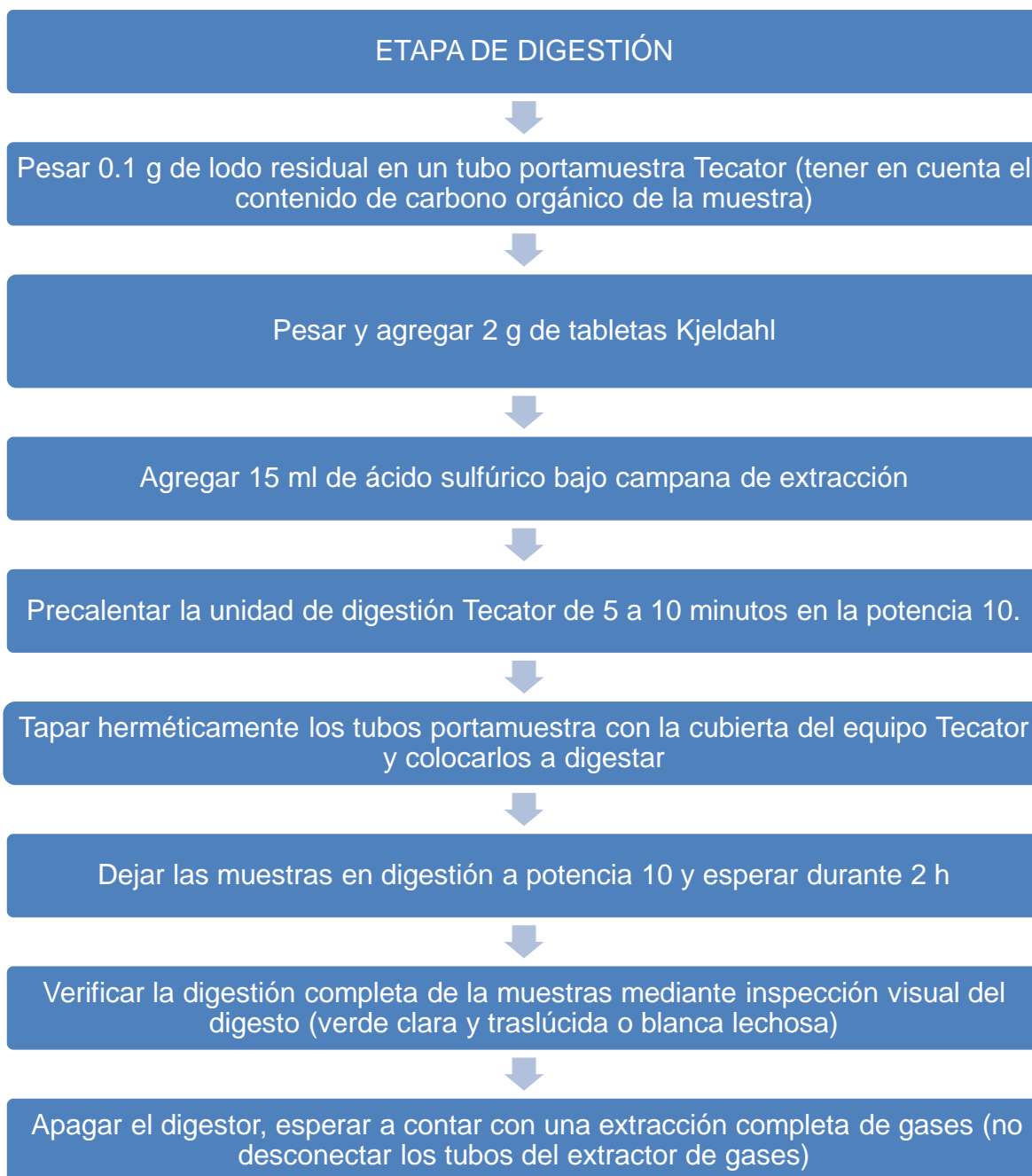
## 2.4 Procedimiento Capacidad de Intercambio Catiónico en lodo residual

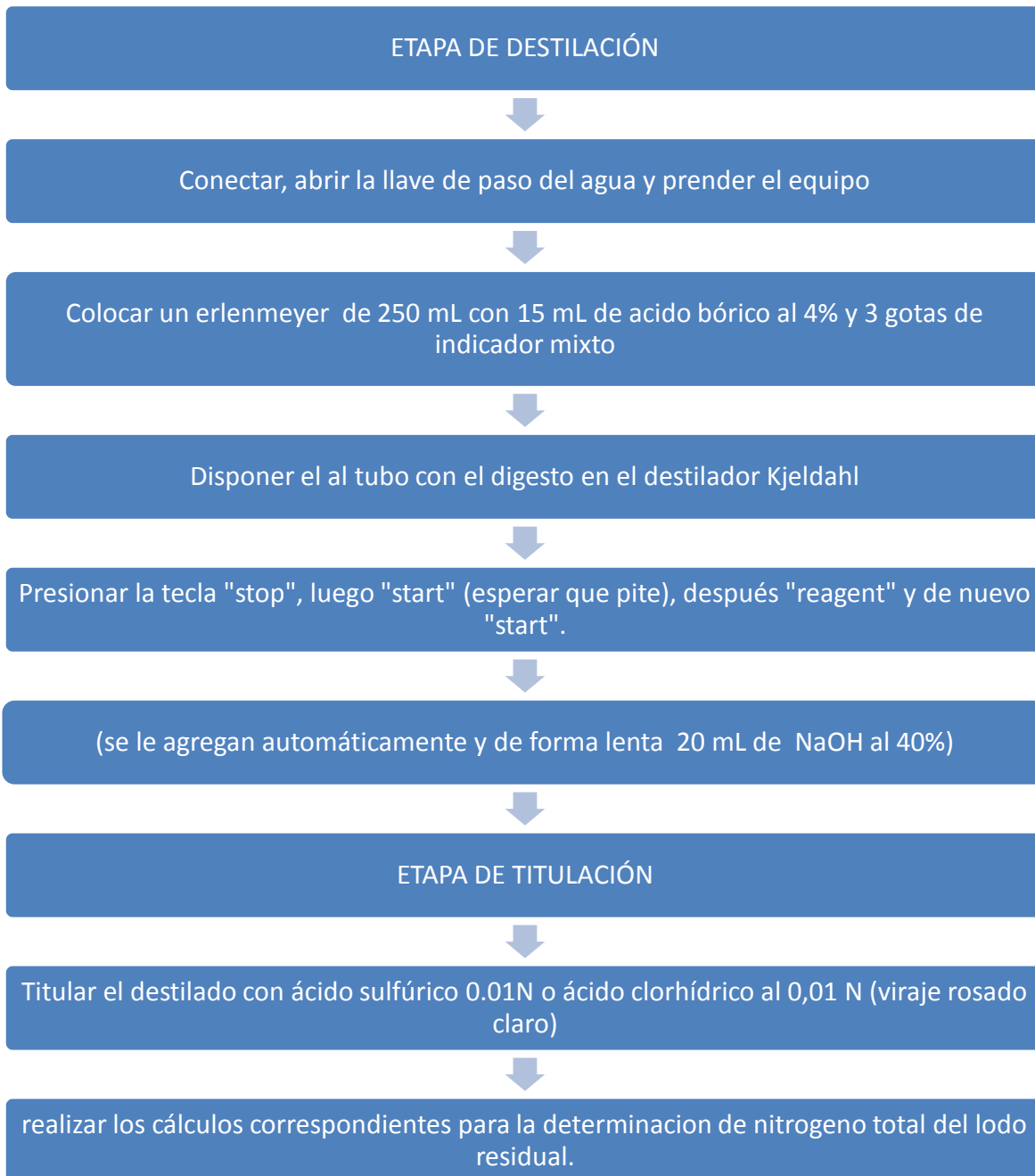
**Método: Acetato de Amonio 1 n, pH 7.0**



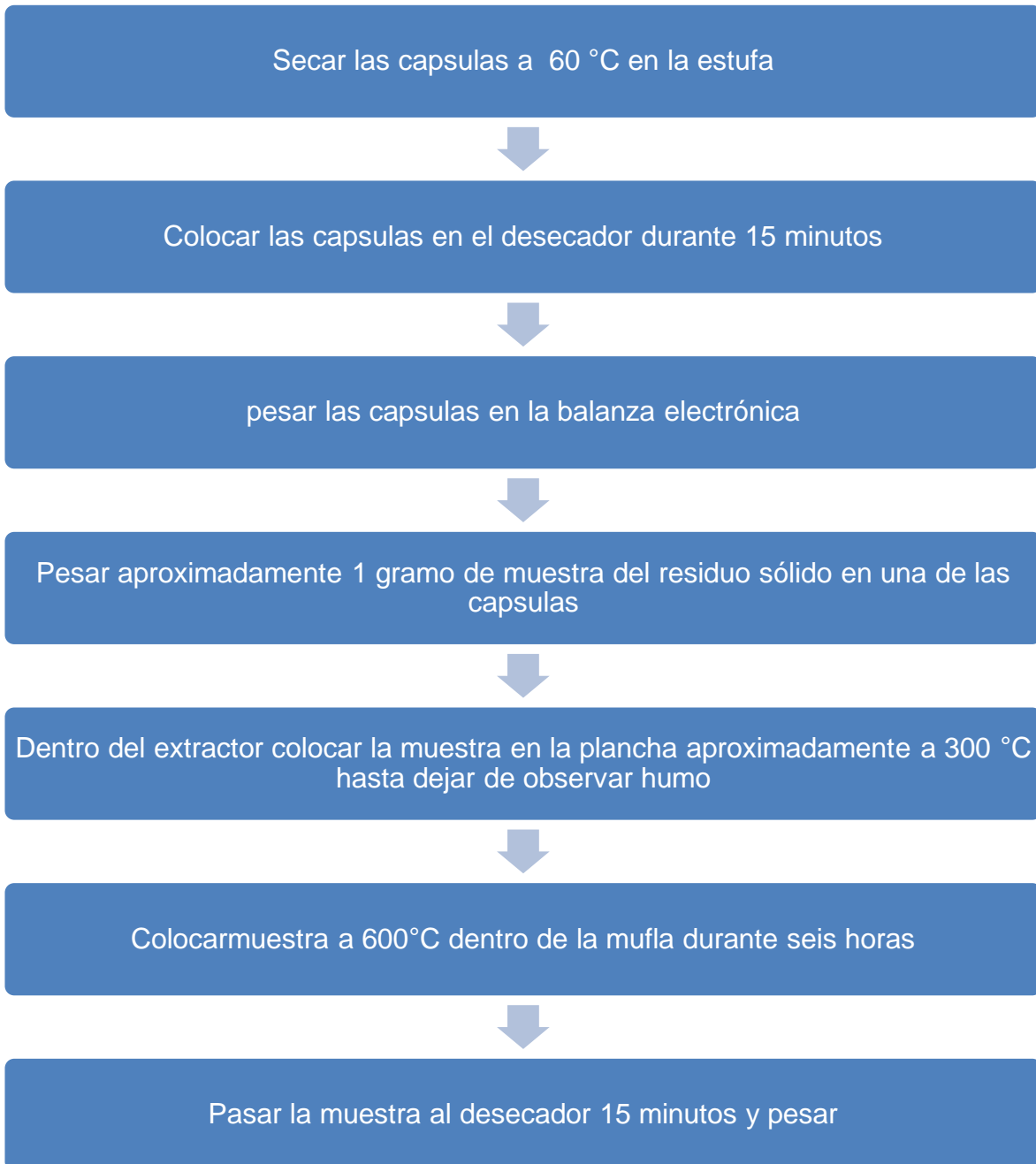


## 2.5 Procedimiento Nitrógeno total en lodo residual Método: KJELDAHL

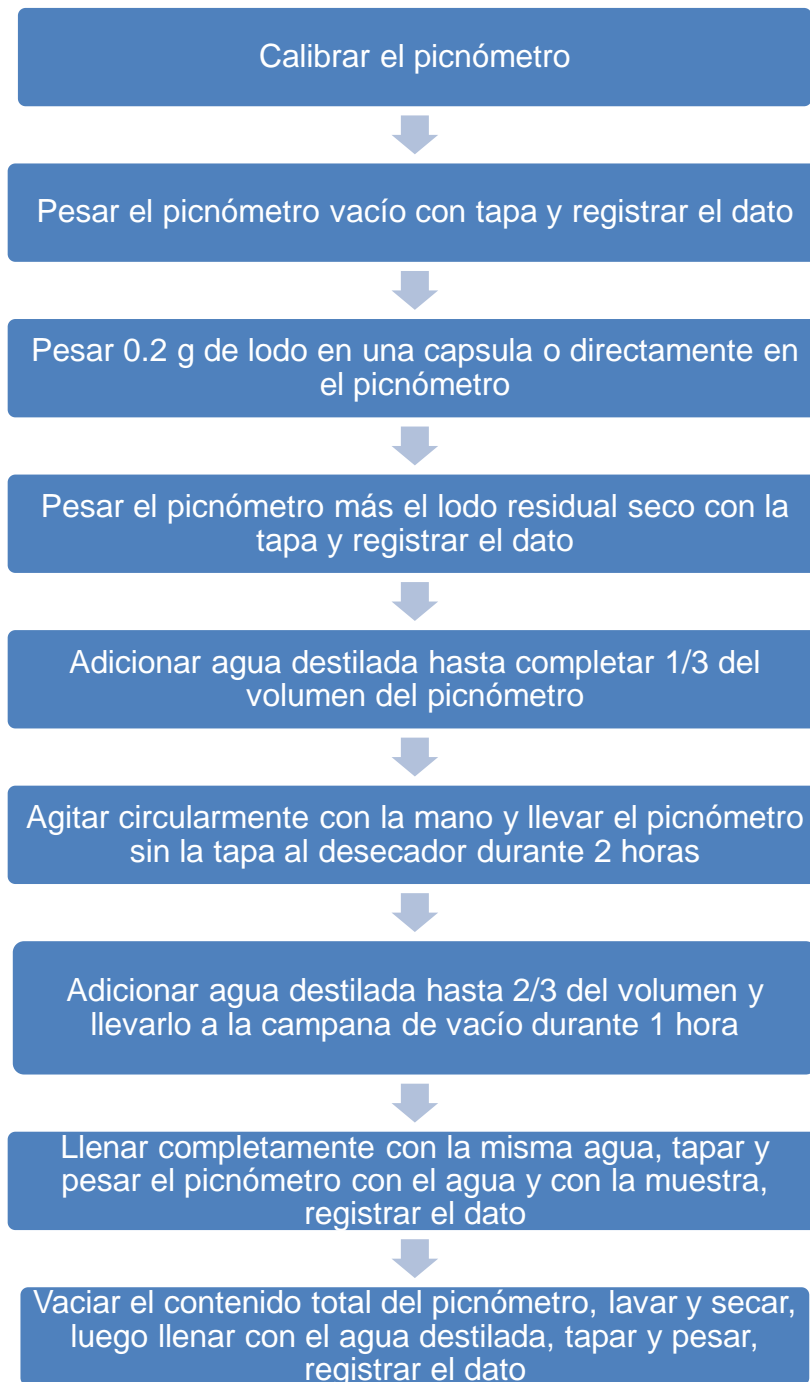




## 2.6 Procedimiento Carbono Orgánico en lodo residual Método: Calcinación





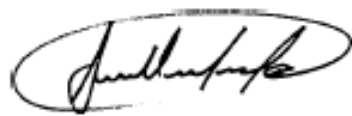
## 2.7 Procedimiento Densidad Real en lodo residual método: Picnómetro





### Anexo 3. Tabla de resultados de los análisis realizados por la Universidad de Caldas.

	FACULTAD DE CIENCIAS AGROPECUARIAS	
	DEPARTAMENTO DE PRODUCCION AGROPECUARIA	
	LABORATORIO DE NUTRICION ANIMAL Y VEGETAL	
	FORMATO REPORTE DE RESULTADOS	
Versión:2		Código: FO-07-01

Cliente: ANGELA MARIA MERCHAN		Dirección: CRA 22 62-10		Informe No:2133-2135	
Teléfono: 3105196931		Departamento: Caldas			
Municipio: MANIZALES		Vereda:			
EMPRESA DE ALIMENTOS DE CAFÉ			Fecha de Recepción: JULIO-6-15		
muestra lodo residual(3)			Fecha de Entrega: JULIO-23-15		
	Unidades	Muestra R1	Muestra R2	Muestra R3	Muestra
Conductividad Elect.	Us/s	278.3	267.7	261.9	
Humedad	%	78.74	79.89	79.61	
Materia seca	%	21.26	20.11	20.39	
Nitrógeno Total	%	1.96	1.76	1.85	
Proteína Bruta	%	12.25	11.0	11.56	
PH		5.37	5.37	5.37	
Materia Orgánica	%	83.05	85.83	80.69	
Cenizas Totales	%	16.95	14.17	19.31	
Fósforo	%	0.027	0.021	0.020	
Potasio	%	1.20	1.24	1.17	
Calcio	%	0.25	0.19	0.21	
Magnesio	%	0.05	0.05	0.05	
Sodio	%	0.013	0.014	0.014	
Hierro	mg/kg	1551.10	1484.23	1555.20	
Cobre	mg/kg	39.45	43.65	39.68	
Manganeso	mg/kg	40.58	38.78	48.33	
Zinc	mg/kg	31.33	29.73	29.83	
Nota: este resultado es valido única y exclusivamente para la muestra analizada					
MÉTODOS DE ANÁLISIS: Humedad y Materia seca ( Gravimétra ). Nitrógeno y Proteína ( Kjeldahl ). Fibra ( Digestión Acido-alcálica ).					
Grasa ( Soxhlet ). Cenizas ( Calcinación ). Fósforo ( Colorimétrico ). Ca, Mg, K, Na, Fe, Mn, Zn, Cu ( Absorción Atómica )					
Observaciones: LOS RESULTADOS SE DAN EN BASE SECA					
Director:	 Julian Estrada Alvarez		Analista:	 Juan Manuel Salgado Vargas	

Universidad de Caldas. Facultad de Ciencias Agropecuarias. Segundo piso, Clínica Veterinaria "Diego Villegas Toro", Laboratorio F206.  
Tel: 8781500 ext. 16166.

## Anexo 4. Tablas de rangos e interpretación

### 4.1 Parámetros de Humedad óptimos para el compostaje

<b>% Humedad</b>	<b>Causas asociadas</b>		<b>Soluciones</b>
<45%	Humedad insuficiente	Puede detener el proceso de compostaje por falta de agua a los microorganismos	Se debe regular la humedad, ya sea proporcionando agua al material fresco con mayor contenido de agua (restos de frutas y verduras, césped, purinas u otras)
45-60% Rango ideal			
>60%	Oxígeno insuficiente	Material muy húmedo, el oxígeno queda desplazado. Puede dar lugar a zonas de anaerobiosis.	Volteo de la mezcla y/o adición de material con bajo contenido de humedad y con alto valor en carbono, como serrines, paja u hojas secas.

### 4.1.1 Parámetros de pH óptimos para el compostaje

<b>pH</b>	<b>Causas asociadas</b>		<b>Soluciones</b>
<4,5	Exceso de ácidos orgánicos	Los materiales vegetales como restos de cocina, frutas , liberan muchos ácidos orgánicos y tienden a acidificar el medio	Adición de material rico en nitrógeno hasta conseguir una adecuada relación C:N

<b>4,5-8,5 Rango ideal</b>			
>8,5	Exceso de nitrógeno	Cuando hay un exceso de nitrógeno en el material de origen, con una deficiente relación de C:N, asociado a humedad y altas temperaturas se produce amoniaco, alcalinizando el medio	Adición de material más seco y con mayor contenido en carbono (restos de poda, hojas secas, aserrín)

Fuente: Adaptado de Manual de compostaje del agricultor; experiencias en América Latina, (pág. 27), por P. Román, M. Martínez, A. Pantoja, Santiago de Chile: Editorial Organización de las Naciones Unidas para la Alimentación y la Agricultura. Obtenido en <http://www.fao.org/3/a-i3388s.pdf> (05/01/2016)

#### 4.2 Composición química de los suelos del altiplano norte de Antioquia

<b>Textura</b>	<b>Franco Arenoso</b>	
Limo (%)	23.6	7.2
pH	5.2	0.4
Cond. Eléctrica (dS/m)	0.5	0.4
Carbono Orgánico	8.1	3.8
	Meq/100 grs de suelo	
Potasio	0.5	0.4
Calcio	3.9	4.6
Magnesio	1.1	1.2
Sodio	0.2	0.2
Aluminio	1.4	1.2
	Ppm	
Fosforo	23.8	45.8
Hierro	294.4	475.6

Magnesio	24.9	27.7
Cobre	2.8	6.8
Zinc	8.2	21.6
Boro	0.4	2.2
S-SO <sub>4</sub>	18.9	12.1

Fuente: Zoot.Hernando Naranjo. Análisis de 333 muestras de suelos de la información de COLANTA. Tomado de la Revista Despertar Lechero, Edición No.20, Cooperativa COLANTA, Evaluación nutricional de pastos y fertilizantes, Diciembre 2002, Pagina 52.

#### 4.3 Clasificación de la relación C/N

RANGO	INTERPRETACIÓN
Menor de 10 Baja	Indica que la materia orgánica da un buen suministro de N,P,S, disponibles para las plantas y es propio de climas cálidos en suelos bien aireados
Entre 10-12 Media	Indica que hay un suministro normal de nutrientes por descomposición de la materia orgánica
Mayor de 12 Alta	Indica que el aporte por descomposición de la materia orgánica es muy lento, lo cual es debido a un clima y frío, suelos muy ácidos o muy alcalinos y encharcamientos.
> 15	Muy escasa liberación

Fuente: Espinosa, F. (1997). Relaciones químicas de suelo-planta y fertilidad. Manizales: Centro Editorial Universidad de Caldas, Página 201

A Las características químicas de los estiércoles, se observa que la composición química de cuatro diferentes tipos de estiércol

#### 4.4 Composición química de algunos estiércoles más comunes en base de materia seca

<b>Determinación</b>	<b>Vacuno</b>	<b>Gallinaza</b>	<b>Porcino</b>	<b>Caprino</b>	<b>Bovino</b>
<b>Humedad %</b>	28-45	5-5.5	30-50		
<b>pH 1:2</b>	7.5-8.6	7.0-7.8	6.8-7.5	7.3-7.9	
<b>Materia orgánica %</b>	25-30	25-35			73.00
<b>Nitrógeno total %</b>	1.0-3.0	1.0-3.0	3.0-5.0	3.0-4.5	3.0-4.0
<b>Fósforo (P) %</b>	0.2-1.0	1.0-3.5	0.5-1.0	3.0-4.5	1.0-1.5
<b>Potasio (K) %</b>	1.0-4.0	1.5-4.0	1.0-2.0	2.0-3.0	3.0-3.5
<b>Calcio (Ca) %</b>	1.5-5.0	1.5-5.0			1.0-2.0
<b>Magnesio (Mg) %</b>	0.4-1.2	0.4-1.2	0.08	0.20	1.0-1.5
<b>Sodio (Na) %</b>	0.3-3.0	0.3-2.0	0.05	0.05	
<b>Ppm Cinc Total (Zn)</b>	130.5	130.5			
<b>Hierro Total (Fe) ppm</b>	6354.1	4902.00			8000
<b>Sales solubles %</b>	3.2-9.1	4.2-8.3	1.0-2.0	1.0-2.0	9000
<b>Relación C/N</b>	13-19	8-14			
<b>Cenizas</b>	3-78	14-42			
<b>Boro</b>		16-20			40

Fuente: Flórez Espinosa Luis, Profesor ingeniero Químico, Edafólogo, especialista en fertilidad y nutrición vegetal. Relaciones químicas de suelo-planta y fertilidad, Universidad de Caldas, Manizales 1997, Adaptado de curso de fertilidad, 1985 Santos.

#### 4.5. Rangos de Nitrógeno en Colombia

<b>Parámetros %</b>	<b>Rango Colombia</b>	<b>Rango literatura</b>
<b>Nitrógeno total</b>	1.6-3.3	3-8**
<b>Nitrógeno orgánico</b>	0.44-1.9	1-5
<b>Nitrógeno amoniacal</b>	0.6-2.3	1-3

Fuente: \*Rangos típicos de biosólidos digeridos anaeróbicamente (NBP - Manual of good practice for biosolids); \*\* ADEME, Los biosólidos del tratamiento municipal y su uso en la agricultura.