

Influencia de la concentración de NaOH y relación S/L en la obtención de ácido húmico para fertilizantes

Influence of NaOH Concentration and Solid–Liquid Ratio on the Extraction of Humic Acid for Fertilizer Applications

D. A. Charles ^a, A. A. González-Ibarra ^b, G. I. Dávila-Pulido ^{b,*}, M. Garza-García ^b

^a CINVESTAV Unidad Saltillo, C. P. 25900, Ramos Arizpe, Coahuila, México

^b Escuela Superior de Ingeniería, Universidad Autónoma de Coahuila, C. P. 26830, Nueva Rosita, Coahuila, México

Resumen

La leonardita es un compuesto orgánico que contiene una cantidad significativa de sustancias húmicas. En la región carbonífera del estado de Coahuila, se puede encontrar este material en abundancia. Los fertilizantes a base de ácidos húmicos son efectivos para el tratamiento de suelos, además desempeñan un papel importante en diversos procesos bioquímicos. La presente investigación es un estudio exploratorio sobre la obtención de ácido húmico para su uso como fertilizante. Las pruebas de extracción se llevaron a cabo en medio alcalino, utilizando hidróxido de sodio (NaOH) como agente extractante. Se evaluó el efecto de la concentración del NaOH y la relación sólido/líquido (S/L). Los resultados indican que el rendimiento más alto es de 875.16 gAH/kg de leonardita empleando 4% de sólidos y una concentración de 0.5 M del agente extractante. La importancia en el rendimiento óptimo del proceso y el aprovechamiento de recursos naturales locales (leonardita) en términos de costos y sostenibilidad, son esenciales para el desarrollo de soluciones que benefician tanto a los agricultores como al medio ambiente.

Palabras Clave: agricultura, investigación, sustancias húmicas, sustentabilidad, región carbonífera.

Abstract

Leonardite is an organic compound that contains a significant amount of humic substances. In the coal-producing region of the state of Coahuila, this material can be found in abundance. Humic acid-based fertilizers are effective for soil treatment and also play an important role in various biochemical processes. This research is an exploratory study on the extraction of humic acid for use as a fertilizer. The extraction tests were conducted in an alkaline medium, using sodium hydroxide (NaOH) as the extracting agent. The effects of NaOH concentration and the solid-to-liquid (S/L) ratio were evaluated. The results indicate that the highest yield is 875.16 gHA/kg of leonardite when using 4% solids and an extracting agent concentration of 0.5 M. Achieving optimal process yield and utilizing local natural resources (leonardite) in terms of cost and sustainability are essential for developing solutions that benefit both farmers and the environment.

Keywords: agriculture, research, humic substances, sustainability, coal region.

1. Introducción

Las sustancias húmicas son la forma predominante de materia orgánica natural en el suelo y el agua (Fragouli et al., 2023). La importancia de la investigación y manejo de estas sustancias radica en su influencia en el crecimiento y desarrollo de los cultivos, tanto de forma directa como indirecta. Los efectos indirectos engloban el papel de las sustancias húmicas en la mejora de la fertilidad del suelo y

especialmente de sus propiedades físicas, químicas y biológicas (Maffia et al., 2025).

Los efectos directos están relacionados con la absorción de sustancias húmicas en los cultivos y los cambios en el metabolismo promovidos por ellas, que finalmente pueden expresarse en una mejor tolerancia de la planta al estrés ambiental, así como en una mejor producción y calidad del cultivo (Mosaad et al., 2024).

El conocimiento de las vías de formación y mineralización del nitrógeno en la materia orgánica es necesario para

*Autor para la correspondencia: gloriadavila@uadec.edu.mx

Correo electrónico: danay.charles@cinvestav.mx, (Danay Alexandra. Charles), gonzalez-adrian@uadec.edu.mx (Adrián Amilcare González-Ibarra), mitzue.garza@uadec.edu.mx (Gloria Ivone Dávila-Pulido), mitzue.garza@uadec.edu.mx (Mitzué Garza-García).

Historial del manuscrito: recibido el 20/09/2024, última versión-revisada recibida el 19/07/2025, aceptado el 21/07/2025, en línea (postprint) desde el 15/08/2025, publicado el DD/MM/AAAA. DOI: <https://doi.org/10.29057/icbi.v13i26.13766>



comprender el ciclo biogeoquímico del nitrógeno, que está vinculado al ciclo del carbono (Zaman et al., 2025).

Las sustancias húmicas del suelo mejoran su actividad microbiana (i.e., bacterias, hongos y actinomicetos). Asimismo, mejoran las condiciones para las raíces y con ello el enraizamiento de la planta (Li et. al., 2019; Maffia et al., 2025). También aumentan la capacidad de retener la humedad y de intercambio iónico, así como la disponibilidad de oligoelementos por quelación. Además, promueven la formación de una estructura granular, contribuyen a la descomposición o desactivación de sustancias tóxicas y mejoran la capacidad amortiguadora del suelo. Asimismo, este tipo de compuestos orgánicos pueden ser absorbidos por plantas y semillas y afectar positivamente su metabolismo (Hernández-Campos et al., 2021).

En el presente trabajo se presentan los resultados preliminares del efecto de parámetros operacionales en la generación de AH a partir de leonardita. Los factores estudiados son el porcentaje de sólidos y la concentración del agente extractante (i.e., NaOH). El estudio se llevó a cabo empleando técnicas analíticas para realizar la caracterización fisicoquímica de la leonardita y evaluar la eficiencia de la extracción en cada condición establecida.

1.1. Antecedentes

El ácido húmico contiene una gran cantidad de grupos químicos funcionales que ayudan a modificar físicamente y mejorar las propiedades químicas del suelo, y por lo tanto estimulan biológicamente el crecimiento de las plantas (Hayes y Clapp 2001; Filella et al., 2005; Schellekens et al., 2017; Asing et al., 2019). Los grupos funcionales que contienen oxígeno (e.g., carboxilo, fenol, hidroxilo y cetona) tienden a aumentar la capacidad de intercambio catiónico (CIC) del suelo (Tomczyk et al., 2020).

Tradicionalmente, el AH se extrae de lignito, leonardita y materiales orgánicos humificados (Van Zomeren y Comans, 2007; Schnitkey et al., 2022). Aunque es posible extraer ácidos húmicos de turba con soluciones alcalinas y de pirofosfato de sodio. La cantidad de AH extraíble de sustancias húmicas y sus características químicas dependen de varios factores. Estos incluyen el tipo de material orgánico del cual se extrae el AH, la temperatura, el tamaño de partícula, el extractante y en general, del procedimiento empleado (De Souza et al., 2017; Asing et al., 2019).

De acuerdo con lo reportado en la literatura (Cheng et al., 2019; Rashid et al., 2023) la extracción de AH puede verse afectada por varios factores, incluyendo el porcentaje de sólidos y la concentración de NaOH (i.e., agente extractante). Establecer el punto óptimo adecuado entre el porcentaje de sólidos y la concentración de NaOH es de gran importancia para maximizar la eficiencia de extracción sin comprometer la calidad de los ácidos húmicos.

Asimismo, la extracción de AH puede estar influenciada por el tiempo de extracción. Un tiempo de extracción prolongado puede aumentar el rendimiento de los AH extraídos, ya que se permite que más material orgánico se disuelva en la solución. Sin embargo, existe un límite a partir del cual el aumento del tiempo ya no mejora significativamente el rendimiento (Cheng et al., 2019; Malyushevskaya et al.,

2023). Asimismo, exceder el tiempo de extracción puede llevar a la degradación de los ácidos húmicos, debido a una exposición prolongada a condiciones alcalinas (Schnitzer & De Serra, 1973; Michalska et al., 2022).

2. Metodología experimental

2.1. Preparación de la muestra

La muestra fue homogenizada y muestreada por el método de cuarteo hasta obtener una muestra representativa. Posteriormente, se realizó la caracterización granulométrica utilizando un RO-TAP, modelo RX-29. Para las pruebas experimentales se utilizó un tamaño de partícula promedio de 375 μm (+500/-75 μm), con la finalidad de reducir el costo asociado a la molienda, así como de implementar un proceso lo más sustentable posible.

2.2. Caracterización física de leonardita

Para la caracterización física de la leonardita, se llevó a cabo la determinación del contenido de humedad y de cenizas, de acuerdo con la normativa ASTM correspondiente. Todas las pruebas se realizaron por duplicado y se reporta el valor promedio y se incluye la desviación estándar (σ).

Se implementó la norma ASTM D 317–00 para determinar el contenido de humedad (%) de la muestra. Para ello, se secó 1 g de leonardita en una estufa de laboratorio a 100°C (+/- 10°C) durante 60 minutos. El valor de humedad fue calculado usando la siguiente Ecuación (Ec. 1):

$$\text{Humedad, \%} = \frac{(A-B)}{A} * 100 \quad (1)$$

Donde: A es el peso de la muestra (g), y B es el peso de la muestra después del calentamiento (g).

Para la obtención del contenido de ceniza se empleó como referencia la norma ASTM D3174. Por lo que se utilizó 1 g de material, el cual fue sometido a un proceso de calentamiento controlado en una mufla. Durante la primera hora se alcanzó una temperatura de 500°C, posteriormente durante la segunda hora se incrementó hasta 750°C, para finalmente mantenerla constante durante dos horas más. El contenido de ceniza fue calculado utilizando la Ecuación 2.

$$\text{Ceniza, \%} = \frac{(C-B)}{A} * 100 \quad (2)$$

Donde: A es el peso de muestra; B el peso del crisol y C corresponde al peso del crisol más el peso del residuo.

2.3. Obtención de ácidos húmicos (AH)

La metodología se diseñó tomando como base la reportada por Asing et al., 2009 y Lamar et al., 2014. Además, se adaptó considerando la infraestructura disponible.

La obtención de sustancias húmicas es un proceso que está conformado por 6 etapas (ver Figura 1).

Los tiempos de extracción se evaluaron en 2, 4, 6, 8, 16 y 24 h con el objetivo de evaluar el comportamiento del

rendimiento del proceso. De acuerdo con lo reportado en la literatura, un tiempo de reacción comúnmente empleado es de 24 h (Asing et al., 2009; Lamar et al., 2014; Fatima et al., 2021). Para este estudio, los intervalos seleccionados se consideran adecuadamente distribuidos para observar el efecto del tiempo durante el proceso de extracción.

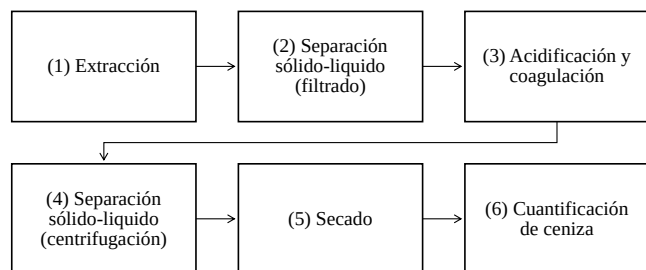


Figura 1. Diagrama de flujo de la experimentación

Se evaluaron dos concentraciones de agente extractante (0.1 y 0.5 M de NaOH), mientras que la relación sólido/líquido (S/L) estudiada fue de 4 y 8 %. La relación de pruebas para este estudio se presenta en la Tabla 1.

Estas condiciones experimentales se establecieron considerando que una concentración de 0.1 M permite evaluar la eficiencia del proceso con un mínimo consumo de reactivo, lo cual es relevante desde el punto de vista económico y ambiental.

Una concentración de 0.5 M se incluye para determinar si un incremento en la disponibilidad de iones OH^- mejora significativamente la solubilización de los componentes húmicos, lo cual puede incrementar el rendimiento de extracción (Rivera-González et al., 2017).

Estas concentraciones están dentro del rango reportado en la literatura para la extracción de sustancias húmicas (Asing et al., 2009; Yang, et al, 2023).

Por su parte, la selección de la relación de S/L se determinó considerando que el 4% de sólidos permite una mayor disponibilidad del agente extractante por unidad de masa de sólido, lo cual puede favorecer la extracción, pero con un mayor consumo de solvente. Asimismo, una relación más alta (8%) busca acercarse a condiciones más industriales, donde se desea procesar más sólido por volumen.

Tabla 1. Pruebas exploratorias para el estudio de obtención de AH a partir de leonardita

No. Prueba	Sólidos, %	NaOH, mol/L
1	4	0.1
2	4	0.5
3	8	0.1
4	8	0.5

De acuerdo con cada condición establecida, los sólidos se pusieron en contacto con 80 mL de la solución extractante a 150 rpm utilizando un agitador orbital. Al término de la extracción, las soluciones fueron filtradas utilizando papel filtro de poro mediano (CVQ083). Posteriormente se acidificó de forma continua mediante la adición gradual de HCl 6 M

hasta alcanzar un pH de 1. Después, la solución acidificada se mantuvo en reposo para su coagulación durante 24 horas.

Una vez transcurrido el tiempo de coagulación, la suspensión fue transferida a tubos de polipropileno de 15 mL y centrifugada durante 45 minutos a una velocidad de 24000xg. Al concluir el proceso de centrifugado, la solución fue decantada y el sólido resultante (i.e., ácido húmico) fue secado en una estufa de laboratorio a 90°C por 30 h. Finalmente, se determinó el contenido de ceniza en el AH mediante la norma ASTM D3174 (Apartado 2.2).

Los experimentos se realizaron por duplicado y, por lo tanto, se reporta el valor promedio y se incluyen las barras de error con intervalo de confianza del 90% de la distribución t de Student.

3. Resultados

3.1. Distribución granulométrica

En la Figura 2 se presenta la distribución de tamaños de la leonardita. Se observa que la muestra empleada tiene una distribución granulométrica amplia. La muestra presenta un $d_{80} = 605.4 \mu\text{m}$, lo que significa que el 80% de las partículas que conforman la muestra utilizada presentan un tamaño menor a este.

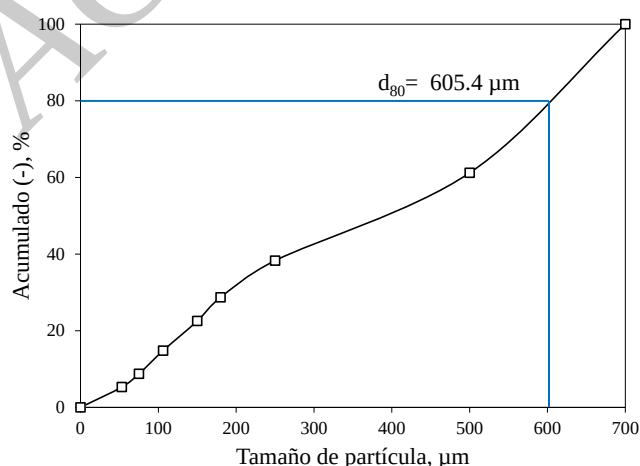


Figura 2. Distribución granulométrica de la leonardita

3.2 Caracterización de leonardita

La Tabla 2 presenta el porcentaje de ceniza y humedad de la muestra de leonardita empleada para las pruebas de extracción de AH. La humedad representa el 16.3% de la muestra utilizada, mientras que el 24.4% corresponde al contenido de ceniza. Es importante mencionar que la ceniza se encuentra asociada a la parte inorgánica que acompaña a la leonardita, la cual de manera general se puede clasificar como arcillas (aluminosilicatos) y algunos óxidos metálicos, siendo

el más común el FeO (producto de la descomposición de la pirita FeS₂) (Deonarine et al., 2015).

Tabla 2. Análisis proximales de leonardita

Humedad, %		Contenido de ceniza, %	
Promedio	σ (n=2)	Promedio	σ (n=2)
16.3	0.15	24.4	0.12

3.3 Rendimiento de AH

Para establecer el tiempo de reacción, se realizaron pruebas exploratorias. En la Figura 3 se presenta el rendimiento de ácido húmico en función del tiempo de extracción cuando se emplea 0.5 M NaOH y 4% sólidos.

Se observa que el rendimiento a las 2 h es de 770.5 gAH/kg, y que al prolongar el proceso 2 h, el rendimiento se incrementa a 811 gAH/kg. Se puede considerar como punto máximo de extracción a las 8 h, con un rendimiento de 875.2 gAH/kg; ya que extender el tiempo de extracción, no genera un incremento significativo en el rendimiento.

Prolongar innecesariamente el proceso tiene un impacto económico considerable, ya que implica un mayor consumo de energía eléctrica y una ocupación prolongada del equipo, lo que reduce la eficiencia operativa. Estos factores elevan los costos de producción y disminuyen la rentabilidad del proceso, especialmente si se proyecta a escala industrial. Una vez identificado el tiempo de extracción óptimo, se utilizó para las pruebas establecidas en la Tabla 1.

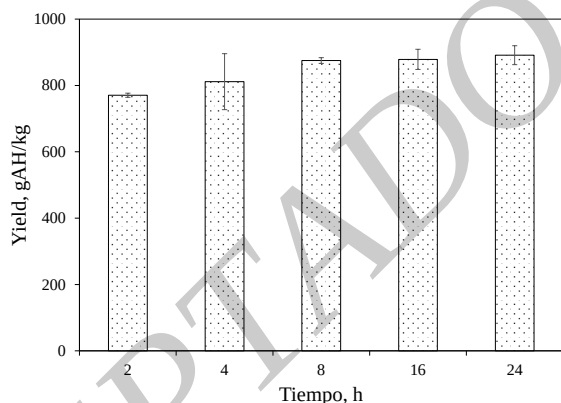


Figura 3. Rendimiento de AH y su correlación con el tiempo de extracción empleando 4% sólidos y 0.5 M NaOH

En la Figura 4 se presentan los resultados de las condiciones experimentales establecidas en la Tabla 1. Se observa que la concentración de NaOH tiene un efecto importante en el rendimiento del proceso de extracción de AH. Ya que, este se incrementa notablemente para los dos porcentajes de sólidos estudiados. Es decir, que entre mayor sea la concentración de agente extractante, mayor será la extracción de ácidos húmicos y, por lo tanto, el rendimiento también aumentará.

Se aprecia, además, que el rendimiento del proceso disminuye cuando se incrementa la cantidad de sólido respecto al líquido de extracción (de 4% a 8%), independientemente de la concentración de NaOH utilizada. Esto evidencia la

influencia de la cantidad de materia prima a tratar sobre la eficiencia de la extracción. El rendimiento más alto se alcanzó al emplear una concentración de 0.5 mol/L de NaOH y una relación S/L de 4% durante la extracción.

Por otro lado, el rendimiento más bajo fue de 232.9 gAH/kg, obtenido con 8% de sólidos y 0.1 mol/L de NaOH. Este comportamiento puede atribuirse a que, al aumentar la cantidad de sólidos sin incrementar proporcionalmente la concentración de agente lixivante, una fracción considerable de la leonardita queda sin reaccionar, lo que provoca una disminución en el rendimiento del tratamiento.

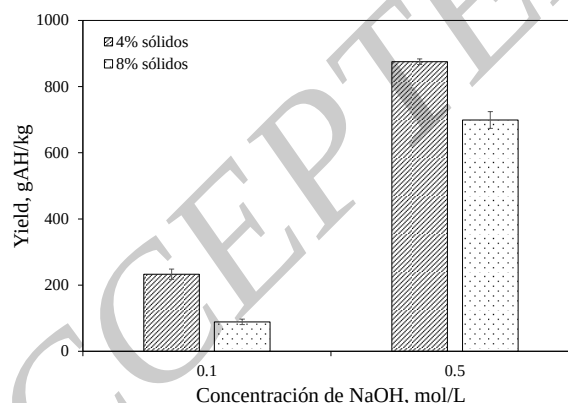


Figura 4. Rendimiento en la extracción de AH en cada condición experimental

En la Figura 5 se presenta el contenido de ceniza en el ácido húmico obtenido bajo cada condición experimental. Se observa que, el contenido de cenizas es menor cuando se emplean 4% de sólidos. Asimismo, se aprecia que utilizar 0.5 mol/L genera que se disuelva una mayor cantidad de componentes inorgánicos (i.e., ceniza). Sin embargo, si bien el menor contenido de ceniza se presenta cuando el AH se obtiene con 0.1 mol/L de NaOH, resulta importante considerar el rendimiento del proceso. Ya que de acuerdo con la Figura 4, el mejor rendimiento se obtiene al utilizar 4% sólidos con una concentración 0.5 mol/L NaOH, bajo esta condición el contenido de ceniza es de 22.5%.

En este sentido, el contenido de ceniza es un parámetro útil y práctico para estimar de manera indirecta la calidad del AH.

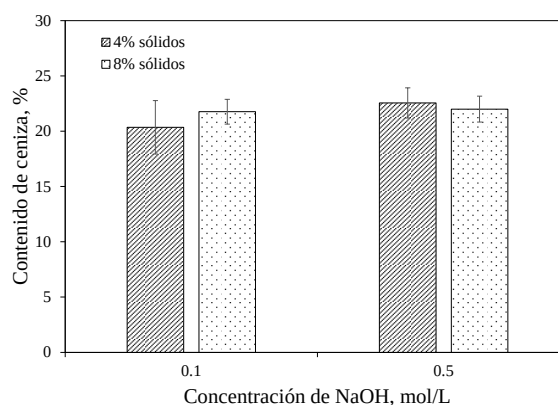


Figura 5. Contenido de ceniza en el AH obtenido en cada condición experimental

4. Conclusiones

De acuerdo con los resultados obtenidos se determinó lo siguiente:

- (1) La caracterización física de la leonardita empleada en este estudio presenta una distribución granulométrica amplia, con un d_{80} de 605.4 μm , además de un contenido de 16.3% de humedad y 24.4% de cenizas. Estas propiedades influyen directamente en su comportamiento durante la extracción de AH.
- (2) Se determinó que un tiempo de extracción de 8 h es el más adecuado para obtener el mayor rendimiento y mantener la eficiencia operativa.
- (3) Las mejores condiciones identificadas para el proceso fueron una concentración de 0.5 M de NaOH y una relación S/L de 4% de sólidos, parámetros que permitieron el mayor rendimiento.
- (4) El contenido de cenizas puede considerarse un indicador preliminar de calidad. Este parámetro, de fácil determinación, permite inferir de manera indirecta la pureza del AH, ya que un menor contenido de cenizas se asocia con una mayor proporción de materia orgánica.
- (5) Se recomienda realizar una caracterización química del AH obtenido, así como evaluar su desempeño mediante pruebas funcionales bajo condiciones agrícolas reales. Esto permitirá validar su potencial como fertilizantes u otros usos agronómicos.

Referencias

- Asing, J., Wong, N. C., Lau, S. (2019) Optimization of extraction method and characterization of humic acid derived from coals and composts. *J. Trop. Agric. and Fd. Sc.* 37(2): 211– 223
- ASTM D3174. Standard Test Method for Ash in the Analysis Sample of Coal and Coke from Coal
- ASTM D37-00. Standard Test Method for Moisture in the Analysis Sample of Coal and Coke
- Cheng, G., Niu, Z., Zhang, C., Zhang, X., & Li, X. (2019). Extraction of Humic Acid from Lignite by KOH-Hydrothermal Method. *Applied Sciences*, 9(7), 1356. doi:10.3390/app9071356
- Clapp, C.E., Hayes, M.H.B., Senesi, N., Bloom, P.R., and Jardine, P.M. (2001) Humic Substances and Chemical Contaminants. Madison, WI: Soil Science Society of America
- De Souza, F., & Bragança, S. R. (2017). Extraction and characterization of humic acid from coal for the application as dispersant of ceramic powders. *Journal of Materials Research and Technology*.
- Deonaraine, A., Kolker, A., & Doughten, M. W. (2015). Trace elements in coal ash. Fact Sheet. doi:10.3133/fs20153037
- Fatima, N.; Jamal, A.; Huang, Z.; Liaquat, R.; Ahmad, B.; Haider, R.; Ali, M.I.; Shoukat, T.; AlOthman, Z.A.; Ouladsmame, M.; (2021). Extraction and Chemical Characterization of Humic Acid from Nitric Acid Treated Lignite and Bituminous Coal Samples. *Sustainability*, 13, 8969.
- Filella, M., Buffle, J., & Parthasarathy, N. (2005). Humic and fulvic compounds. *Encyclopedia of Analytical Science*, 288–298.
- Fragouli, P. G., Roulia, M., & Vassiliadis, A. A. (2023). Macromolecular Size and Architecture of Humic Substances Used in the Dyes' Adsorptive Removal from Water and Soil. *Agronomy*, 13(12), 2926. doi:10.3390/agronomy13122926
- Hayes, M. H. B.; Clapp, C. E. (2001) Humic Substances: Considerations of Compositions, Aspects of Structure, and Environmental Influences. *Soil Sci.*, 166 (11), 723.
- Lamar R.T., Oik D.C., Mayhem L., Bloom P.R. (2014). A new Standardized method for quantification of humic and fulvic acid ores and commercial products. *Journal of AOAC international* 97, 3 721-730.
- Li, Y., Fang, F., Wei, J., Wu, X., Cui, R., Li, G., Zheng, F., Tan, D. (2019) Humic Acid Fertilizer Improved Soil Properties and Soil Microbial Diversity of Continuous Cropping Peanut: A Three-Year Experiment. *Scientific Reports* 9(1): 12014.
- Maffia, A., Oliva, M., Marra, F., Mallamaci, C., Nardi, S., & Muscolo, A. (2025). Humic Substances: Bridging Ecology and Agriculture for a Greener Future. *Agronomy*, 15(2), 410. doi:10.3390/agronomy15020410
- Malyushevskaya, A., Koszelnik, P., Yushchishina, A., Mitryasova, O., Mats, A., & Gruca-Rokosz, R. (2023). Eco-Friendly Principles on the Extraction of Humic Acids Intensification from Biosubstrates. *Journal Of Ecological Engineering*, 24(2), 317-327. doi:10.12911/22998993/156867
- Michalska, J., Turek-Szytow, J., Dudło, A., & Surmacz-Górska, J. (2022). Characterization of humic substances recovered from the sewage sludge and validity of their removal from this waste. *EFB Bioeconomy Journal*, 2, 100026. doi:10.1016/j.bioeco.2022.100026
- Mosaad, I. S. M., Selim, E. M., Gaafar, D. E. M., & Al-Anoos, M. A. T. (2024). Effects of humic and fulvic acids on forage production and grain quality of triticale under various soil salinity levels. *Cereal Research Communications*.
- Peña-Méndez, E. M., Havel, J., & Patočka, J. (2005). Humic substances—compounds of still unknown structure: applications in agriculture, industry, environment, and biomedicine. *J. Appl. Biomed*, 3(1), 13-24.
- Rashid, T., Sher, F., Jusoh, M., Joya, T. A., Zhang, S., Rasheed, T., & Lima, E. C. (2023). Parametric optimization and structural feature analysis of humic acid extraction from lignite. *Environmental Research*, 220, 115160. doi: 10.1016/j.envres.2022.115160
- Rivera González, M. V., Gómez Gómez, L., & Cubillos-Hinojosa, J. G. (2017). Efecto de ácidos húmicos sobre el crecimiento y la composición bioquímica de *Arthrospira platensis*. *Revista Colombiana de Biotecnología*, 19(1), 71–80.
- Schellekens, J., Buurman, P., Kalbitz, K., Zomer, A., van, Vidal-Torrado, P., Cerli, C., & Comans, R. N. J. (2017). Molecular Features of Humic Acids and Fulvic Acids from Contrasting Environments. *Environmental Science & Technology*, 51(3), 1330–1339. doi:10.1021/acs.est.6b03925
- Schnitzer, M., & De Serra, M. I. O. (1973). The Chemical Degradation of a Humic Acid. *Canadian Journal Of Chemistry*, 51(10), 1554-1566. doi:10.1139/v73-236
- Tomczyk, A., Sokołowska, Z., & Boguta, P. (2020). Biochar physicochemical properties: pyrolysis temperature and feedstock kind effects. *Reviews In Environmental Science*

And Bio/Technology, 19(1), 191-215. doi:10.1007/s11157-020-09523-3

Van Zomeren, A., & Comans, R. N. J. (2007). Measurement of Humic and Fulvic Acid Concentrations and Dissolution Properties by a Rapid Batch Procedure. *Environmental Science & Technology*, 41(19), 6755–6761. doi:10.1021/es0709223

Zaman, W., Ayaz, A., & Puppe, D. (2025). Biogeochemical Cycles in Plant–Soil Systems: Significance for Agriculture, Interconnections, and Anthropogenic Disruptions. *Biology*, 14(4), 433. doi:10.3390/biology14040433

ACEPTADO-ACCEPTED