

## Effect of Particle Size, NaOH Concentration, and S/L Ratio on the Extraction of Humic Acid from Leonardite

### Efecto Del Tamaño De Partícula, Concentración De NaOH Y Relación S/L En La Extracción De Ácido Húmico A Partir De Leonardita

Charles, D. A.<sup>1,3\*</sup>, Dávila-Pulido, G. I.<sup>1</sup>, González-Ibarra, A. A.<sup>1</sup>, Ríos-Hurtado, J. C.<sup>2</sup> Salinas-Rodríguez A.<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Escuela Superior de Ingeniería, Universidad Autónoma de Coahuila, Boulevard Adolfo López Mateos S/N, Independencia, Nueva Rosita 26830, Coahuila, México. 861 614 12 48

<sup>2</sup>Facultad de Metalurgia, Universidad Autónoma de Coahuila, Carretera 57 Km 5, Monclova 25710, Coahuila, México. 866 639 0330

<sup>3</sup>CINVESTAV Unidad Saltillo, Av. Industria Metalúrgica #1062, parque industrial Saltillo-Ramos Arizpe 25900, Coahuila, México. 8444550069

\*Autor para correspondencia: [d\\_charles@uadec.edu.mx](mailto:d_charles@uadec.edu.mx)

Recibido: 12 de junio de 2024

Aceptado: 15 de diciembre de 2024

#### Resumen

Los ácidos húmicos son componentes cruciales para la calidad del suelo, generando un creciente interés en la investigación agrícola y medioambiental. Este estudio se centra en evaluar estadísticamente el efecto del tamaño de partícula, porcentaje de sólidos y concentración de NaOH en la extracción y producción de ácido húmico a partir de leonardita, empleando un diseño experimental 2<sup>3</sup>. El ANOVA mostró que todos los factores individuales tienen un impacto significativo en la extracción de ácido húmico ( $p < 0.05$ ). Además, el factor que tiene la mayor significancia de acuerdo con el valor F es la concentración de NaOH. El mayor rendimiento de ácido húmico fue de 875.16 g AH/kg, este se logró empleando un tamaño de partícula de 375  $\mu\text{m}$ , 0.5 M NaOH y 4% de sólidos. Los resultados de este estudio proporcionan una base para mejorar los procesos industriales de extracción de ácidos húmicos.

**Palabras clave:** fertilizante, leonardita, rendimiento, sustancias húmicas.

#### Abstract

Humic acids are crucial for soil quality, generating growing agricultural and environmental research interest. This study focuses on statistically evaluating the effect of particle size, solid percentage, and NaOH concentration on the extraction and production of humic acid from leonardite, employing a 2<sup>3</sup> experimental design. ANOVA showed that all individual factors significantly impact humic acid extraction ( $p < 0.05$ ). Furthermore, the factor with the greatest significance according to the F-value is the NaOH concentration. The highest humic acid yield was 875.16 g HA/kg, achieved using a particle size of 375  $\mu\text{m}$ , 0.5 M NaOH, and 4% solids. The results of this study provide a foundation for improving industrial processes for humic acid extraction.

**Keywords:** fertilizer, humic substances, leonardite, performance.

## INTRODUCCIÓN

Los ácidos húmicos son macromoléculas polielectrolíticas que juegan un papel crucial en los ciclos globales de carbono y nitrógeno, así como en la regulación de la movilidad de nutrientes y contaminantes ambientales (Christi et al., 2000; Xu et al., 2022). Estos se encuentran presentes en carbón marrón como el lignito, este tipo de carbón es de bajo rango con bajo grado de carbonificación (Peña et al., 2005; Giannoulli et al., 2009). Asimismo, se ha reportado que los ácidos húmicos pueden actuar como fitohormonas, ya que contienen sustancias que estimulan el crecimiento celular y su bioactividad está asociada a un mayor contenido de grupos nitrogenados en su estructura, similar a la actividad promotora de crecimiento del ácido indolacético (Nardi et al., 2002; Campitelli et al., 2006; Pasqualoto et al., 2009).

La importancia del estudio y del manejo de las sustancias húmicas radica en la gran influencia de la industria, sobre todo en la agricultura ayudando al crecimiento y desarrollo de los cultivos (Bezuglova & Klimenko, 2022; Nsengumuremyi et al., 2022). Los impactos secundarios abordan el papel de las sustancias húmicas en la mejora de la fertilidad del suelo, centrándose particularmente en sus efectos sobre los aspectos físicos, químicos y biológicos del mismo (Nardi et al., 2021; Veobides-Amado et al., 2018). No obstante, la agricultura no es el único ámbito de aplicación de las sustancias húmicas (Ramos-Ruíz, 2000), sino que cuenta con otros usos entre los que destacan la medicina y productos farmacéuticos, dispersante de polvos cerámicos, síntesis de materiales, así como en la industria cosmética como protector solar (Hriciková et al., 2023; Kapil et al., 2023). Algunos estudios han demostrado que la presencia de materia orgánica y, por tanto, de los ácidos húmicos, tiene una fuerte influencia en la dispersión de las arcillas (Phelps, 1982; De Souza & Bragança, 2018; Qin et al. 2018). Sin embargo, existen pocos estudios específicos sobre la extracción de AH y su aplicación como dispersante cerámico (De Souza & Bragança, 2018). El presente estudio se centra en investigar la obtención de ácido húmico a partir de leonardita utilizando un diseño experimental 23. Con este enfoque experimental se evaluó el efecto de tres factores en dos niveles. Los factores considerados están relacionados con la extracción, la composición de la leonardita y las condiciones de reacción.

## MATERIALES Y METODOS

### Caracterización del material

#### Distribución granulométrica

Para el desarrollo de los experimentos se utilizó leonardita procedente de Colombia, Nuevo León, México. Se obtuvo una muestra representativa empleando el método de cuarteo. Para realizar la distribución de tamaños se utilizó un RO-TAP, modelo RX-29. El material fue tamizado en lotes de 200 g durante 20 minutos, para lo cual se utilizaron 8 tamices de la serie Tyler.

#### Contenido de Humedad

La determinación de la humedad se realizó empleando el procedimiento estándar de la normativa ASTM D3173-03. Para ello, se secó 1 g de leonardita en una estufa de laboratorio a 100°C (+/- 10°C) durante 60 minutos. Posteriormente, las muestras fueron retiradas y almacenadas en un desecador durante 10 minutos con la finalidad de que el peso se estabilizara, evitando en lo posible la adsorción de humedad del ambiente. Una vez obtenido el peso final, se realizaron los cálculos correspondientes en cada una de las fracciones de interés (Ec. 1).

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

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

#### Contenido de ceniza

El contenido de ceniza se determinó utilizando como referencia la norma ASTM D3174. 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.

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

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

#### Densidad

Para determinar la densidad se empleó el método del picnómetro (basado en la ASTM D2320-98). El método consiste en llenar con alcohol etílico (grado reactivo;  $\rho = 0.79 \text{ g/mL}$ ) y registrar el peso (M1). Después añadir 0.25 g de muestra en el picnómetro (M2). Finalmente, se introduce la tapa del picnómetro y se registra el peso nuevamente (M3). La densidad se obtiene mediante la ecuación 3. Es importante mencionar que previo a cada medición el picnómetro se lavó con agua destilada, así como con acetona para eliminar completamente el agua.

$$d_s = \frac{M_2}{(M_1 + M_2) - M_3} * d_l \quad (\text{Ec } 3)$$

Donde:  $d_s$  es la densidad de la leonardita y  $d_l$  es la densidad del líquido.

### Diseño experimental 2<sup>3</sup>

Los experimentos se diseñaron con el objetivo de evaluar el efecto del tamaño de partícula ( $\mu\text{m}$ ), la concentración de NaOH (M) y el porcentaje de sólidos (%). Se evaluaron dos niveles para cada factor. Para el tamaño de partícula se

seleccionaron las partículas de 90.5 y 375  $\mu\text{m}$  para generalizar el comportamiento en partículas finas y gruesas, respectivamente. Los niveles de la concentración de NaOH y del porcentaje de sólidos se determinaron de acuerdo con lo reportado en la literatura (Asing et al., 2009; De Souza y Bragança, 2018; Nazarbek et al. 2022; Niewes et al., 2023 Yang et al., 2024).

La Tabla 1 presenta los niveles utilizados para cada factor, resultando en 8 combinaciones. La extracción de ácido húmico se evaluó después de 8 horas de proceso, tiempo fijado a partir de pruebas preliminares.

**Tabla 1.** Diseño experimental factorial 2<sup>3</sup>

	90.5 $\mu\text{m}$		375 $\mu\text{m}$	
	0.1 M NaOH	0.5 M NaOH	0.1 M NaOH	0.5 M NaOH
4 % sólidos	1	2	3	4
8 % sólidos	5	6	7	8

El análisis de varianza (ANOVA) y las gráficas de efectos individuales y de interacción se realizaron con el software Minitab 18, codificando los factores y sus niveles según la Tabla 2.

**Tabla 2.** Codificación del diseño experimental 23 de acuerdo con el nivel de cada factor.

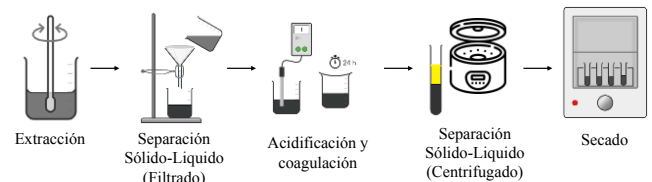
Factor	Nivel	Codificación
A Tamaño de partícula, $\mu\text{m}$	90.5	-1
	375	+1
B Porcentaje de sólidos, %	4	-1
	8	+1
C Concentración NaOH, M	0.1	-1
	0.5	+1

### Extracción de ácido húmico

La metodología utilizada para la obtención de sustancias húmicas a partir de leonardita se diseñó tomando como base la reportada por Lamar et al., 2014 y Asing et al., 2009. Sin embargo, esta fue adaptada considerando la infraestructura disponible.

La obtención de sustancias húmicas es un proceso conformado por varias etapas, las cuales se presentan en la Figura 1. Una vez seleccionadas las condiciones experimentales (i.e., tamaño de partícula, porcentaje de sólidos y concentración de NaOH), los sólidos se pusieron en contacto con 80 mL de la solución extractante y se mantuvieron en agitación a 150 rpm durante 8 h, con ayuda de un agitador orbital.

Al concluir este periodo de agitación, las soluciones fueron filtradas y posteriormente acidificadas hasta pH 1, para lo cual se adiciono la cantidad necesaria de HCl 6 M. Este último paso tiene como objetivo lograr la precipitación del ácido húmico (el cual es insoluble a pH ácidos); logrando la separación del ácido fúlvico y la humina, los cuales permanecen en la solución. Posteriormente, la solución acidificada se dejó coagulando durante 24 horas. Al término del cual la suspensión fue transferida a tubos de polipropileno de 15 mL y centrifugada durante 45 minutos a una velocidad de 24000xg. Finalmente, la solución fue decantada y el sólido obtenido (i.e., ácido húmico) fue secado en una estufa de laboratorio a 90°C, hasta obtener un peso constante.



**Figura 1.** Proceso generalizado para la obtención de sustancias húmicas

## RESULTADOS

### Caracterización del material

En la Tabla 3 se presenta el peso retenido y bajo tamaño acumulativo para cada una de las fracciones de los tamaños de partícula de la leonardita. Se observa que la muestra empleada tiene una distribución de tamaño de partícula amplia, en donde las partículas de 605  $\mu\text{m}$  tienen mayor presencia (38.79%).

En la Tabla 4 se presenta el contenido de cenizas en los dos niveles de tamaño seleccionados, así como la desviación estándar ( $\sigma$ ). Se observa que, las partículas finas presentan un mayor contenido de cenizas en comparación con las más gruesas. Esto indica que existe una mayor presencia de compuestos inorgánicos (e.g., FeO y arcillas) asociadas a las partículas finas. Resulta importante considerar el contenido de ceniza en la materia prima para la obtención de AH. De acuerdo con el estudio realizado por Asing et al., (2009) quienes evaluaron diferentes tipos de materia prima con contenidos de ceniza diversos (2-13%), está variable tuvo un impacto importante en el rendimiento del proceso.

**Tabla 3.** Distribución de tamaños de la leonardita.

Tamaño de partícula, $\mu\text{m}$	Peso retenido, %	Bajotamaño acumulado, %
701	0	100
605	38.79	61.21
375	22.91	38.3
215	9.61	28.69
165	6.16	22.54
128	7.76	14.78
90.5	6.03	8.74
64	3.45	5.3
26.5	5.3	0

**Tabla 4.** Contenido de ceniza (%) en función del tamaño de partícula

Tamaño de partícula, $\mu\text{m}$	Ceniza, %	$\sigma$ (n=2)
90.5	28.78	0.13
375	24.52	0.10

El contenido de humedad se presenta en la Tabla 5. De acuerdo con los resultados, las partículas gruesas tienen un mayor contenido de humedad que las partículas finas. El contenido de humedad se asocia a los compuestos orgánicos, por lo que un mayor contenido indica mayor materia orgánica.

**Tabla 5.** Contenido de humedad (%) en función del tamaño de partícula

Tamaño de partícula, $\mu\text{m}$	Humedad, %	$\sigma$ (n=2)
90.5	15.43	0.27
375	16.91	0.19

En la Tabla 6 se presenta la densidad en cada tamaño de partícula. Se observa que las partículas finas presentan una mayor densidad en comparación con las partículas gruesas. Considerando que el mayor contenido de materia inorgánica (ceniza) se asocia a las partículas finas (Tabla 4), se puede asociar a que se presente una mayor densidad. De acuerdo con Yan et al. (2021) el rendimiento de AH depende más del método de extracción que de la proporción de AH presente en la materia prima. Sin embargo, considerar la densidad resulta importante en el proceso ya que se puede utilizar para correlacionar el contenido de materia inorgánica y orgánica presente.

**Tabla 6.** Densidad (g/mL) en función del tamaño de partícula

Tamaño de partícula, $\mu\text{m}$	Densidad, g/mL	$\sigma$ (n=2)
90.5	1.72	0.13
375	1.44	0.06

### Extracción de ácido húmico

La Tabla 7 presenta los resultados obtenidos en cada tratamiento y sus réplicas. Los factores A, B y C representan el tamaño de partícula, porcentaje de sólidos y concentración de NaOH, respectivamente. Adicionalmente se incluye la desviación estándar ( $\sigma$ ).

**Tabla 7.-** Rendimiento de la extracción de los ácidos húmicos en diferentes condiciones experimentales

A	B	C	Yield, gAH/kg	$\sigma$
-1	-1	-1	248.16	0.86
-1	-1	1	705.85	16.05
-1	1	-1	125.82	2.43
-1	1	1	657.49	12.32
1	-1	-1	232.88	7.01
1	-1	1	875.16	1.90
1	1	-1	88.92	1.13
1	1	1	699.02	17.71

Conociendo el valor de la variable de respuesta, se realizó el análisis de varianza para determinar si los efectos individuales y de interacción de los diferentes factores estudiados tienen una influencia significativa.

### ANOVA para la extracción de ácido húmico

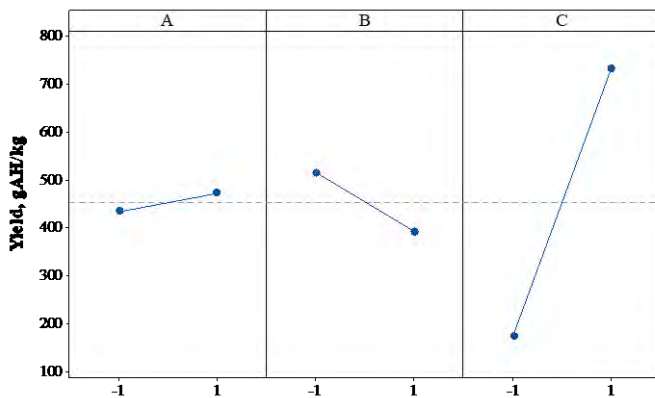
El ANOVA presentado en la Tabla 8, mostró que todos los factores individuales, así como sus s interacciones (i.e., A×B y A×C) tienen un impacto significativo en la extracción de ácido húmico ( $p < 0.05$ ). De acuerdo con el valor F, la concentración de NaOH (C) presenta el mayor efecto, seguido por el porcentaje de sólidos (B).

Para complementar el ANOVA y comprender mejor el efecto de los factores estudiados, se presentan las gráficas de los efectos individuales y su interacción. Las cuales relacionan la extracción de ácido húmico y el nivel al que se fijan los factores.

**Tabla 8.** ANOVA para el diseño experimental factorial 23 para la extracción de ácido húmico (R2 = 99.94%).

Factor	G.L.	S.C.	M.C.	F	P
A	1	6,297	6,297	64.26	0
B	1	60,214	60,214	614.44	0
C	1	1,256,394	1,256,394	12,820.55	0
A × B	1	5,583	5,583	56.97	0
A × C	1	17,288	17,288	176.41	0
B × C	1	436	436	4.45	0.068
A × B × C	1	2,815	2,815	28.73	0.001

En la Figura 2 se presentan las gráficas de efectos individuales para los tres factores de estudio establecidos como A, B y C. En la Figura 2A se observa que el rendimiento de ácido húmico es mayor al utilizar un tamaño de partícula de 375 µm en comparación con 90.5 µm. El rendimiento se incrementa hasta 473.99 g de AH/kg de leonardita con partículas de 375 µm, en comparación con 434.31 g de AH/kg con partículas de 90.5 µm. Esto puede estar relacionado con el mayor contenido de materia orgánica en las partículas más grandes, que facilita la extracción de ácidos húmicos. De acuerdo con estudios publicados generalmente se trabaja con un tamaño de partícula heterogénea (bulk), por lo que es importante considerar el efecto que tiene el uso de partículas finas o gruesas, ya que esto está directamente relacionado con el requerimiento de etapas de trituración y molienda, así como con la calidad de la materia prima (Sharafi et al. 2024; Sarlaki et al. 2024; Yang et al., 2024).



**Figura 2.** Efectos principales en la extracción de ácido húmico. A) tamaño de partícula, B) porcentaje de sólidos y C) concentración de NaOH.

Por su parte en la Figura 2B, se observa claramente que al aumentar el porcentaje de sólidos de 4% a 8%, el rendimiento del proceso disminuye. Con un 8% de sólidos, se obtiene un

rendimiento de 392.81 g de AH/kg, mientras que con un 4% de sólidos, el rendimiento aumenta a 515.50 g de AH/kg.

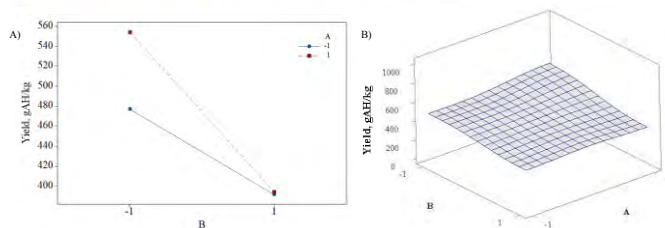
Por último, en la Figura 2C se aprecia al aumentar la concentración de NaOH de 0.1 M a 0.5 M, el rendimiento se incrementa significativamente, de 173.93 g a 734.38 g de AH por kg. Este aumento indica que, en concentraciones más bajas de NaOH, el proceso de extracción está limitado por la cantidad de reactivo disponible para reaccionar con la leonardita. Al incrementar su concentración, hay más NaOH disponible para promover la disolución y extracción de los ácidos húmicos, lo que resulta en un mayor rendimiento. Por lo tanto, el NaOH actúa como el factor clave que limita la eficiencia del proceso, ya que su concentración determina la cantidad máxima de ácidos húmicos que se pueden extraer en las condiciones establecidas (Brigante et al., 2007).

En las siguientes Figuras se presentan las gráficas de los efectos de interacción entre los 3 factores estudiados, así como su representación tridimensional

En la Figura 3 se analiza la interacción entre el tamaño de partícula y el porcentaje de sólidos (A×B). En la gráfica de la izquierda (Fig. 3A) se observa que el mayor rendimiento (554.02 gAH/kg) se obtiene utilizando un tamaño de partícula de 375 µm (+1) y 4% de sólidos (-1). La combinación de un tamaño de partícula de 90.5 µm (-1) y 4% de sólidos (-1) genera un rendimiento de 467.98 gAH/kg. Al aumentar el porcentaje de sólidos a 8% (+1) y mantener el tamaño de partícula en 375 µm (+1), el rendimiento disminuye a 393.97 gAH/kg. Estos resultados muestran que la reducción del tamaño de partícula y el aumento del porcentaje de sólidos impactan negativamente el rendimiento de extracción.

Por otro lado, se observa que al evaluar la combinación -1/-1 (i.e., tamaño de partícula de 90.5 µm y 4% de sólidos) se obtuvo un rendimiento de 467.98 gAH/kg. Adicionalmente, al evaluar la interacción en los niveles +1/-1, el rendimiento presenta el mismo valor que el obtenido de la combinación (+1/+1). Es decir, el rendimiento se ve afectado al disminuir el tamaño de partícula y aumentar el porcentaje de sólidos. El mayor rendimiento se obtuvo al utilizar 4% de sólidos y un tamaño de partícula de 375 µm. Este comportamiento se puede relacionar con el contenido de impurezas en las partículas finas (i.e., aluminosilicatos, carbonatos y óxidos metálicos). Estas especies pueden recubrir o encapsular las sustancias húmicas en la matriz de la leonardita, dificultando su solubilización durante la extracción alcalina. Emplear una etapa de descalcificación (pretratamiento ácido) mejora la exposición de los ácidos húmicos, facilitando su extracción. (Nieweś et al., 2023)

La Figura 3B muestra que, independientemente del porcentaje de sólidos, si no se usa una concentración adecuada de NaOH, el rendimiento del tratamiento será bajo.



**Figura 3.-** Efecto de la interacción del tamaño de partícula y el porcentaje de sólidos ( $E_{A \times B}$ ) A) grafica de interacción B) grafica de superficie.

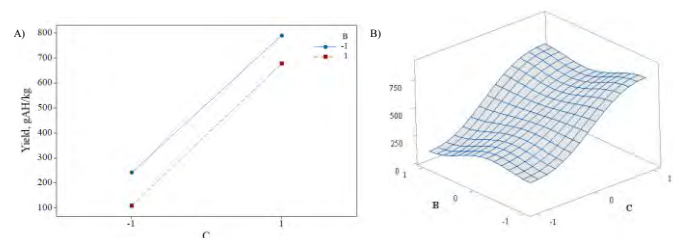
En la Figura 4 se presenta la interacción entre el tamaño de partícula y la concentración de NaOH ( $A \times C$ ). La Fig. 4A muestra que el mayor rendimiento (787.09 gAH/kg) es al utilizar un tamaño de partícula de 375  $\mu\text{m}$  y una concentración de NaOH de 0.5 M (+1/+1). Además, se aprecia que con una concentración de NaOH de 0.1 M (+1/-1), el rendimiento disminuye a 160.9 gAH/kg. Se ha estudiado el uso de concentraciones de NaOH en el rango de 0.15-0.35 M (Sharafi et al. 2024; Yang et al., 2024). Sin embargo, se reportan rendimientos por debajo de 689 gAH/kg. Esto muestra la influencia de la concentración de NaOH en el proceso.

Adicionalmente, en la Fig. 4B se observa que los mayores rendimientos se obtienen con 0.5 M de NaOH, mientras que los menores rendimientos se logran con la concentración más baja de NaOH, independientemente del tamaño de partícula. De acuerdo con Yang et al. (2024) la selección de la concentración adecuada de NaOH permitirá evitar el uso excesivo de extractante durante el proceso de extracción de AH.

significativo, ya el que rendimiento obtenido es de 107.37 y 678.25 gAH/Kg al utilizar 0.1 y 0.5 M de NaOH, respectivamente. Estos resultados reafirman que el factor con mayor significancia en el proceso es la concentración de NaOH.

En la Figura 5B se presenta una superficie tridimensional que muestra la relación conjunta entre los factores B y C (porcentaje de sólidos y concentración de NaOH). La curvatura corrobora que existe una relación no lineal de estos factores sobre el rendimiento. Estos resultados sugieren que, aunque ambas variables tienen un efecto positivo en el rendimiento, el efecto de C es más pronunciado cuando B se encuentra en su nivel inferior (-1), y muestran una interacción compleja entre B y C que afecta el rendimiento del proceso de obtención de AH a partir de leonardita.

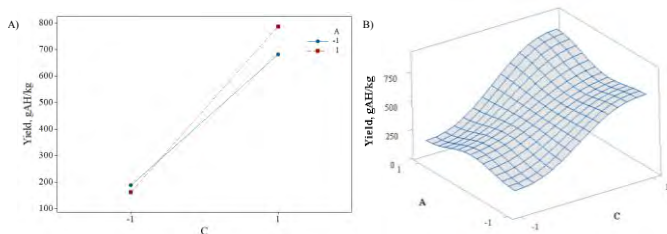
Los  $\text{OH}^-$  son esenciales para la solubilización de los compuestos húmicos de la leonardita. Una vez que los  $\text{OH}^-$  reaccionan y se consumen, el proceso de extracción se detiene, independientemente de la cantidad de sólido presente. En este caso, utilizar un mayor porcentaje de sólidos resulta en una extracción menos eficiente.



**Figura 5.** Efecto de la interacción de los factores porcentaje de sólidos y concentración de NaOH ( $E_{B \times C}$ ) A) grafica de interacción B) grafica de superficie.

Por último, la Figura 6 presenta el diagrama de Pareto, que resume los efectos de cada factor y sus interacciones en el rendimiento de extracción de AH. Las barras representan los factores estudiados y se muestra una línea de referencia para indicar su significancia estadística ( $\alpha = 0.05$ ). Se concluye que todos los factores individuales, así como las interacciones  $A \times B$  y  $A \times C$ , tienen un impacto significativo en la extracción de ácidos húmicos. Sin embargo, la concentración de NaOH encabeza el diagrama con el mayor efecto estandarizado.

El análisis de estos resultados evalúa el efecto de los factores individuales y sus interacciones en la extracción de ácidos húmicos a partir de leonardita. Los resultados indican que la concentración de NaOH es el factor más crítico, seguido por el tamaño de partícula y el porcentaje de sólidos. Las interacciones entre estos factores también juegan un papel importante, especialmente en combinaciones específicas que maximizan el rendimiento de extracción.

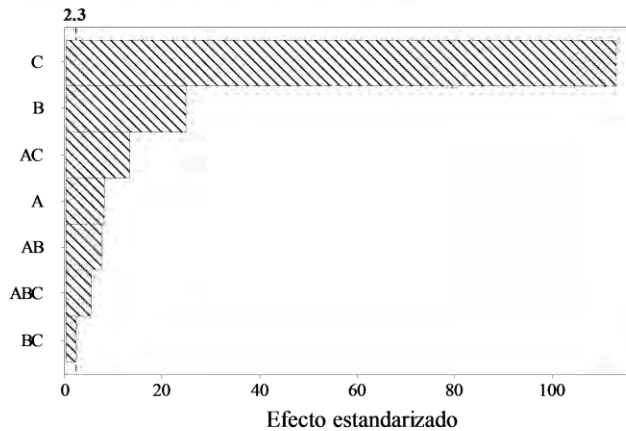


**Figura 4.-** Efecto de la interacción de los factores tamaño de partícula y concentración de NaOH ( $E_{A \times C}$ ). A) grafica de interacción B) grafica de superficie.

En la Figura 5 se presenta la interacción entre los factores concentración de NaOH y el porcentaje de sólidos.

En la Figura 5A se observa como el rendimiento es mayor cuando el porcentaje de sólidos se mantiene en su nivel más bajo (4%), el rendimiento aumenta significativamente al incrementar la concentración del agente lixiviante (-1 a +1), el rendimiento obtenido fue de 240.5 gAH/kg, mientras que al utilizar el mismo % de sólidos y una concentración de 0.5 M de NaOH (-1/+1) se logró un rendimiento de 790.5 gAH/kg.

Por su parte, cuando el porcentaje de sólidos es de 8% (nivel +1), el rendimiento también aumenta al incrementarse la concentración de NaOH. Sin embargo, este efecto es menos



**Figura 6.-** Diagrama de Pareto de los efectos estandarizados en la extracción de ácido húmico de leonardita. A) tamaño de partícula, B) porcentaje de sólidos y C) concentración de NaOH.

## CONCLUSIONES

La concentración de NaOH se identificó como el factor más crítico en la extracción de ácidos húmicos. Una concentración de 0.5 M de NaOH resultó en el mayor rendimiento, alcanzando hasta 734.38 g de AH/kg de leonardita. Esto resalta la importancia de utilizar una concentración adecuada de agente lixivante para maximizar la eficiencia del proceso de extracción.

Las interacciones entre los factores, especialmente entre el tamaño de partícula y la concentración de NaOH (A×C), y entre el tamaño de partícula y el porcentaje de sólidos (A×B), mostraron ser significativas. Estas interacciones deben ser consideradas en el diseño de procesos para aumentar la eficiencia la extracción de ácidos húmicos, ya que combinaciones específicas de estos factores pueden mejorar notablemente el rendimiento.

El tamaño de partícula y el porcentaje de sólidos tuvieron impactos significativos en el rendimiento de extracción. Las partículas más grandes (375 μm) proporcionaron un mayor rendimiento en comparación con las más pequeñas (90.5 μm). Además, un menor porcentaje de sólidos (4%) favoreció la extracción de ácidos húmicos, obteniendo un rendimiento significativamente mayor que con un 8% de sólidos. Estos resultados sugieren que un mayor tamaño de partícula y un menor porcentaje de sólidos facilitan la disponibilidad de materia orgánica y mejoran la interacción con el NaOH.

Los resultados de este estudio proporcionan una base para la mejorar los procesos industriales de extracción de ácidos húmicos, lo que puede tener aplicaciones significativas en la agricultura y otras industrias. Al incrementar la eficiencia de la extracción, se pueden producir ácidos húmicos de alta calidad de manera rentable, beneficiando tanto a los productores como a los usuarios finales en la mejora de la fertilidad del suelo y el rendimiento de los cultivos.

## REFERENCIAS

- Asing, J., Wong, N.C. y Lau, S. (2009). Optimization of extraction method and characterization of humic acid derived from coals and composts. *Journal of Tropical Agriculture and Food Science*. 37, 211-223.
- Bezuglova, O., & Klimenko, A. (2022). Application of Humic Substances in Agricultural Industry. *Agronomy*, 12 (3), 584.
- Brigante, M., Zanini, G., & Avena, M. (2007). On the dissolution kinetics of humic acid particles. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 294(1-3), 64–70. doi:10.1016/j.colsurfa.2006.07.04
- Campitelli, P. A., Velasco, M. I., & Ceppi, S. B. (2006). Chemical and physicochemical characteristics of humic acids extracted from compost, soil and amended soil. *Talanta*, 69(5), 1234-1239. <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2005.12.048>
- Christl, I., Knicker, H., Kogel I y Kretzschmar, R. (2000) Chemical heterogeneity of humic substances: Characterization of size fractions obtained by hollow-fibre ultrafiltration. *European Journal of Soil Science*. 51 (4), 617-25.
- De Souza, F., & Bragança, S. R. (2018). Extraction and characterization of humic acid from coal for the application as dispersant of ceramic powders. *Journal Of Materials Research and Technology/Journal of Materials Research and Technology*, 7(3), 254-260.
- Giannoulli, A., Stavros, K., Siavalas, G., Chatziapostolou, A., Christanis, K., Papazisimou, S., Papanicolaou, C y Foscolos, A. (2009). Evaluation of Greek low-rank coals as potential raw material for the production of soil amendments and organic fertilizers. *International Journal of Coal Geology*. 477 (3-4), 383-393.
- Hriciková, S., Kožárová, I., Hudáková, N., Reitznerová, A., Nagy, J., & Marcinčák, S. (2023). Humic Substances as a Versatile Intermediary. *Life*, 13(4), 858. <https://doi.org/10.3390/life13040858>
- Kapil, N., Mayani, S. V., & Bhattacharyya, K. G. (2023). Environmental implications of nanoceramic applications. *Results In Chemistry*, 5, 100724.
- Lamar, R.T., Olk, D.C., Mayhew, L. y Bloom, P.R. (2014). A New Standardized Method of Quantification of Humic and Fulvic Acids in Humic Ores and Commercial Products. *Journal of AOAC International*, 97, 721-730.
- Nardi, S., Pizzeghello, D., Muscolo, A. y Vianello, A. (2002). Physiological effects of humic substances on higher plants. *Soil Biology Biochemistry*. 34, 1527-1536.
- Nardi, S., Pizzeghello, D., Schiavon, M., & Ertani, A. (2016). Plant biostimulants: physiological responses induced by protein hydrolyzed-based products and humic substances in plant metabolism. *Scientia Agrícola*, 73(1), 18-23. <https://doi.org/10.1590/0103-9016-2015-0006>
- Nardi, S., Schiavon, M., & Francioso, O. (2021). Chemical Structure and Biological Activity of Humic Substances Define Their Role as Plant Growth Promoters. *Molecules/Molecules Online/Molecules Annual*. 26(8),

- 2256.
- Nazarbek, U., Abdurazova, P., & Raiymbekov, Y. (2022). Extraction and Characterization of Humic Acid Based on Coal Mining Waste. *Chemical Engineering & Technology*, 45(6), 1133-1140. <https://doi.org/10.1002/ceat.202200038>
- Nieweś, D., Biegun, M., Huculak-Mączka, M., Marecka, K., Kaniewski, M., Zieliński, J., & Hoffmann, J. (2023). Extraction of humic acid from peat and lignite and the thermal behavior of their mixtures with ammonium nitrate. *Journal Of Thermal Analysis And Calorimetry*, 148(23), 13175-13188. <https://doi.org/10.1007/s10973-023-12326-7>
- Nsengumuremyi, D., Havugimana, S., & Barakova, N. V. (2022). The Contribution of Humic Substances in Improving Agriculture and Livestock Sector in African Great Lakes Region: A Review. *IntechOpen eBooks*. <https://doi.org/10.5772/intechopen.107526>
- Pasqualoto, L., Canellas, F., Lopes, A. L., Okorokova, F y Rocha, A. (2009). Humic acids isolated from earthworm compost enhance root elongation, lateral root emergence, and plasma membrane H-ATPase activity in maize' roots. *Plant Physiology*. 130, 1951-1957.
- Peña, E., Havel, J y Patocka, J. (2005). Humic substances compounds of still unknown structure applications in agriculture, industry, environment and biomedicine. *Journal of applied Biomedicine*. 3, 13-24.
- Phelps, G.W. (1982). "Ceramic monographs—handbook of ceramics", Freiburg: SCHMID GmbH, 35.
- Qin, X., Du, P., Chen, J., Liu, F., Wang, G., & Weng, L. (2018). Effects of natural organic matter with different properties on levofloxacin adsorption to goethite: Experiments and modeling. *Chemical Engineering Journal*, 345, 425-431.
- Ramos-Ruiz, R. (2000). Aplicación de sustancias húmicas comerciales como productos de acción bioestimulantes. Efectos frente al estrés salino. Tesis doctoral. Universidad de Alicante
- Sarlaki, E., Kianmehr, M. H., Marzban, N., Shafizadeh, A., Tajuddin, S. A. F. S. A., Hu, S., Tabatabaei, M., & Aghbashlo, M. (2024). Advances and challenges in humic acid production technologies from natural carbonaceous material wastes. *Chemical Engineering Journal*, 155521. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2024.155521>
- Sharafi, R., Jouzani, G. S., Karimi, E., Ghanavati, H., & Kowsari, M. (2024). Integrating bioprocess and metagenomics studies to enhance humic acid production from rice straw. *World Journal Of Microbiology And Biotechnology*, 40(6). <https://doi.org/10.1007/s11274-024-03959-3>
- Veobides-Amado, H., Guridi-Izquierdo, F., Vázquez-Padrón, V. (2018). Las sustancias húmicas como bioestimulantes de plantas bajo condiciones de estrés ambiental. *Cultivos Tropicales*. 39 (4), 102-109
- Xu, P., Zhu, X., Tian, H., Zhao, G., Chi, Y., Jia, B., & Zhang, J. (2022). The broad application and mechanism of humic acids for treating environmental pollutants: Insights from bibliometric analysis. *Journal Of Cleaner Production*, 337, 130510. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2022.130510>
- Yan, S., Zhang, N., Li, J., Wang, Y., Liu, Y., Cao, M., & Yan, Q. (2021). Characterization of humic acids from original coal and its oxidization production. *Scientific Reports*, 11(1). <https://doi.org/10.1038/s41598-021-94949-0>
- Yang, Y., Li, Y., Zhang, Y., Wang, M., Wang, P., & Liu, D. (2024). Process Condition Optimization and Structural Feature Analysis of Humic Acid Extraction from Weathered Lignite. *ACS Omega*, 9(37), 38409-38422. <https://doi.org/10.1021/acsomega.4c01840>