

OBTENCIÓN DE ESTRUVITA

Obtención de estruvita a partir del digerido producido en la digestión anaerobia de estiércol porcino en clima frío

Angie Andrea Acosta Nieto y María José Uribe Muñoz

Trabajo de Grado para optar por el título de Ingeniero Químico

Director

Liliana Del Pilar Castro Molano

Ingeniera Química, PhD

Codirector

Humberto Escalante Hernández

Ingeniero Químico, PhD

Alexander Muñoz Muñoz

Ingeniero Químico

Universidad Industrial de Santander

Facultad de Ingenierías Físicoquímicas

Escuela de Ingeniería Química

Bucaramanga

2024

Dedicatorias

A Jairo, mi hermano y constante apoyo; a mis padres, mi mayor inspiración; a mis abuelos, por sus valiosas enseñanzas. A Majo y Jessica, amigas de vida y carrera, gracias por caminar a mi lado. A Carlos, por su amor y motivación constante. Y a mí misma, por la dedicación y esfuerzo en cada paso.

Angie Acosta Nieto

OBTENCIÓN DE ESTRUVITA

A mis padres y mis hermanas que son mi razón de ser. Han hecho de mí una persona de bien gracias a sus consejos y apoyo incondicional siempre, hoy estoy aquí gracias a ustedes.

A mi abuela María que siempre me puso en cada una de sus oraciones, deseando lo mejor para mi vida, aunque hoy no estes aquí este logro también es gracias a ti.

A Willian, por su paciencia, amor y comprensión en cada momento difícil durante mi carrera, gracias por siempre estar para mí y convertirte en mi compañero de vida.

A mis amigas y amigo, que siempre me brindaron su apoyo en cada momento, convirtieron mis momentos difíciles y tristes a momentos felices, gracias, Zharich, Fiama, Jessica y Mateo.

A mi compañera de tesis y amiga Angie, por nuestro apoyo mutuo durante este largo proceso.

Por último y no menos importante a Dios, por guiarme siempre en el mejor camino y darme fuerza en mis peores momentos.

María José Uribe Muñoz

Agradecimientos

A Liliana del Pilar Castro Molano y Humberto Escalante por su apoyo incondicional, su paciencia y por cada uno de sus consejos dados. A Alexander Muñoz por compartir su conocimiento.

Gracias, sin ustedes este trabajo no sería posible.

Al grupo de investigación INTERFASE y la familia METANOGENESIS por guiarnos con sus conocimientos y apoyarnos durante toda la investigación.

A la finca Ecocerd S.A.S y al Laboratorio de Microscopia del Parque Tecnológico Guatiguará por su colaboración para el desarrollo de esta investigación.

A todos los profesores, especialmente a Carolina Gonzalez y Francisco Molina, técnicos de apoyo, al Ing. Guillermo, Wilson y Eduardo y a los compañeros y amigos que hicieron parte de este proceso de formación.

Tabla de contenido

Tabla de contenido	5
Introducción	11
1. Objetivos	15
1.1 Objetivo general	15
1.2 Objetivos específicos	15
2. Marco referencial	16
2.1 Estruvita	16
2.2 Precipitación química de estruvita	16
2.3 Factores que influyen en la precipitación química de estruvita	17
2.3.1 pH	17
2.3.2 Fuente de magnesio	18
2.3.3 Velocidad de agitación	19
2.4 Precipitación de estruvita a partir de diferentes sustratos	20
3. Metodología	22
3.1 Determinación de la calidad del digerido	22
3.1.1 Caracterización fisicoquímica y bioquímica del digerido	23
3.1.2 Caracterización microbiológica del digerido	24
3.1.3 Caracterización agronómica del digerido	24
3.2 Obtención de estruvita	25
3.2.1 Diseño experimental	25
3.2.2 Evaluación del efecto de pH y tiempo de reacción para producir estruvita	25
3.3 Estudio de la calidad del cristal precipitado	27
4. Resultados y análisis	28
4.1 Caracterización y determinación de la calidad del digerido	28
4.1.1 Caracterización fisicoquímica y bioquímica	28
<i>Contenido de materia orgánica del digerido</i>	28
<i>Contenido de nutrientes y metales pesados en el digerido</i>	29
4.1.2 Caracterización microbiológica del digerido	31
4.1.3 Calidad agronómica del digerido	32
4.1.4 Matriz calidad del digerido	33

OBTENCIÓN DE ESTRUVITA

4.2	Evaluación del efecto de pH y tiempo de reacción para la obtención de estruvita	35
4.3	Calidad del cristal precipitado.....	39
4.3.1	Difracción de Rayos X (DRX)	39
4.3.2	Microscopía Electrónica de Barrido (SEM).....	41
	Conclusiones	47
	Referencias bibliográficas.....	49

Lista de Tablas

Tabla 1 Revisión bibliográfica de la precipitación química de estruvita a partir de diferentes sustratos	20
Tabla 2 Métodos para cada parámetro a evaluar en la caracterización fisicoquímica del digerido.....	23
Tabla 3 Métodos para determinación de patógenos.....	24
Tabla 4 Parámetros fisicoquímicos y bioquímicos del digerido	29
Tabla 5 Contenido de nutrientes en el digerido	30
Tabla 6 Contenido de metales pesados en el digerido	31
Tabla 7 Evaluación de la calidad del digerido	34
Tabla 8 Porcentaje de estruvita en la muestra sólida, para cada cambio de pH y tiempo de reacción.....	41

Lista de Figuras

Figura 1 Fotografía biodigestor ubicado en la finca ECOCERD S.A.S.....	22
Figura 2 Fitotoxicidad residual del digerido	32
Figura 3 Porcentaje de recuperación en variación del pH y tiempo de reacción	36
Figura 4 Superficie de respuesta del efecto del pH y tiempo reacción en el porcentaje de recuperación de fosfato.....	37
Figura 5 Consumo de NaOH en cada experimento	38
Figura 6 DRX estruvita pura	39
Figura 7 Análisis de muestras por DRX.....	40
Figura 8 Imágenes SEM y análisis EDS de los cristales precipitados	41
Figura 9 Tamaños de partícula para cada experimento	44
Figura 10 Estruvita precipitada	46

RESUMEN

TÍTULO: OBTENCIÓN DE ESTRUVITA A PARTIR DEL DIGERIDO PRODUCIDO EN LA DIGESTIÓN ANAEROBIA DE ESTIÉRCOL PORCINO EN CLIMA FRÍO*

AUTORES: ANGIE ANDREA ACOSTA NIETO**, MARÍA JOSÉ URIBE MUÑOZ**

PALABRAS CLAVE: AGRICULTURA, DIGESTIÓN ANAEROBIA, ESTRUVITA, ESTIÉRCOL PORCINO, NUTRIENTES

DESCRIPCIÓN:

El propósito de esta investigación fue la obtención de estruvita a partir del digerido proveniente de la digestión anaerobia de estiércol porcino en clima frío. Inicialmente, se evaluó la calidad del digerido mediante su caracterización fisicoquímica, bioquímica, microbiológica y agronómica. Las condiciones favorables de la precipitación de estruvita se determinaron en un diseño experimental 3^2 variando el pH (8.5, 9, 9.5) y los tiempos de reacción (60, 90, 120 minutos). Adicionalmente, la calidad del cristal precipitado se determinó a partir de un análisis difracción de rayos X (DRX) y microscopía electrónica de barrido (SEM) con análisis EDS. El digerido no clasificó como fertilizante agrícola debido a su bajo contenido de nutrientes y la presencia de patógenos. Las condiciones favorables para la recuperación $\text{PO}_4^{3-}\text{-P}$ en forma de estruvita fueron un pH de 8.5 y un tiempo de reacción de 60 minutos, logrando una recuperación del 92% y una pureza del 100%. La calidad de los cristales de estruvita se vio afectada por el pH y tiempo de reacción, especialmente con un pH igual o superior a 9, donde se detectó la presencia de dolomita ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$), como impureza adherida en los cristales, limitando su crecimiento y resultando en cristales más pequeños. El digerido presentó un elevado contenido de $\text{PO}_4^{3-}\text{-P}$, favoreciendo la formación de cristales de estruvita.

* Trabajo de grado.

** Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. Director: Liliana del Pilar Castro Molano, Ingeniera Química PhD. Codirectores: Humberto Escalante Hernández, Ingeniero Químico PhD, Alexander Muñoz Muñoz, Ingeniero Químico.

ABSTRACT

TITLE: OBTAINING STRUVITE FROM THE DIGESTATE PRODUCED IN THE ANAEROBIC DIGESTION OF SWINE MANURE IN COLD CLIMATE*

AUTHORS: ANGIE ANDREA ACOSTA NIETO**, MARÍA JOSÉ URIBE MUÑOZ**

KEYWORDS: AGRICULTURE, ANAEROBIC DIGESTION, STRUVITE, SWINE MANURE, NUTRIENTS.

DESCRIPTION:

The purpose of this research was to obtain struvite from the digestate produced in the anaerobic digestion of swine manure in cold climate. Initially, the quality of the digestate was evaluated through its physicochemical, biochemical, microbiological, and agronomic characterization. To determine the favorable conditions for struvite precipitation, a 3² experimental design was used, varying the pH (8.5, 9, 9.5), and reaction times (60, 90, 120 minutes). Additionally, the quality of the precipitated crystals was determined through X-ray diffraction (XRD) analysis and scanning electron microscopy (SEM) with energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS) analysis. The digestate did not qualify as agricultural fertilizer due to its low nutrient content and the presence of pathogens. The favorable conditions for recovering PO₄³⁻-P were a pH of 8.5 and a reaction time of 60 minutes, achieving a recovery rate of 92% and a purity of 100%. The quality of the struvite crystals was affected by pH and reaction time, especially at a pH of 9 or higher, where the presence of dolomite (CaMg(CO₃)₂) as an impurity adhered to the crystals was detected, limiting their growth and resulting in smaller crystals. The digestate showed a high content of PO₄³⁻-P, favoring the formation of struvite crystals.

* Bachelor Thesis.

** Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. Director: Liliana del Pilar Castro Molano, Chemical Engineer PhD. Codirectors: Humberto Escalante Hernández, Chemical Engineer o PhD, Alexander Muñoz Muñoz, Chemical Engineer.

Introducción

La digestión anaerobia es una tecnología de bajo costo que se presenta como una excelente opción para mejorar la calidad de vida en comunidades rurales. Genera biogás valioso como fuente de energía renovable, contribuyendo a la reducción de la contaminación ambiental mediante la optimización de la gestión de residuos y la promoción de prácticas de desarrollo sostenible (Piadeh et al., 2024). Esta es una de las alternativas ampliamente implementadas en las granjas porcinas rurales para el tratamiento de los residuos (estiércol y orina) (Fajardo López et al., 2020). Se lleva a cabo en biodigestores en los que la materia orgánica se descompone por la acción de un consorcio microbiano para la producción de biogás y un lodo residual conocido como digerido.

El digerido de estiércol porcino es rico en carbono (C), nitrógeno (N), fósforo (P) y otros nutrientes (Cucina et al., 2021a), por lo que suele ser aplicado directamente al suelo para mejorar sus propiedades y aumentar los rendimientos de los cultivos (Garg et al., 2005). Sin embargo, los digeridos obtenidos bajo condiciones psicófilas pueden presentar problemas de: a) producción residual de metano y emisiones de gases de efecto invernadero, debido al contenido de materia orgánica sin estabilizar (Cucina et al., 2021a); b) efectos fitotóxicos en el suelo como el retraso de la germinación de las semillas, que está relacionada con el contenido de ácidos grasos volátiles, salinidad y metales pesados (Alburquerque et al., 2012) y c) efectos nocivos en la salud humana al incrementar el riesgo de transferencia de patógenos a la cadena alimentaria (Cucina et al., 2021a).

Particularmente en el municipio de Floresta, Boyacá (N 5° 51'35.71" W:72° 55'07.92", 2500 m.s.n.m) se encuentra instalado un biodigestor tubular que opera bajo condiciones psicófilas (17°C± 3°C), en el que se tratan los residuos generados por la granja porcícola

OBTENCIÓN DE ESTRUVITA

ECOCERD SAS con aproximadamente 300 cerdos. El biodigestor produce 10 m³/día de biogás (64% CH₄) y aproximadamente 3 m³/día de digerido. Actualmente, este digerido es aplicado directamente a las praderas sin conocer sus propiedades, y evaluar sus posibles riesgos de uso. Además, no se están recuperando los nutrientes para una adecuada gestión y valorización del digerido.

Paralelamente, a nivel global existe una preocupación debido a la disminución de las reservas de roca fosfórica, recurso no renovable y materia prima fundamental para la producción de fertilizantes fosfatados (Yuan et al., 2018). Se prevé que las reservas de roca fosfórica se agoten en un plazo de 50 a 100 años; y la industria de los fertilizantes reconoce que el costo de extracción, procesamiento y envío está aumentando (Cordell et al., 2009). El fósforo es un elemento químico esencial para la vida y desempeña un papel fundamental en diversos aspectos biológicos, ambientales y agronómicos, (Yuan et al., 2018) por lo que la disminución de su disponibilidad plantea una grave amenaza para la seguridad alimentaria mundial.

La disminución de fósforo ha impulsado la búsqueda de soluciones sostenibles para garantizar el suministro adecuado de nutrientes esenciales para los cultivos. Entre las alternativas destacadas sobresale la estruvita: un compuesto de fosfato de magnesio y amonio, producto de la recuperación de fósforo y nitrógeno de residuos orgánicos como los digeridos (Cucina et al., 2021, Garg et al., 2005). La aplicación de estruvita en los suelos es menos nociva comparado con el uso directo del digerido (Latifian et al., 2012). Adicionalmente, los fertilizantes a base de estruvita son menos dañinos para las raíces de las plantas y tienen un bajo contenido de iones de metales pesados que los fertilizantes disponibles comercialmente (Latifian et al., 2012).

OBTENCIÓN DE ESTRUVITA

Por lo tanto, una alternativa para la valorización de los digeridos es recuperar los nutrientes en forma de estruvita. Esta opción se destaca como una solución a posibles inconvenientes de los digeridos obtenidos bajo condiciones psicrófilas, y también aporta de manera significativa al estudio de la estruvita como una solución sostenible, con potencial para ser empleada como biofertilizante. El método más común para la producción de estruvita es mediante la precipitación química. Este proceso depende de las variables: pH, tiempo de reacción, velocidad de agitación, relación $Mg^{2+}:PO_4^{3-}$ y temperatura (Le Corre et al., 2009).

Diversos estudios reportan la producción de estruvita a partir de sustratos como aguas residuales municipales e industriales (Krishnamoorthy et al., 2021a), aguas residuales de orina (Etter et al., 2011), digerido anaerobio de estiércol bovino (Castro et al., 2018) y porcino (Taddeo et al., 2016). Sin embargo, la información sobre la producción de estruvita a partir de digeridos de estiércol porcino producidos en climas fríos es limitada.

Los digeridos provenientes de la digestión anaerobia de estiércol porcino, poseen una concentración más alta de nitrógeno (N) y fósforo (P) en comparación de los sustratos mencionados anteriormente (Cucina et al., 2021b). Además, la estruvita se forma en diferentes temperaturas, tanto en condiciones moderadas como en climas fríos, dependiendo del tipo de materia orgánica y las condiciones del proceso (Mendez Ana María, 2017). La capacidad de producir estruvita en un amplio rango de temperaturas sugiere que este método es flexible y podría ser útil en diversos lugares y sistemas de tratamiento de residuos. Por lo tanto, la recuperación de nutrientes a través de la precipitación de estruvita para los digeridos de estiércol porcino producidos en climas fríos parece prometedora.

OBTENCIÓN DE ESTRUVITA

Dada la relevancia de la estruvita como opción sostenible, este estudio se centró en evaluar la obtención de estruvita a escala de laboratorio a partir del digerido producido en la granja porcícola ECOCERD SAS, localizada en un clima frío ($17\pm 3^{\circ}\text{C}$).

OBTENCIÓN DE ESTRUVITA

1. Objetivos

1.1 Objetivo general

Obtener estruvita a escala laboratorio a partir del digerido producido de la digestión anaerobia de estiércol porcino en clima frío.

1.2 Objetivos específicos

Determinar la calidad del digerido producido en un biodigestor ubicado en una granja porcícola en clima frío mediante su caracterización bioquímica, fisicoquímica, agronómica y microbiológica.

Evaluar el efecto de pH y tiempo de reacción para la recuperación de fósforo y nitrógeno, mediante la precipitación de estruvita obtenida del digerido producido en un biodigestor ubicado en una granja porcícola en clima frío.

Determinar la calidad de la estruvita obtenida, en términos de la morfología y pureza del cristal precipitado.

2. Marco referencial

2.1 Estruvita

La Estruvita es un mineral cristalino blanco que contiene concentraciones molares iguales de magnesio, amonio y fosfato combinados con seis moléculas de agua $MgNH_4PO_4 \cdot 6H_2O$ (Krishnamoorthy et al., 2021a; Muhmood et al., 2019). Su peso molecular es de 245.43 g/mol, y su solubilidad varía de escasamente soluble a muy soluble en condiciones alcalinas y ácidas, respectivamente, haciéndolo muy poco soluble en un pH superior a 7.5 (Le Corre et al., 2009a). Según las condiciones de producción de estruvita, puede presentar una estructura ortorrómbica o amorfa, y su tamaño puede variar entre 15 μm a 3.5 mm (Zhang et al., 2009).

2.2 Precipitación química de estruvita

Existen diferentes mecanismos de recuperación de estruvita como: intercambio de iones, electrólisis, biomineralización y precipitación química. Entre estos mecanismos, la precipitación química es la más favorable en términos de costos y demandas de energía (Krishnamoorthy et al., 2021b).

La precipitación química de la estruvita es un proceso utilizado para eliminar el amonio (NH_4^+) y el fosfato (PO_4^{3-}) de una solución o de un residuo que contiene una alta concentración de estos compuestos. Este proceso implica la adición de una fuente de Mg^{+2} , esencial para inducir la reacción química que resulta en la formación del mineral estruvita (Villegas et al., 2019.).

La formación y crecimiento de cristales de estruvita (cristalización) a partir de una precipitación química se produce en dos fases distintas. En primer lugar, una fase de

OBTENCIÓN DE ESTRUVITA

nucleación que corresponde a la formación inicial de los cristales. Esta ocurre cuando los iones que son necesarios para la formación de estruvita (PO_4^{3-} , NH_4^+ y Mg^{+2}) se unen y forman pequeños agregados de sólidos, los cuales se convierten en los precursores de los cristales de estruvita. Después de la nucleación, los cristales precursores se agrupan entre sí y comienzan a aumentar en tamaño. A medida que más iones se unen a la estructura, los cristales de estruvita crecen y se desarrollan hasta alcanzar el equilibrio (Krishnamoorthy et al., 2021b; Villegas et al., 2019.). La formación de cristales de estruvita es un proceso complejo, en el que intervienen algunas variables fisicoquímicas, como pH, temperatura, velocidad de agitación, relación $\text{Mg}^{2+}:\text{PO}_4^{3-}$, concentración de PO_4^{3-} , tiempo de reacción, sobresaturación y presencia de iones extraños ((Le Corre et al., 2009)

2.3 Factores que influyen en la precipitación química de estruvita

2.3.1 pH

La precipitación de Estruvita es un proceso altamente influenciado por el pH de la solución acuosa. Según Krishnamoorthy et al., (2021b) un pH alcalino favorece la precipitación de estruvita, porque se facilita la liberación de iones de amonio (NH_4^+) y fosfato (PO_4^{3-}) y se disminuye la solubilidad de estos en solución, aumentando la probabilidad de que estos iones se combinen con el magnesio, formando cristales de estruvita. Lo anterior es respaldado por Rahman et al 2014. quienes sostienen que mantener un rango óptimo de pH facilita tanto la recuperación de fósforo como de nitrógeno, además de promover la cristalización. En términos generales, la reacción se favorece en un rango de pH que oscila entre 8 y 11 (Kabdaşlı et al., 2009; Muhmood et al., 2019; Le Corre et al., 2009a), según González-Morales et al., 2021, trabajar con un pH de 9 favorece para la obtención de una alta pureza y mayor porcentaje de recuperación (>93%). No obstante, un pH adecuado debe

OBTENCIÓN DE ESTRUVITA

prevenir la precipitación de otros compuestos que puedan surgir debido a la presencia de otros iones, dado que los digeridos también contienen calcio, zinc, cobre, carbonato y sulfato. Un pH alto promueve la precipitación de fosfato de magnesio y carbonato de calcio, reduciendo la calidad de la estruvita y convirtiéndola en un producto menos valioso (Muhmood et al., 2019; Rahman et al., 2014).

Así mismo, se ha evidenciado que el pH ejerce un impacto significativo en la tasa de crecimiento y en las dimensiones de los cristales de estruvita y que depende de la concentración de los iones que se tenga en el residuo a usar. Valores elevados de pH inducen un incremento en la sobresaturación, lo que conlleva a una aceleración en la tasa de crecimiento de los cristales (Le Corre et al., 2009b). No obstante, investigaciones adicionales indican que niveles de pH elevados generan una mayor densidad en la población de núcleos, dando como resultado cristales más pequeños y heterogéneos, por lo que se debe tener un buen pH para asegurar la precipitación de cristales que estén en el rango de 15 μm a 3.5 mm (Rahman et al., 2014)

2.3.2 Fuente de magnesio

Una de las variables claves en el proceso de precipitación de estruvita es el magnesio. El Mg^{2+} no se encuentra en cantidades suficientes en la mayoría de los residuos utilizados, por lo tanto, es necesario agregarlo externamente para inducir la cristalización de estruvita. Mantener una proporción equitativa de $\text{NH}_4^+:\text{PO}_4^{3-}:\text{Mg}^{2+}$ en una relación 1:1:1 es fundamental para favorecer la reacción necesaria que garantiza la formación de estruvita (Wang et al., 2018). Liu et al., (2013) establecieron una relación molar óptima $\text{Mg}^{+2}:\text{PO}_4^{3-}$ de 1.5:1 y afirmaron que una relación molar más elevada de $\text{Mg}^{+2}:\text{PO}_4^{3-}$ mejora la eliminación del fósforo asegurando que no disminuya por debajo de la relación necesaria.

OBTENCIÓN DE ESTRUVITA

La elección de la fuente de Mg^{2+} adecuada es un factor importante para lograr una precipitación efectiva y rápida de estruvita. Existen diferentes fuentes de Mg^{2+} , siendo $MgCl_2$, $Mg(OH)_2$ y MgO los precursores más utilizados (Romero-Güiza et al., 2015). Wang et al., dicen que utilizar $MgCl_2$ como fuente de magnesio, es más eficaz que el MgO y el $Mg(OH)_2$ por su solubilidad, haciendo que durante la operación se requiera menos tiempo para que suceda la reacción. Lo cual es respaldado por Krishnamoorthy et al., (2021b) quienes han establecido que el orden decreciente de eficiencia es $MgCl_2 > MgSO_4 > MgO > Mg(OH)_2$.

2.3.3 Velocidad de agitación

Las velocidades de mezcla tienen un impacto significativo en el tamaño y la forma de los cristales de estruvita. En el proceso de cristalización, las altas velocidades de mezcla pueden acelerar la tasa de nucleación; sin embargo, limitan el crecimiento de los cristales (Krishnamoorthy et al., 2021b). Por lo tanto, no se recomienda trabajar con altas revoluciones por minuto (rpm) porque puede dar como resultado cristales finos (Le Corre et al., 2009b). Adicionalmente, a velocidades de mezclado altas (400, 500 y 600 rpm) se da lugar a un mayor porcentaje de incrustaciones en la pared del reactor, lo que ocasiona pérdidas de estruvita (Wilsenach et al., 2007).

En un estudio realizado por González Morales et al., (2019), se analizaron seis velocidades de agitación (0, 100, 200, 300, 400 y 500 rpm). Un aumento en las velocidades de agitación condujo a un incremento en la eliminación de ion amonio (NH_4^+) debido a la volatilización de amoníaco (NH_3), mientras que la remoción de fósforo no varió significativamente. Así mismo, se evidenció que hay influencia significativa de las velocidades de agitación en el tamaño de los cristales, siendo el tamaño más grande registrado a 200 rpm (128 μm). Por lo

OBTENCIÓN DE ESTRUVITA

tanto, recomiendan una velocidad de agitación entre 100 y 200 rpm (equivalentes a un gradiente de velocidad entre 79 y 188 s⁻¹) para la cristalización de estruvita, esto debido a la obtención de cristales más grandes, menor consumo de energía del proceso y una reducción en la volatilización del nitrógeno amoniacal.

2.4 Precipitación de estruvita a partir de diferentes sustratos

Tabla 1

Revisión bibliográfica de la precipitación química de estruvita a partir de diferentes sustratos

Sustrato	Fuente Mg	pH	Mg:P	rpm	Tiempo rxn [min]	%PO ₄ *	Autor
Agua residual EDAR	MgCl ₂	>8	1:01	500	-	>60	K. S. le Corre et al., (2009)
Agua residual Orina	MgO	-	1.6:1	120	60	90	Etter et al., (2011)
Agua residual Orina	MgCl ₂	>9	1:01	-	-	>95	Wilsenach et al., (2007)
Digerido estiércol bovino	MgCl ₂	9	1.5:1	450	50	>55	Castro et al., (2018)
Digerido estiércol porcino	MgCl ₂	>8	1.5:1	500	60	>83	Corona et al, (2020)
Estiércol porcino	MgO	7-8.5	1:01	750	30	93	Taddeo et al, (2016)
Digerido de estiércol de ternera		9		300	15	96	Siciliano & Rosa (2013)
Sobrenadante de una PTAR	MgCl ₂	9	1.7:1	100	120	93	González Morales et al., (2019)

*%PO₄: Porcentaje de recuperación de fosfato.

La estruvita se ha obtenido mediante la aplicación de precipitación química, utilizando una variedad de sustratos y condiciones distintas para su obtención (Tabla 1); sin embargo, la

OBTENCIÓN DE ESTRUVITA

precipitación de estruvita a partir de digerido de estiércol porcino no se han reportado muchos estudios a profundidad. Corona et al., (2021) evaluaron la precipitación de estruvita a partir de un digerido derivado de estiércol porcino mediante un procedimiento de acidificación. En este se realizaron experimentos con lodos de distintos periodos de almacenamiento. Los resultados mostraron que la antigüedad del digerido no afecta la precipitación de estruvita, debido a que no hubo diferencias significativas en el porcentaje de fósforo liberado. Se observó que agregar ácido mejora la recuperación de fósforo y aumenta el tamaño de los cristales, aunque no se consideró una opción económicamente viable.

Además, la investigación sobre la producción de estruvita a partir de digeridos en condiciones psicofílicas es limitada. Sin embargo, se ha comprobado que la precipitación de estruvita sigue siendo efectiva en estas condiciones (Mendez Ana María, 2017). Este aspecto resalta la viabilidad de estudiar la producción de estruvita en digeridos generados en condiciones psicofílicas, ampliando así la información sobre la aplicación de este proceso en entornos con temperaturas más bajas.

3. Metodología

Este estudio se llevó a cabo en tres etapas: en la primera, se evaluó la calidad del digerido en función de sus características fisicoquímicas, bioquímicas, microbiológicas y agronómicas con una sola muestra del digerido. En la segunda etapa se determinaron las condiciones favorables para la producción de estruvita, utilizando un diseño experimental 3^2 . Por último, se determinó la calidad del material precipitado mediante un análisis de difracción de rayos X (DRX) y microscopía electrónica de barrido (SEM).

3.1 Determinación de la calidad del digerido

El digerido en estudio fue producido en un biodigestor tubular, localizado en la finca Ecocerd S.A.S, ubicada en Floresta, Boyacá (N:5°51'35.71" W:72°55'07.92", 2800 m.s.n.m, $17\pm 3^\circ\text{C}$). El reactor es tubular con volumen de 40m^3 , construido en geomembrana de PVC y opera con un tiempo de retención hidráulico de 10-15 días. Se alimenta con $3\text{ m}^3/\text{día}$ de estiércol de cerdo para producir en promedio 9 m^3 biogás/día con calidad de 65% de CH_4 y $2.8\text{ m}^3/\text{día}$ de digerido.

Figura 1

Fotografía biodigestor ubicado en la finca ECOCERD S.A.S



a) Biodigestor y almacenamiento de biometano, b) Pozo de salida de digerido.

OBTENCIÓN DE ESTRUVITA

3.1.1 Caracterización fisicoquímica y bioquímica del digerido

En la caracterización fisicoquímica del digerido se cuantificó el contenido de sólidos totales (ST) y volátiles (SV) y demanda química de oxígeno (DQO) de acuerdo con los métodos estándares propuestos por APHA 2017. La conductividad eléctrica (CE), contenido de nutrientes, metales pesados, pH, alcalinidad total (AT), amonios y fosfatos en el digerido se determinaron de acuerdo con los métodos detallados en la tabla 2.

La caracterización bioquímica comprendió la determinación del contenido de ácidos grasos volátiles (AGV) y el potencial de biometanización residual (PBM_r) adaptando los protocolos propuestos por Jobling Purser et al., (2014) y Holliger et al., (2016) respectivamente.

Tabla 2

Métodos para cada parámetro a evaluar en la caracterización fisicoquímica del digerido

Parámetro	Método analítico
Sólidos totales (ST)	APHA 2540 A
Sólidos volátiles (SV)	APHA 2540 E
Demanda química de oxígeno (DQO)	APHA 5220 D
pH	NTC 5167 Potenciometría
Conductividad eléctrica	NTC 5167 Conductivímetro
Fosfatos	APHA 4500 P E
Amonios	APHA 4500-NH ₃
Nitrógeno total	NTC 370
K ₂ O	NTC 202 Emisión
Fósforo total (P ₂ O ₅)	NTC 234 Colorimetría
Azufre	NTC 5167 Turbidimetría
SO ₄	NTC 1154 Turbidimetría
Cobre, Hierro, Zinc, Calcio, sodio total, potasio, magnesio total	NTC 5167 Absorción A.
Metales pesados	EPA 3050 B

OBTENCIÓN DE ESTRUVITA

3.1.2 Caracterización microbiológica del digerido

El análisis del contenido de patógenos en el digerido incluyó Salmonella, huevos de Helminto, coliformes fecales y totales. Los métodos y técnicas usadas se presentan en la tabla 3.

Tabla 3

Métodos para determinación de patógenos

Parámetros	Métodos y técnicas	Unidades
Coliformes fecales	NTC 4458	UFC/g (base seca)
Coliformes totales	NTC 4458	UFC/g (base seca)
Huevos de Helminto viables	MC MASTER NOM-004-SEMA-RNAT-2002	HHV/4g (base seca)
Salmonella spp	ISO 6579	Ausencia o presencia

3.1.3 Caracterización agronómica del digerido

La evaluación agronómica del digerido se llevó a cabo a través del análisis del índice de germinación (IG). Este ensayo permitió determinar los niveles de fitotoxicidad del digerido siguiendo el protocolo desarrollado por Tiquia, 2010.

Se llevaron a cabo experimentos de germinación utilizando diluciones de 10%, 20%, 50% y 70% v/v del digerido como sustrato. Se colocaron diez semillas de lechuga (*Lactuca sativa*) sobre un filtro de papel previamente humedecido con 5 mL de la solución correspondiente y en placas Petri. Las muestras se incubaron en condiciones de oscuridad durante 120 horas. Como resultado, el índice de germinación se determinó al contar el número de semillas que germinaron y al medir la longitud de la raíz primaria.

OBTENCIÓN DE ESTRUVITA

3.2 Obtención de estruvita

3.2.1 Diseño experimental

Se implementó un diseño factorial 3^2 , considerando dos factores principales: tiempo de reacción y pH. Para cada uno de estos dos factores se definieron tres niveles: bajo, medio y alto. Los niveles específicos seleccionados para el tiempo de reacción fueron 60, 90 y 120 minutos. Los niveles de pH considerados fueron 8.5, 9 y 9.5. Las condiciones de operación se definieron tomando como referencia investigación previas. La velocidad de agitación favorable se fijó en 200 rpm (González Morales et al., 2019b). Por otro lado, la relación $Mg^{+2}: PO_4^{3-}$ se estableció 1.5:1 de acuerdo con Liu et al., (2013). En cuanto a la fuente de magnesio se utilizó $MgCl_2$ hexahidratado, de acuerdo con las sugerencias de Wang et al., (2018). Todo el proceso se realizó a condiciones ambientales (temperatura 25°C, presión atmosférica 1016 hPa).

3.2.2 Evaluación del efecto de pH y tiempo de reacción para producir estruvita

La estruvita se obtuvo a escala laboratorio mediante precipitación química. Este proceso se llevó a cabo en dos fases. Inicialmente se removieron los sólidos del digerido con la finalidad promover la precipitación y una mayor pureza de estruvita. Primero se filtraron los sólidos grandes usando una tela filtrante (tamaño de poro 10 μ m), seguida de una sedimentación durante 1 h. Finalmente los sólidos más pequeños se removieron mediante centrifugación a 5000 rpm durante 15 min.

En la segunda fase se efectuó la precipitación de estruvita utilizando una prueba de jarras, manteniendo una velocidad agitación constante. Antes de cada prueba se determinó la concentración de PO_4^{3-} inicial (equipo GENESYS 50 Vis/UV-Vis Spectrophotometer, longitud

OBTENCIÓN DE ESTRUVITA

de onda 690). Inicialmente se ajustó el pH del digerido a los valores correspondientes para cada prueba, utilizando como solución alcalina NaOH 1N. Luego se adicionó la fuente de magnesio MgCl₂. La cantidad de Mg²⁺ requerida fue calculada con base en la concentración inicial de PO₄³⁻. Durante el proceso el pH se mantuvo constante. Una vez finalizado el tiempo de reacción, el producto resultante se dejó sedimentar y se filtró con papel filtro (tamaño de poro 1µm), permitiendo su secado al ambiente. Por último, se determinó la concentración de PO₄³⁻ en el sobrenadante resultante de la filtración. Lo anterior con el fin de determinar la cantidad de PO₄³⁻ consumido durante el proceso.

Para la evaluación del efecto de pH y tiempo de reacción, se utilizó como variable de respuesta el porcentaje de recuperación de PO₄³⁻. Se asumió que a lo largo del proceso el PO₄³⁻ solo se consumió para convertirse en estruvita, lo cual se confirmara en la prueba de caracterización del precipitado. Este se calculó según la Ec.1

$$\%Recuperacion = \frac{Concentración\ Inicial - Concentración\ Spp}{Concentración\ Inicial} * 100 \quad (Ec. 1)$$

Donde:

- La concentración inicial hace referencia a la concentración de PO₄³⁻ [g/L] en el digerido.
- La concentración Spp hace referencia a la concentración de PO₄³⁻ P determinados en el sobrenadante del proceso de precipitación [g/L]

Para determinar la significancia de los resultados se usó un análisis estadístico ANOVA. Si el valor de la estadística p es menor que el nivel de significancia (α) indica que el efecto de la variable es significativo. Si el valor de la estadística F es alta, sugiere que hay una diferencia significativa entre las medias de los grupos ya sean para el pH, tiempo o pH-tiempo. El valor F es simplemente un cociente de dos variaciones, que son medidas de dispersión. Las

OBTENCIÓN DE ESTRUVITA

variaciones indican qué tan dispersos están los datos con respecto a la media, y los valores más altos representan mayor dispersión (Minitab 2021).

3.3 Estudio de la calidad del cristal precipitado

La caracterización de los cristales de estruvita obtenidos bajo todas las condiciones establecidas se determinó analizando las fases cristalinas en el precipitado y su caracterización superficial. Las fases cristalinas en el precipitado se determinaron mediante difracción de rayos X (DRX). Los datos se procesaron mediante *DIFFRAC.SUITE EVA* y se cuantificaron (pureza) con *DIFFRAC.SUITE TOPAS*, utilizando patrones de DRX estándar de estruvita PDF 01-075-0874 y dolomita PDF 01-089-1305. Finalmente, la morfología y la composición química se obtuvo a partir de la caracterización superficial del cristal utilizando microscopía electrónica de barrido (SEM) con espectroscopia de dispersión de energía (EDS) (SEM; ZEISS EVO®LS 15, INCA analyser).

4. Resultados y análisis

4.1 Caracterización y determinación de la calidad del digerido

4.1.1 Caracterización fisicoquímica y bioquímica

Contenido de materia orgánica del digerido

En la tabla 4 se presenta el contenido de materia orgánica del digerido. El contenido de sólidos totales del digerido (2,83 g/kg) indica que la fase predominante es líquida. Además, el digerido se caracterizó por tener un bajo contenido de sólidos volátiles (1,73 g/kg) y un menor potencial de biometano residual (0.042 m³CH₄kgSV*d) comparados con un digerido de estiércol porcino producido en condiciones similares (Cucina, 2021). Sin embargo, el contenido de materia orgánica del digerido (61,13%), expresado como la relación SV/ST, excede ligeramente el rango óptimo (40% - 60%) para su uso en sistemas agrícolas (Garfi et al., 2011). La presencia de materia orgánica no estabilizada en el digerido podría atribuirse a la cinética de digestión lenta, característica en los digestores que operan en condiciones psicrófilas (temperaturas aproximadas entre 4 y 15°C). Adicionalmente, la materia orgánica biodegradable en el digerido representa riesgos para su aplicación en la agricultura debido a que puede ocasionar la generación de biometano durante el almacenamiento y la aplicación en el suelo, contribuyendo a emisiones de gases de efecto invernadero y olores (Cucina et al., 2018).

El digerido presentó un valor de alcalinidad total de 1200 mg/L y un valor de pH ligeramente alcalino (7.84). Este valor de pH es característico en digeridos derivados de estiércol animal (Albuquerque et al., 2012b). Respecto a la concentración de demanda química de oxígeno, fue considerablemente menor (2.7 g O₂/L) comparada con digeridos

OBTENCIÓN DE ESTRUVITA

obtenidos en condiciones psicrófilas (17 – 26 gO₂/L) (Cucina et al., 2021b). No obstante, el contenido de ácidos grasos volátiles (2.4 g/L) es elevado. Se infiere que el bajo tiempo de retención hidráulico del biodigestor (10-15 días) impide una degradación completa de la materia orgánica. Los ácidos grasos volátiles representan una desventaja para el uso del digerido en la agricultura, porque están correlacionados con efectos fitotóxicos en los cultivos, como la prevención o el retraso de la germinación de las semillas y la muerte de estos (Alburquerque et al., 2012b).

Tabla 4

Parámetros fisicoquímicos y bioquímicos del digerido

Parámetro	Unidad	Valor
ST	g/kg	2.83±0.16
SV	g/kg	1.73±0.2
DQO	mg O ₂ /L	2694.44±240.56
DQO soluble	mg O ₂ /L	475±14.43
pH	-	7.84±0.03
PBM	m ³ CH ₄ /kg SV*d	0.042
AGVS	mg/L	2400
AT	mg/L	1200

ST: sólidos totales, SV: sólidos volátiles, DQO: demanda química de oxígeno, PBM: potencial biometano, AGVS: ácidos grasos volátiles, AT: alcalinidad total.

Contenido de nutrientes y metales pesados en el digerido

La capacidad fertilizante del digerido está relacionada con sus niveles de nitrógeno (N), fósforo (P), potasio (K) y otros nutrientes. El contenido de nutrientes del digerido se presenta en la Tabla 5.

OBTENCIÓN DE ESTRUVITA

Tabla 5

Contenido de nutrientes en el digerido

Parámetro	Unidad	Valor
N total	mg/L	260
P total (P ₂ O ₅)	mg/L	248.36±0.72
K total (K ₂ O)	mg/L	221.86±0.32
Ca total (CaO)	mg/L	177.06±0.76
Mg total (MgO)	mg/L	247.40±0.31
Na total	mg/L	82.10±0.10
PO ₄ ⁻³	mg/L	342.12±13.51
NH ₃ -N	mg/L	209
PO ₄ -P	mg/L	111.50±4.40

El contenido de nitrógeno total (0,26 g/L), fósforo total (0.248 g/L) y potasio total (0.221 g/L) fueron menores en comparación a los nutrientes presentes en un digerido de estiércol porcino obtenido en las mismas condiciones, reportado por Cucina et al., (2021b) con valores de 1.7 g/L, 5.88 g/L, 0.5 g/L respectivamente. Por otro lado, la concentración de sodio en el digerido fue baja (82.1 mg/L). Concentraciones elevadas de sodio en efluentes pueden comprometer la conductividad hidráulica del suelo, disminuir la aireación e inducir a su endurecimiento (Clark Melanie & Mason Jon, 2006). La alta dilución del estiércol porcino (relación 1:3), empleado en la alimentación del biodigestor, derivó en un digerido muy diluido y, por lo tanto, con un bajo contenido de nutrientes. Sin embargo, el digerido contiene PO₄⁻³-P, NH₃-N y Mg total en cantidades (Tabla 5) que hacen viable la recuperación de estos nutrientes en forma de estruvita (Cornel & Schaum, 2009).

La concentración de metales pesados del digerido se reporta en la Tabla 6. El digerido presentó un bajo contenido de metales, en concordancia con lo reportado para digeridos de estiércol animal y cultivos energéticos (Cucina et al., 2021b; Tambone et al., 2017). Esta baja

OBTENCIÓN DE ESTRUVITA

concentración de metales puede atribuirse a la producción del digerido en comunidades rurales, donde es poco probable que ocurra una alta contaminación por metales pesados.

Tabla 6

Contenido de metales pesados en el digerido

Parámetro	Unidad	Valor
Cd	mg/L	<0.05*
Mo	mg/L	<1*
Zn	mg/L	0.8
Cu	mg/L	0.3
Ni	mg/L	<0.1*
Pb	mg/L	0.1*
As	mg/L	0.465
Hg	mg/L	0.013

*: Límite de detección del método

4.1.2 Caracterización microbiológica del digerido

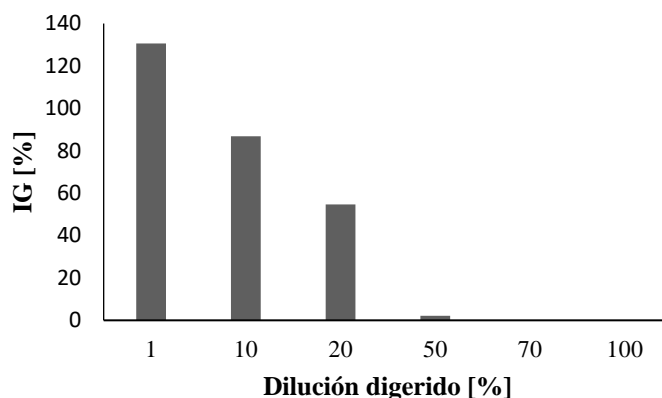
El digerido contiene 805 UFC/ml de coliformes totales, 165 UFC/ml de coliformes fecales, presencia de *E. coli* y ausencia de *Salmonella spp.* Por lo anterior, el digerido no es adecuado para su aplicación directa en cultivos destinados al consumo humano por el riesgo de propagación de microorganismos. Por lo tanto, se requiere de un postratamiento que elimine los microorganismos patógenos, con el objetivo de prevenir su transferencia a la cadena alimentaria y evitar problemas de salud pública (Albuquerque et al., 2012b). Las alternativas de bajo costo para la eliminación de patógenos incluyen filtros de arena, vermifiltros y estanques facultativos (Juanpera et al., 2022).

4.1.3 Calidad agronómica del digerido

La fitotoxicidad del digerido se evaluó mediante un ensayo del Índice de Germinación (IG). En la Figura 1 se ilustra los resultados obtenidos representando en la abscisa las distintas diluciones del digerido y en el eje de la ordenada el respectivo % de IG. De acuerdo con Emino & Warman, (2004), valores de IG por debajo de 50% indican una alta fitotoxicidad, entre 50% y 80% una fitotoxicidad moderada y por encima de 80% la ausencia de fitotoxicidad. Se evidencia que a medida que se incrementa el porcentaje de dilución del digerido, se registró un aumento correspondiente en la fitotoxicidad.

Figura 2

Fitotoxicidad residual del digerido



La fitotoxicidad disminuye a medida que se disminuye el porcentaje de dilución del digerido. No se observaron efectos fitotóxicos en diluciones menores al 10%. La germinación de las semillas, a partir de porcentajes de dilución superiores o iguales al 50%, fue nula. Los efectos fitotóxicos observados en el digerido están relacionados con altas concentraciones de sales solubles, amoníaco, ácidos grasos volátiles y fenoles (Albuquerque et al., 2012b).

OBTENCIÓN DE ESTRUVITA

4.1.4 Matriz calidad del digerido

La Tabla 7 presenta la matriz utilizada para evaluar la calidad del digerido en relación con su uso en la agricultura como fertilizante o agua de riego. Esta evaluación se realizó comparando los resultados obtenidos con la Norma Técnica Colombiana NTC 5167 (2022) de ‘Productos para la industria agrícola’ y los estándares de calidad para la recuperación de aguas residuales en la agricultura establecidos por la Organización Mundial de la Salud (OMS, 2015).

El digerido de estiércol porcino, obtenido bajo condiciones psicrófilas, no cumple con los requisitos para ser utilizado directamente en la agricultura. Su contenido de patógenos, metales pesados (especialmente Cu y As) podría generar contaminación y su uso prolongado derivaría en una disminución de la productividad a largo plazo de los cultivos. Sin embargo, el digerido se puede someter a un proceso de recuperación de nutrientes por su contenido de $\text{PO}_4^{3-}\text{-P}$, $\text{NH}_3\text{-N}$ y Mg total en cantidades (Tabla 5) que hacen viable la recuperación de estos nutrientes en forma de estruvita, para su correcta gestión y uso en sistemas agrícolas.

OBTENCIÓN DE ESTRUVITA

Tabla 7

Evaluación de la calidad del digerido

	Parámetro	Unidad	Valor	NTC 5167	OMS	Evaluación
Físicoquímicos	ST	g/kg	2.83±0.16	-	-	Estos parámetros cumplen con los límites establecidos por la OMS.
	pH	-	7.84±0.03	-	6.5-8	
	CE	µS/cm	424±0.57	-	3000	
	DQO	mg O ₂ /L	2694.44±240.56	-	.	
Nutrientes	N total	mg/L	260	>15000	-	No se clasifica como fertilizante orgánico.
	P total (P ₂ O ₅)	mg/L	248.36±0.72	>15000	-	
	K total (K ₂ O)	mg/L	221.86±0.32	>15000	-	
	C orgánico total	mg/L	0.172±0.003	>20000	-	
	Ca total (CaO)	mg/L	177.06±0.76	-	-	
	Mg total (MgO)	mg/L	247.40±0.31	-	-	
	Na total	mg/L	82.10±0.10	<10000	<206.9	
Metales pesados	Cd	mg/L	<0.05*	<39	0.01	El digerido no excede los límites de metales para su uso como fertilizante. Presenta ligeramente en mayor cantidad Cu y As al compararlo con los límites de la OMS.
	Mo	mg/L	<1*	-	0.01	
	Zn	mg/L	0.8	-	2	
	Cu	mg/L	0.3	-	0.2	
	Ni	mg/L	<0.1*	<420	0.2	
	Pb	mg/L	0.1*	<300	-	
	As	mg/L	0.465	<41	0.1	
	Hg	mg/L	0.013	<17	-	
Microbiológicos	CT	UFC/ml	805	1000	-	No adecuado. Se requiere un post-tratamiento para la eliminación de patógenos.
	CF	UFC/ml	165	Ausente	-	
	Salmonella	Salmonella/25g	Ausencia	Ausente en 25g	-	
	E. coli	UFC/mL	Presencia	Ausente	10 ³ UFC/100 ml	
	Huevos de helminto	Huevos/ 4 mL	Ausencia	1 Huevo/L	10 Huevos/L	

*: Límite de detección del método, ST: sólidos totales, CE: conductividad eléctrica, DQO: demanda química de oxígeno, CT: coliformes totales, CF: coliformes fecales.

4.2 Evaluación del efecto de pH y tiempo de reacción para la obtención de estruvita

En la Figura 3 se presentan los resultados del porcentaje de recuperación en función de las variaciones de pH y tiempo de reacción. Se observó que, después de 60 minutos de reacción, no se presentaron cambios notables en los porcentajes de recuperación para pH de 8.5 y 9. En contraste, a pH de 9.5, se evidenció un aumento del 4% en el porcentaje de recuperación, alcanzando un valor de 96.2%. El incremento en la recuperación del ion fosfato para el pH de 9.5 sugiere que un pH elevado favorece la formación de estruvita debido a que reduce su solubilidad en solución y aumenta la sobresaturación del proceso (Le Corre et al., 2009a). Estos resultados concuerdan con las conclusiones de Adnan et al (2003), quienes señalan la necesidad de operar a un pH superior a 8.3 para lograr tasas de recuperación superiores al 90%.

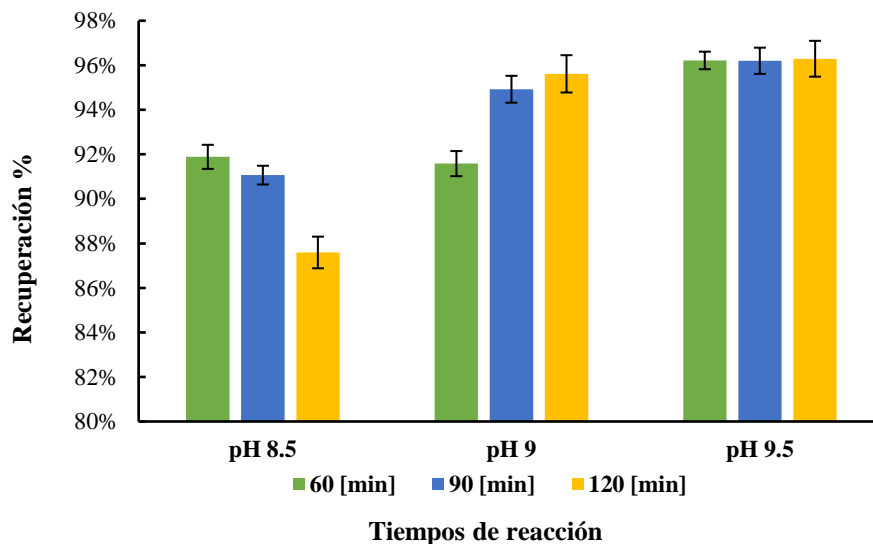
Cuando la precipitación de estruvita se llevó a cabo a un pH de 9, se observó un incremento en el porcentaje de recuperación según aumentaba el tiempo de reacción. Sin embargo, los porcentajes de recuperación para los tiempos de reacción de 90 minutos (95.4%) y 120 minutos (95.6%) fueron muy similares. En contraste, a un pH de 9.5 no se registró una diferencia significativa en los porcentajes de recuperación a medida que el tiempo de reacción aumentaba. Esto sugiere la posibilidad de que, a los 60 minutos, para el pH de 9.5, el sistema haya alcanzado un estado de equilibrio. En este punto, la formación de núcleos de estruvita podría haber concluido, indicando que el porcentaje de recuperación no presentará variaciones en intervalos de tiempo posteriores (Lee et al., 2013). Un pH elevado disminuye la solubilidad de los iones NH_4^+ , PO_4^{3-} y Mg^{2+} modificando su disponibilidad en solución, esto favorece que

OBTENCIÓN DE ESTRUVITA

la estruvita se forme más rápidamente, con tiempos de reacción más cortos. (Krishnamoorthy et al., 2021b).

Figura 3

Porcentaje de recuperación en variación del pH y tiempo de reacción



Los efectos de las variables pH y tiempo de reacción, así como su interacción, en el porcentaje de recuperación se analizaron mediante un análisis estadístico ANOVA utilizando el software Minitab. El pH fue la variable que mayores diferencias significativas presentó (Valor F:216.87) comparado con el tiempo de reacción (Valor F:5.79) y la interacción entre estas variables (Valor F:34.99). Tanto el pH ($p = 0.00 < 0.05$) como el tiempo de reacción ($p = 0.01 < 0.05$) mostraron un efecto significativo en el porcentaje de recuperación. Sin embargo, el pH pareció tener un efecto mayor. Lo anterior concuerda con Le Corre et al., 2009^a, quienes afirmaron que la precipitación de estruvita es un proceso altamente influenciado por el pH de la solución acuosa.

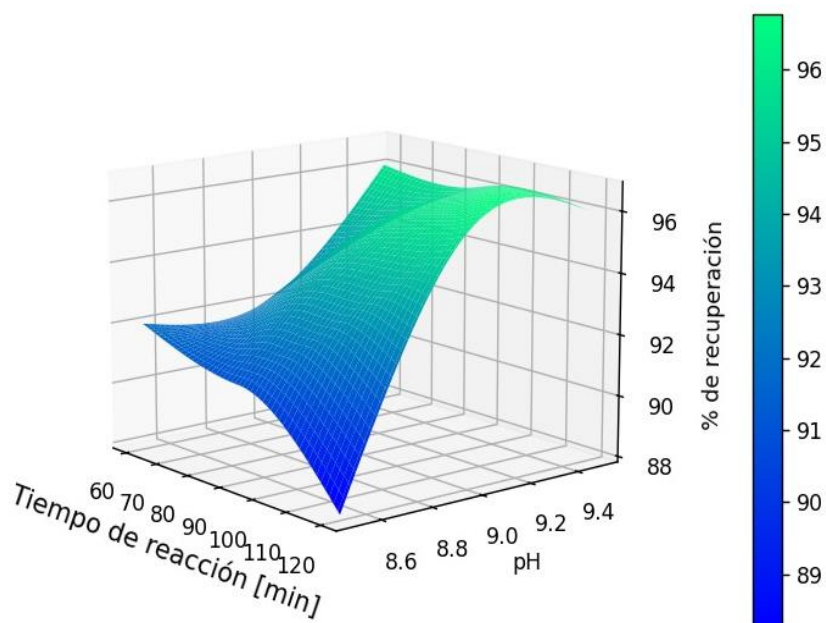
La figura 4 ilustra la superficie de respuesta, que permite visualizar la variación del porcentaje de recuperación en relación con el cambio de pH y tiempo de reacción. Se observó

OBTENCIÓN DE ESTRUVITA

una tendencia creciente en el porcentaje de recuperación con el incremento del pH para cualquier tiempo.

Figura 4

Superficie de respuesta del efecto del pH y tiempo reacción en el porcentaje de recuperación de fosfato



En la superficie de respuesta se identificó un punto óptimo a un pH de 9.5 durante 90 minutos, lo que indica que estas condiciones favorecieron un mayor porcentaje de recuperación. No obstante, el análisis de varianza no indicó diferencias significativas en el porcentaje de recuperación entre los 60 y 90 minutos a un pH de 9.5. Esto sugiere la posibilidad de trabajar con un pH de 9.5 durante 60 minutos y obtener un porcentaje de recuperación igual al de los 90 minutos.

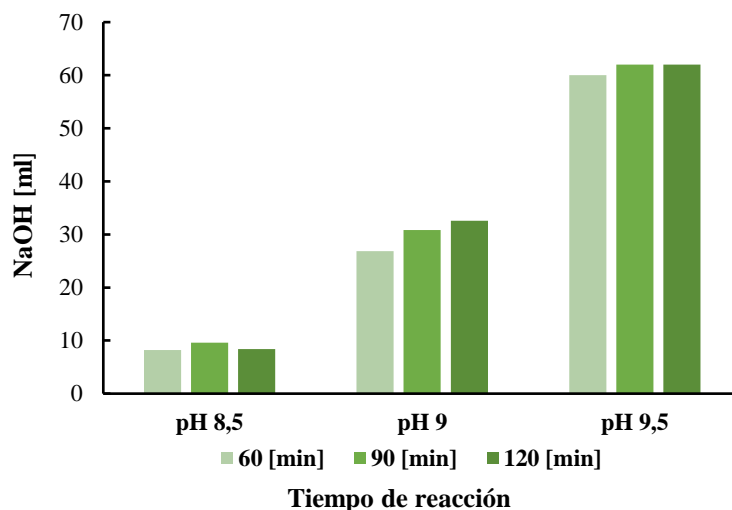
La formación de estruvita libera constantemente protones, lo que ocasiona que durante el proceso exista una disminución del pH (Liu et al., 2013). Por lo que se requiere de un control del pH durante todo el proceso para tener un control sobre la precipitación. En la figura 5 se

OBTENCIÓN DE ESTRUVITA

muestra el consumo de NaOH en cada experimento. En términos generales, se observó un aumento en el consumo de NaOH a medida que se incrementaba tanto el tiempo de reacción como el pH requerido. Por lo tanto, realizar la precipitación de estruvita a un pH de 9.5 implicó usar una cantidad seis veces mayor de NaOH, comparada con el proceso llevado a cabo a un pH de 8.5. Aunque el uso de NaOH como sustancia alcalina para elevar el pH puede no ser la opción más económica, desde una perspectiva ingenieril, es preferible en comparación con $\text{Ca}(\text{OH})_2$ y $\text{Mg}(\text{OH})_2$ debido a su facilidad de manejo (Muhmood et al., 2019); además, al agregar una fuente de magnesio o calcio externa se pueden generar precipitados no deseados, dificultando mantener relaciones molares deseadas durante el proceso. Dado que la diferencia de los porcentajes de recuperación entre pH 9.5 y 8.5 es solo de un 4% para un tiempo de reacción de 60 min, elevar el pH a este nivel puede no ser rentable considerando la cantidad adicional de sustancia alcalina requerida y la posible implementación de este proceso en mayor escala.

Figura 5

Consumo de NaOH en cada experimento



OBTENCIÓN DE ESTRUVITA

Por lo tanto, los resultados de la investigación indican que la recuperación de estruvita es más eficiente (técnico-económico) al mantener un pH de 8.5 durante 60 minutos. Debido a que a este pH se requiere un menor uso de NaOH, se reduce significativamente el costo asociado, obteniendo un porcentaje de recuperación del 92%.

4.3 Calidad del cristal precipitado

4.3.1 Difracción de Rayos X (DRX)

Los resultados de los análisis de DRX se procesaron usando *DIFFRAC.SUITE EVA*, que se implementó para el análisis cualitativo de la muestra sólida como se muestran en la Figura 7. El material analizado para cada una de las pruebas exhibe una estructura cristalina, que es similar a la estructura del mineral puro de estruvita, tal como se ilustra en la Figura 6. Esto sugiere que los cristales obtenidos durante el proceso de precipitación son principalmente cristales de estruvita.

Figura 6

DRX estruvita pura

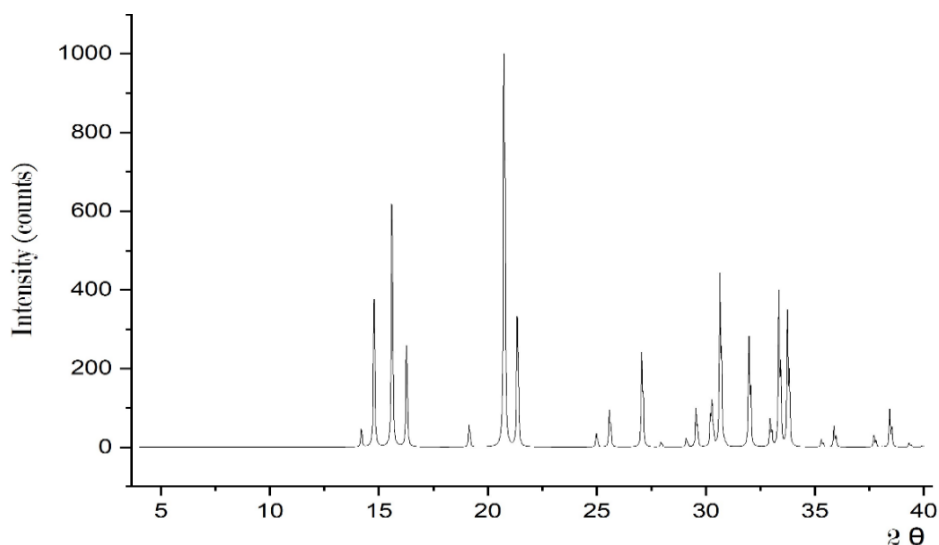
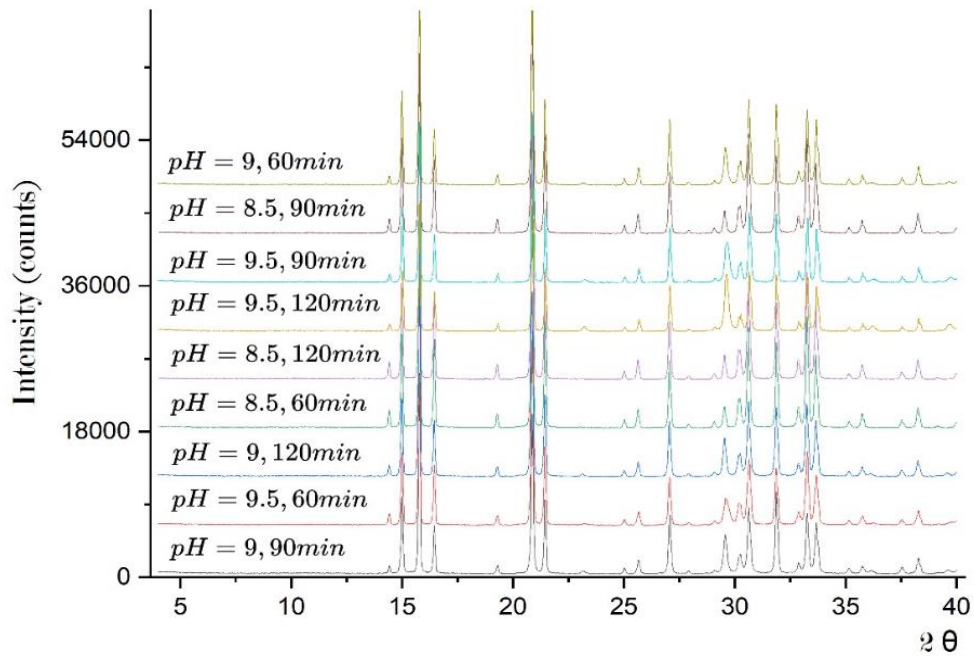


Figura 7*Análisis de muestras por DRX*

La cristalización de la estruvita se favorece en un rango de pH que oscila entre 8 y 11 (Kabdaşlı et al., 2009; Muhmood et al., 2019; Le Corre et al., 2009a), sin embargo, un pH elevado puede provocar la formación de precipitados distintos a la estruvita. Por ejemplo, a un rango de pH entre 9,0 a 10,5 se pueden formar hidroxapatita (HAP), carbonato de calcio (CaCO_3), dolomita ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$) y complejos de fosfato de magnesio según las características del residuo a usar (Li et al., 2019). La cuantificación de los cristales precipitados se examinó mediante el software *DIFFRAC.SUITE TOPAS*, para determinar la cantidad relativa de cada mineral presente en la muestra sólida, en la Tabla 8 se detalla el porcentaje de estruvita contenido en el sólido. se notó una disminución significativa en el porcentaje de estruvita de los cristales en pH superiores a 9, independientemente del tiempo de reacción. Este fenómeno sugiere la existencia de otros sólidos en los cristales precipitados. La presencia de otros sólidos en los cristales formados se debe a la variedad y concentración

OBTENCIÓN DE ESTRUVITA

de iones en los sistemas acuosos, así como al pH de la solución. Estos cristales pueden contener iones que se encuentran en la estruvita, pero en proporciones diferentes, o pueden formarse a partir de sustituciones de otros iones presentes en la solución (Tansel et al., 2018).

Esta disminución de pureza al usar un pH superior a 9, se atribuye a la presencia de los iones de calcio (Ca^{+2}), magnesio (Mg^{+2}) y carbonato (CO_3^{-2}) en la solución, que dieron como resultado la precipitación de dolomita ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$), según lo indicado por la cuantificación en el sólido, un mineral que emergió como factor determinante en este proceso. La relación directa entre el pH y la inhibición de la cristalización de estruvita ofrece una perspectiva clave sobre las variables involucradas.

Tabla 8

Porcentaje de estruvita en la muestra sólida, para cada cambio de pH y tiempo de reacción

pH	Tiempo de reacción		
	60 [min]	90 [min]	120 [min]
8,5	100%	100%	100%
9,0	94%	93%	95%
9,5	94%	87%	81%

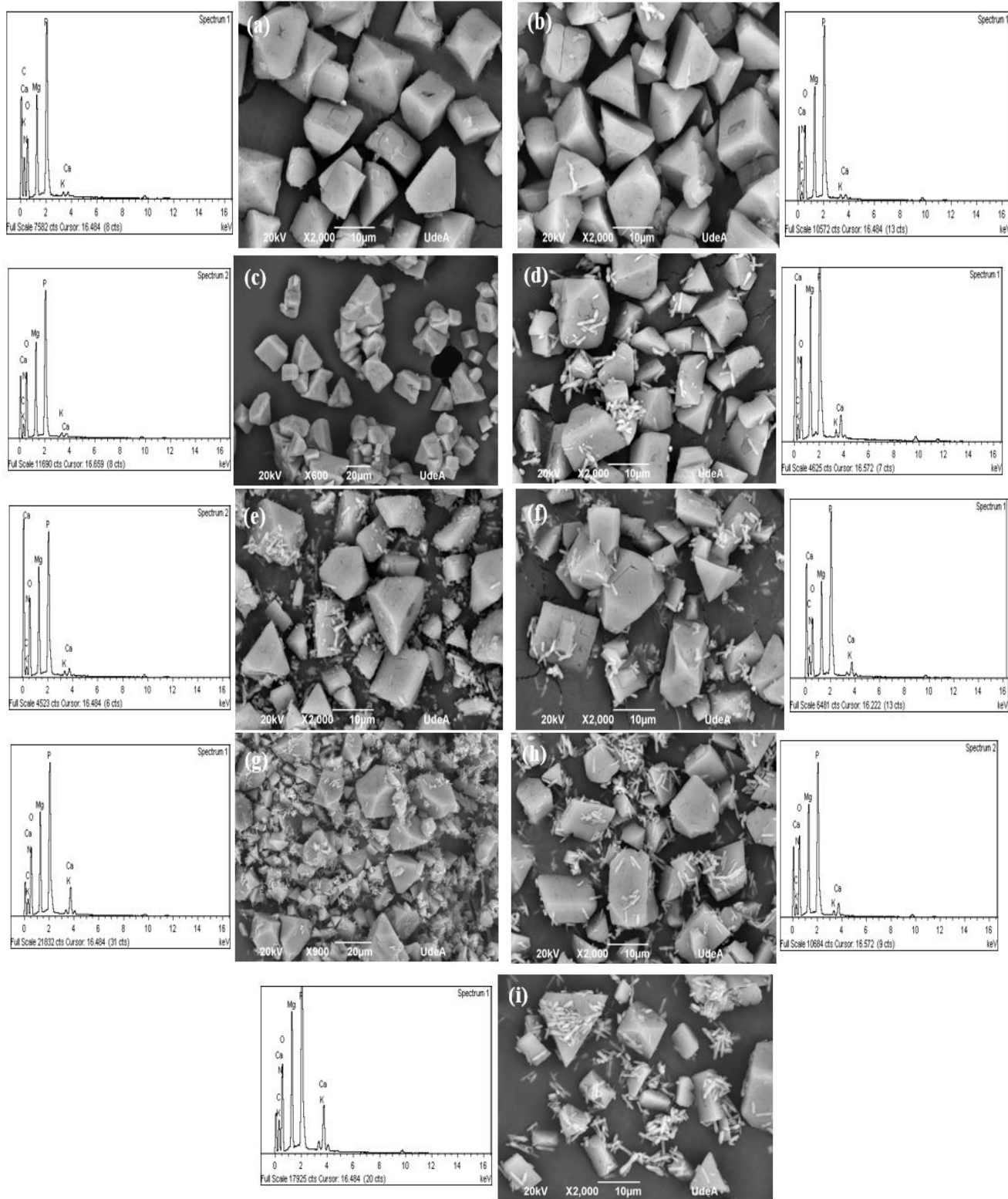
4.3.2 Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

La Figura 8 presentan las imágenes SEM y análisis EDS de los cristales de estruvita obtenidos variando el pH y el tiempo de reacción. Estos datos proporcionan una visión detallada de la morfología y composición del cristal en cada experimento.

Figura 8

Imágenes SEM y análisis EDS de los cristales precipitados

OBTENCIÓN DE ESTRUVITA



OBTENCIÓN DE ESTRUVITA

(a) pH 8.5, 60 min, (b) pH 8.5, 90 min, (c) pH 8.5, 120 min, (d) pH 9, 60 min, (e) pH 9, 90 min, (f) pH 9, 120 min, (g) pH 9.5, 60 min, (h) pH 9.5, 90 min, (i) pH 9.5, 120 min

Las imágenes obtenidas a través del estudio realizado de SEM mostraron variaciones tanto en la forma como en el tamaño de los cristales. Según Chauhan & Joshi (2013), la morfología y el proceso de crecimiento de los cristales de estruvita están fuertemente condicionados por los parámetros de crecimiento (pH, relación Mg:PO₄, velocidad de mezcla, presencia de impurezas y tiempo de reacción). Al variar dichos parámetros, se logró obtener cristales de estruvita con morfologías diversas, como se muestra en la Figura 8.

Mediante el análisis EDS se comprobó la presencia de elementos como Mg, P y O, elementos característicos de la estruvita. Sin embargo, también se detectó la presencia de Ca y C, los cuales se presentan en mayor proporción para las pruebas realizadas a pH iguales y superiores a 9, por ende pueden atribuirse a la presencia de CaMg(CO₃)₂ en el cristal, detectada anteriormente en el DRX.

Los resultados obtenidos confirman lo previsto en el análisis DRX. No obstante, se observan unos picos de baja intensidad de Ca y C para los pH de 8.5 indicando posible presencia de impureza, esto podría atribuirse a un porcentaje muy pequeño dado que el DRX no lo identificó.

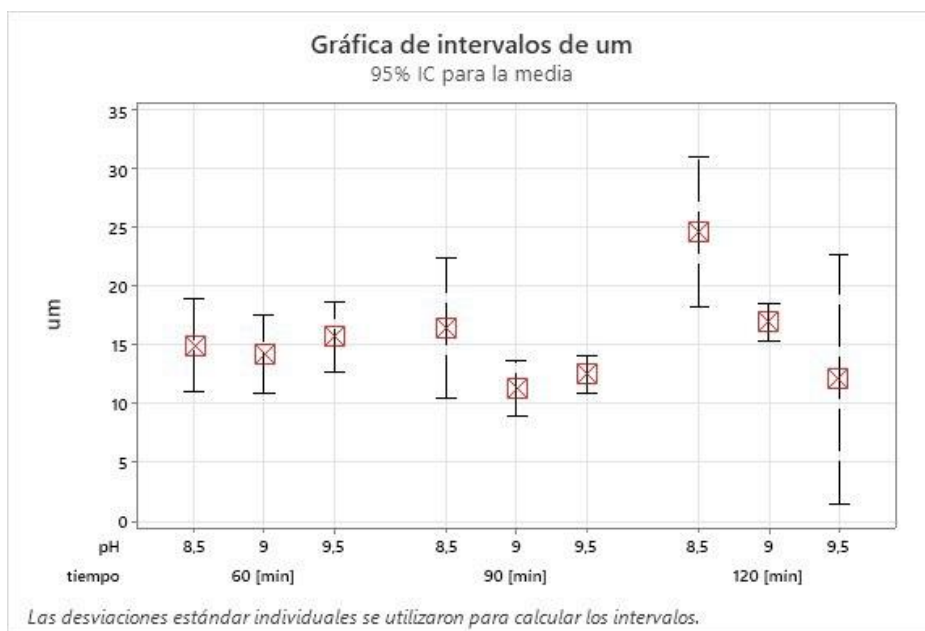
Se observó que los cristales grandes tienen adheridos un cristal amorfo (a excepción de los experimentos realizados a pH 8.5). Estos cristales adheridos mostraron una composición alta de Ca, C y un aumento en la de Mg, respecto a los cristales más grandes. Por lo anterior, se infiere que en la superficie del cristal de estruvita para pH de 9 y 9.5, se precipitó otro cristal que contiene Ca y Mg, lo que puede relacionarse con la formación de dolomita CaMg (CO₃)₂. Se ha demostrado que la presencia de iones Ca en solución tiene un impacto significativo en

OBTENCIÓN DE ESTRUVITA

la cristalización de la estruvita, afectando el tamaño, forma y pureza del producto recuperado (Le Corre et al., 2005).

Figura 9

Tamaños de partícula para cada experimento



La Figura 9 ilustra los tamaños obtenidos bajo las condiciones de pH (eje ordenada) y tiempos de reacción evaluadas (eje abscisa). El tiempo de reacción ($p = 0.001 < 0.05$) como el pH ($p = 0.000 < 0.05$) tuvieron un impacto significativo en el tamaño de los cristales. A lo largo de un período de 60 minutos, no se observaron cambios en el tamaño de los cristales para distintos pH. No obstante, en tiempos posteriores, se evidenció una leve disminución en el tamaño de los cristales cuando se trabajó bajo condiciones de pH 9 y 9.5. Al incrementar el tiempo de reacción y operar a un pH de 9 y 9.5, se observó una disminución en el porcentaje de estruvita contenido en el cristal (Tabla 8) indicando la presencia de impureza ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$). La presencia de dolomita, cuya formación está asociada con la presencia de

OBTENCIÓN DE ESTRUVITA

iones de Ca en la solución, inhibe el crecimiento de los cristales reduciendo su tamaño (Villegas et al., 2019.).

Trabajar a un pH de 8.5 se evidencia un aumento en el tamaño de los cristales a medida que aumenta el tiempo de redacción, obteniéndose en 120 min un promedio de cristales superior a los demás, alcanzando los 24 μm . Según Tarragó et al., 2016 un mayor tiempo de reacción aumenta el tamaño de los cristales, debido a que las partículas pequeñas podrían crecer con el tiempo y aumentar su tamaño. Además, en este pH no hay presencia de impureza generando una mayor oportunidad a la etapa de agregación de los cristales para crecer en tamaño. Esta etapa algo fundamental que determina el tamaño final de los cristales obtenidos.

Los resultados obtenidos indican que los tamaños de los cristales oscilan entre 14 μm y 23 μm . Estas observaciones coinciden con estudios previos, como el de Zhang et al., (2009) quienes reportaron un rango de tamaños de 15 μm a 3,5 mm. En este estudio, el tamaño máximo de cristal ajustando el pH a 8.5 y manteniendo un tiempo de reacción de 60 minutos, fue de 19 μm . Sin embargo, bajo estas condiciones se aprecia variabilidad en los tamaños de las partículas entre 13 μm y 19 μm .

La aplicación de cristales de estruvita con un tamaño inferior a $<112 \mu\text{m}$ para la fertilización puede resultar en una absorción más rápida de nitrógeno por parte de las plantas, lo que potencialmente podría aumentar el riesgo de lixiviación de nitrógeno en el suelo (Rahman et al., 2014). Estos hallazgos subrayan la importancia de desarrollar un plan de fertilización que considere cuidadosamente el tamaño de partícula adecuado, con el fin de lograr un equilibrio óptimo entre la eficiencia de fertilización y la reducción del impacto ambiental.

OBTENCIÓN DE ESTRUVITA

En la figura 10 se presentan la estruvita obtenida, recién filtrada y secada al ambiente. Presenta un color opaco, posiblemente por las impurezas presentes en el digerido. Además, se observa un aspecto brillante, atribuible a su estructura cristalina.

Figura 10

Estruvita precipitada



Conclusiones

El digerido de estiércol porcino, obtenido mediante la digestión anaerobia en clima frío, se destacó como una fuente valiosa para la precipitación de estruvita por su contenido de fosfato ($\text{PO}_4^{3-}\text{-P}$), pero no clasificó como fertilizante debido a su bajo contenido de nutrientes y la presencia de patógenos.

Las condiciones favorables para la precipitación de estruvita se obtuvieron a un pH de 8.5 y un tiempo de reacción de 60 minutos, logrando una alta eficiencia en el proceso y un equilibrio económico, considerando el consumo de reactivo (NaOH) y la recuperación de fosfato.

Bajo un pH de 8.5, se logró obtener cristales de estruvita con una pureza del 100%, independientemente del tiempo de reacción. Sin embargo, al utilizar un pH igual o superior a 9, se observó la presencia de impurezas, como dolomita, y una disminución en el tamaño de los cristales. Bajo las condiciones favorables, los cristales obtenidos mostraron un tamaño entre 13 y 19 μm .

OBTENCIÓN DE ESTRUVITA

Recomendaciones

Con el fin de mejorar y aumentar tanto la eficiencia como la economía del proceso de precipitación de estruvita, se recomienda:

- La implementación de un sistema eficiente de filtración para los cristales al concluir el proceso.
- Utilizar un material para el reactor en escala real de precipitación que evite la adherencia de los cristales de estruvita en las paredes de este, reduciendo las pérdidas y mejorando la eficiencia general del proceso.
- Realizar un análisis de la relación de alimentación $Mg^{2+}:PO_4^3$, $Mg^{2+}:Ca$ para controlar la precipitación de impurezas.
- Explorar fuentes alternativas de magnesio que conserven porcentajes de recuperación y tiempos de reacción similares a los del dicloruro de magnesio utilizado en este proceso. Estas podrían ser lodos de depuradoras ricas en magnesio, residuos de la industria de cerámica, residuos de industria alimentaria de frutas, residuos de la industria de neumático, entre otras posibles alternativas más.

Referencias bibliográficas

- Adnan, A., Mavinic, D. S., & Koch, F. A. (2003). Pilot-scale study of phosphorus recovery through struvite crystallization – examining the process feasibility. *Journal of Environmental Engineering and Science*, 2(5), 315–324. <https://doi.org/10.1139/s03-040>
- APHA (2017). *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater* (23rd ed.). Washington DC: American Public Health Association.
- Alburquerque, J. A., de la Fuente, C., Ferrer-Costa, A., Carrasco, L., Cegarra, J., Abad, M., & Bernal, M. P. (2012a). Assessment of the fertiliser potential of digestates from farm and agroindustrial residues. *Biomass and Bioenergy*, 40, 181–189. <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2012.02.018>
- Alburquerque, J. A., de la Fuente, C., Ferrer-Costa, A., Carrasco, L., Cegarra, J., Abad, M., & Bernal, M. P. (2012b). Assessment of the fertiliser potential of digestates from farm and agroindustrial residues. *Biomass and Bioenergy*, 40, 181–189. <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2012.02.018>
- Castro, L. D. P., Vecino-Gutierrez, K. P., Díaz-Moyano, L. J., Jaimes-Estévez, J., & Escalante-Hernández, H. (2018). Lighting the anaerobic digestion process in rural areas: obtainment of struvite from bovine manure digestate. *Revista Colombiana de Biotecnología*, 20(2), 78–88. <https://doi.org/10.15446/rev.colomb.biote.v20n2.71184>
- Chauhan, C. K., & Joshi, M. J. (2013). In vitro crystallization, characterization and growth-inhibition study of urinary type struvite crystals. *Journal of Crystal Growth*, 362(1), 330–337. <https://doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2011.11.008>
- Clark Melanie, & Mason Jon. (2006). *Water-Quality Characteristics, Including Sodium-Adsorption Ratios, for Four Sites in the Powder River Drainage Basin, Wyoming and Montana, Water Years 2001-2004*.
- Cordell, D., Drangert, J. O., & White, S. (2009). The story of phosphorus: Global food security and food for thought. *Global Environmental Change*, 19(2), 292–305. <https://doi.org/10.1016/j.gloenvcha.2008.10.009>
- Cornel, P., & Schaum, C. (2009). Phosphorus recovery from wastewater: Needs, technologies and costs. *Water Science and Technology*, 59(6), 1069–1076. <https://doi.org/10.2166/wst.2009.045>
- Corona, F., Hidalgo, D., Martín-Marroquín, J. M., & Meers, E. (2021). Study of pig manure digestate pre-treatment for subsequent valorisation by struvite. *Environmental Science and Pollution Research*, 28(19), 24731–24743. <https://doi.org/10.1007/s11356-020-10918-6>
- Cucina, M., Castro, L., Escalante, H., Ferrer, I., & Garfí, M. (2021a). Benefits and risks of agricultural reuse of digestates from plastic tubular digesters in Colombia. *Waste Management*, 135, 220–228. <https://doi.org/10.1016/J.WASMAN.2021.09.003>
- Cucina, M., Castro, L., Escalante, H., Ferrer, I., & Garfí, M. (2021b). Benefits and risks of agricultural reuse of digestates from plastic tubular digesters in Colombia. *Waste Management*, 135, 220–228. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2021.09.003>
- Cucina, M., Tacconi, C., Ricci, A., Pezzolla, D., Sordi, S., Zadra, C., & Gigliotti, G. (2018). Evaluation of benefits and risks associated with the agricultural use of organic wastes of pharmaceutical origin.

OBTENCIÓN DE ESTRUVITA

Science of the Total Environment, 613–614, 773–782.

<https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2017.09.154>

Doyle, J. D., & Parsons, S. A. (2002). Struvite formation, control and recovery. In *Water Research* (Vol. 36).

Emino, E. R., & Warman, P. R. (2004). Biological assay for compost quality. *Compost Science and Utilization*, 12(4), 342–348. <https://doi.org/10.1080/1065657X.2004.10702203>

Etter, B., Tilley, E., Khadka, R., & Udert, K. M. (2011). Low-cost struvite production using source-separated urine in Nepal. *Water Research*, 45(2), 852–862. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2010.10.007>

Garfí, M., Ferrer-Martí, L., Villegas, V., & Ferrer, I. (2011). Psychrophilic anaerobic digestion of guinea pig manure in low-cost tubular digesters at high altitude. *Bioresource Technology*, 102(10), 6356–6359. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2011.03.004>

Garg, R. N., Pathak, H., Das, D. K., & Tomar, R. K. (2005). Use of flyash and biogas slurry for improving wheat yield and physical properties of soil. *Environmental Monitoring and Assessment*, 107(1–3), 1–9. <https://doi.org/10.1007/s10661-005-2021-x>

González Morales, C., Camargo-Valero, M. A., Molina Pérez, F. J., & Fernández, B. (2019a). Effect of the stirring speed on the struvite formation using the centrate from a WWTP. *Revista Facultad de Ingeniería*, 92, 42–50. <https://doi.org/10.17533/udea.redin.20190518>

González Morales, C., Camargo-Valero, M. A., Molina Pérez, F. J., & Fernández, B. (2019b). Effect of the stirring speed on the struvite formation using the centrate from a WWTP. *Revista Facultad de Ingeniería*, 92, 42–50. <https://doi.org/10.17533/udea.redin.20190518>

Holliger, C., Alves, M., Andrade, D., Angelidaki, I., Astals, S., Baier, U., Bougrier, C., Buffière, P., Carballa, M., De Wilde, V., Ebertseder, F., Fernández, B., Ficara, E., Fotidis, I., Frigon, J. C., De Lacroix, H. F., Ghasimi, D. S. M., Hack, G., Hartel, M., ... Wierinck, I. (2016). Towards a standardization of biomethane potential tests. *Water Science and Technology*, 74(11), 2515–2522. <https://doi.org/10.2166/wst.2016.336>

Juanpera, M., Ferrer-Martí, L., Díez-Montero, Ferrer, I., Castro L, Escalante H, & Garfí, M. (2022). *A robust multicriteria analysis for the post-treatment of digestate from low-tech digesters. Boosting the circular bioeconomy of small-scale farms in Colombia.*

Kabdaşlı, I., Tunay, O., & Özcan, P. (2009). Application of struvite precipitation coupled with biological treatment to slaughterhouse wastewaters. *Environmental Technology*, 30(10), 1095–1101. <https://doi.org/10.1080/09593330903136856>

Krishnamoorthy, N., Dey, B., Unpaprom, Y., Ramaraj, R., Maniam, G. P., Govindan, N., Jayaraman, S., Arunachalam, T., & Paramasivan, B. (2021a). Engineering principles and process designs for phosphorus recovery as struvite: A comprehensive review. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 9(5), 105579. <https://doi.org/10.1016/J.JECE.2021.105579>

Krishnamoorthy, N., Dey, B., Unpaprom, Y., Ramaraj, R., Maniam, G. P., Govindan, N., Jayaraman, S., Arunachalam, T., & Paramasivan, B. (2021b). Engineering principles and process designs for phosphorus recovery as struvite: A comprehensive review. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 9(5). <https://doi.org/10.1016/j.jece.2021.105579>

OBTENCIÓN DE ESTRUVITA

- Latifian, M., Liu, J., & Mattiassona, B. (2012). Struvite-based fertilizer and its physical and chemical properties. *Environmental Technology (United Kingdom)*, 33(24), 2691–2697. <https://doi.org/10.1080/09593330.2012.676073>
- Le Corre, K. S., Valsami-Jones, E., Hobbs, P., & Parsons, S. A. (2005). Impact of calcium on struvite crystal size, shape and purity. *Journal of Crystal Growth*, 283(3–4), 514–522. <https://doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2005.06.012>
- Le Corre, K. S., Valsami-Jones, E., Hobbs, P., & Parsons, S. A. (2009a). Phosphorus recovery from wastewater by struvite crystallization: A review. In *Critical Reviews in Environmental Science and Technology* (Vol. 39, Issue 6, pp. 433–477). <https://doi.org/10.1080/10643380701640573>
- Le Corre, K. S., Valsami-Jones, E., Hobbs, P., & Parsons, S. A. (2009b). Phosphorus recovery from wastewater by struvite crystallization: A review. In *Critical Reviews in Environmental Science and Technology* (Vol. 39, Issue 6, pp. 433–477). <https://doi.org/10.1080/10643380701640573>
- Lee, S. H., Yoo, B. H., Kim, S. K., Lim, S. J., Kim, J. Y., & Kim, T. H. (2013). Enhancement of struvite purity by re-dissolution of calcium ions in synthetic wastewaters. *Journal of Hazardous Materials*, 261, 29–37. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2013.06.072>
- Li, B., Boiarkina, I., Yu, W., Huang, H. M., Munir, T., Wang, G. Q., & Young, B. R. (2019). Phosphorous recovery through struvite crystallization: Challenges for future design. In *Science of the Total Environment* (Vol. 648, pp. 1244–1256). Elsevier B.V. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2018.07.166>
- Liu, Y., Kumar, S., Kwag, J. H., & Ra, C. (2013). Magnesium ammonium phosphate formation, recovery and its application as valuable resources: A review. In *Journal of Chemical Technology and Biotechnology* (Vol. 88, Issue 2, pp. 181–189). <https://doi.org/10.1002/jctb.3936>
- Mendez Ana María. (2017). *ESCUELA TÉCNICA SUPERIOR DE INGENIEROS DE MINAS Y ENERGÍA PROYECTO FIN DE CARRERA.*
- Muhmood, A., Lu, J., Dong, R., & Wu, S. (2019). Formation of struvite from agricultural wastewaters and its reuse on farmlands: Status and hindrances to closing the nutrient loop. In *Journal of Environmental Management* (Vol. 230, pp. 1–13). Academic Press. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2018.09.030>
- Piadeh, F., Offie, I., Behzadian, K., Rizzuto, J. P., Bywater, A., Córdoba-Pachón, J. R., & Walker, M. (2024). A critical review for the impact of anaerobic digestion on the sustainable development goals. In *Journal of Environmental Management* (Vol. 349). Academic Press. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2023.119458>
- Rahman, M. M., Salleh, M. A. M., Rashid, U., Ahsan, A., Hossain, M. M., & Ra, C. S. (2014). Production of slow release crystal fertilizer from wastewaters through struvite crystallization - A review. *Arabian Journal of Chemistry*, 7(1), 139–155. <https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2013.10.007>
- Romero-Güiza, M. S., Astals, S., Mata-Alvarez, J., & Chimenos, J. M. (2015). Feasibility of coupling anaerobic digestion and struvite precipitation in the same reactor: Evaluation of different magnesium sources. *Chemical Engineering Journal*, 270, 542–548. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2015.02.057>

OBTENCIÓN DE ESTRUVITA

- Taddeo, R., Kolppo, K., & Lepistö, R. (2016). Sustainable nutrients recovery and recycling by optimizing the chemical addition sequence for struvite precipitation from raw swine slurries. *Journal of Environmental Management*, 180, 52–58. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2016.05.009>
- Tambone, F., Orzi, V., D'Imporzano, G., & Adani, F. (2017). Solid and liquid fractionation of digestate: Mass balance, chemical characterization, and agronomic and environmental value. *Bioresource Technology*, 243, 1251–1256. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2017.07.130>
- Tansel, B., Lunn, G., & Monje, O. (2018). Struvite formation and decomposition characteristics for ammonia and phosphorus recovery: A review of magnesium-ammonia-phosphate interactions. In *Chemosphere* (Vol. 194, pp. 504–514). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2017.12.004>
- Tiquia, S. M. (2010). Reduction of compost phytotoxicity during the process of decomposition. *Chemosphere*, 79(5), 506–512. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2010.02.040>
- Villegas, R., Cotutor, S., Roberto, :, & Ruiz, G. (2019.). *Autora: Irene Jiménez García*.
- Wang, J., Ye, X., Zhang, Z., Ye, Z. L., & Chen, S. (2018). Selection of cost-effective magnesium sources for fluidized struvite crystallization. *Journal of Environmental Sciences (China)*, 70, 144–153. <https://doi.org/10.1016/j.jes.2017.11.029>
- Wilsenach, J. A., Schuurbijs, C. A. H., & van Loosdrecht, M. C. M. (2007). Phosphate and potassium recovery from source separated urine through struvite precipitation. *Water Research*, 41(2), 458–466. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2006.10.014>
- Yuan, Z., Jiang, S., Sheng, H., Liu, X., Hua, H., Liu, X., & Zhang, Y. (2018). Human Perturbation of the Global Phosphorus Cycle: Changes and Consequences. In *Environmental Science and Technology* (Vol. 52, Issue 5, pp. 2438–2450). American Chemical Society. <https://doi.org/10.1021/acs.est.7b03910>
- Zhang, T., Ding, L., Ren, H., & Xiong, X. (2009). Ammonium nitrogen removal from coking wastewater by chemical precipitation recycle technology. *Water Research*, 43(20), 5209–5215. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2009.08.054>