



UNIVERSIDAD DE CHILE
FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS Y FARMACÉUTICAS
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA INORGÁNICA Y ANALÍTICA
LABORATORIO DE QUÍMICA AMBIENTAL

“EXTRACTABILIDAD DE METALES TRAZA EN SUELOS AGRÍCOLAS ENMENDADOS CON BIOSÓLIDOS”

Memoria para Optar al Título de Químico

Profesor Patrocinante:

Prof. Asoc. Inés Ahumada T.
Departamento de Química
Inorgánica y Analítica

Director de Tesis:

Prof. Asoc. Inés Ahumada T.

ADOLFO ANDRÉS MARICÁN RIQUELME

Santiago – Chile

2006

***“La vida tiene una forma graciosa de molestar
Cuando crees que todo esta saliendo bien, y todo esta
saliendo perfecto.
La vida tiene una forma graciosa de ayudarte
Cuando uno cree que todo esta yendo mal, y todo
termina destruyéndose en tu cara”***

Alanis Morissette, Ironic

AGRADECIMIENTOS

Al financiamiento otorgado por el Proyecto FONDECYT N° 1050288, sin el que este trabajo no habría sido posible.

Les agradezco de todo corazón a mis padres, Dominga Riquelme y Mariano Maricán, por su ejemplo y los valores que me han inculcado desde siempre. En especial, agradecerle a mi madre, por su esfuerzo, y por su apoyo constante, tanto en mi vida, como a lo largo de mi carrera.

A Sandra, mi novia y compañera en la vida, que desde hace más de 5 años, es mi cómplice, y me ha dado su amor, paciencia, apoyo y entrega.

A mi profesora, Sra. Inés Ahumada, por acogerme en su laboratorio a partir del verano de 2004, cuando llegué a su puerta buscando satisfacer algunas inquietudes de química analítica y de trabajo en laboratorio. Por su calidez, disposición, preocupación, confianza y por su aporte profesional.

A mis compañeros de carrera, por darme la oportunidad de crecer juntos, y que más que convertir nuestra estadía en la Universidad en una mera competencia, hayamos sabido apuntar en la misma dirección, para conseguir el mismo fin. Si bien algunos quedaron en el camino, la mayoría aún están. Nunca olvidaré esas eternas noches de estudio, el “pasar de largo” para una prueba y las fotocopias de la materia a última hora. A Leonardo, por su apoyo y amistad. A Marcela, mi “*pequeña*” gran compañera, por su amistad, y por haberme hablado de su unidad de investigación en suelos, por allá por el 2003, y despertar en mí, la curiosidad por todo este tema.

A Julio, de la biblioteca, por su gran disposición a la hora de prestar libros, y que aún no logro entender como hace para prestarnos ese libro que es indispensable para la prueba, aunque esté ultra pedido.

Finalmente, agradecer a mis amigos Loreto, Paula, Poly y Mario, por los momentos compartidos en el día a día, por hacerlos más gratos, por el sólo hecho de ser como son.

RESUMEN

Una de las formas de disposición de biosólidos generados en las plantas de tratamiento de aguas servidas es su aplicación en suelos agrícolas. Sin embargo, esto involucra algunos problemas, como la acumulación de los metales pesados, el incremento de la materia orgánica y de otros componentes del biosólido, pudiendo cambiar la distribución y movilidad de los metales pesados, modificando su disponibilidad, que dependerá del tipo de suelo, de las propiedades físicas y químicas tanto del biosólido como del suelo y del tipo de cultivo. Si bien existe una vasta experiencia extranjera en el tema, es conveniente como país productor de una amplia gama de productos agrícolas de exportación, realizar estudios preliminares con suelos locales. El propósito de este estudio fue determinar el efecto de la aplicación de biosólidos en la distribución y disponibilidad de los siguientes metales pesados: Cr, Cu, Ni, Pb y Zn en suelos agrícolas de la Región Metropolitana. Se muestrearon cuatro suelos de orden Mollisol diferentes (CB, EM, LP y M). Estos fueron tratados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de biosólido, además de utilizar suelo sin tratar, como control, e incubados a 25°C en condiciones de humedad de campo por 60 días. Los biosólidos utilizados (BET2004 y BET2005) fueron obtenidos de una de las plantas de tratamiento de aguas servidas de Santiago. Fueron muestreados en el monorrelleno en épocas diferentes del año. Los suelos, biosólidos y mezclas suelo-biosólido fueron caracterizados a través del pH, contenido de materia orgánica, capacidad de intercambio catiónico (CIC) y contenido total de metales pesados.

Los metales traza de los suelos control y tratados con las respectivas dosis de biosólido, fueron extraídos secuencialmente antes y después de la incubación. Se utilizó la metodología propuesta por "The European Community Bureau of Reference" (BCR) de cuatro etapas de manera de obtener las fracciones soluble en ácidos (metal unido a carbonatos), reducible (metal asociado a óxidos de manganeso y hierro), oxidable (metal asociado a materia orgánica) y residual. La

determinación de los metales se realizó por Espectroscopía de Absorción Atómica (EAA) con llama.

La aplicación de biosólido generalmente incrementó el contenido total de los metales, principalmente significativo para Zn y Cu. La dosis de biosólido y el tiempo de incubación sólo afectaron la distribución de Zn y Cu, principalmente de Zn. Un diseño factorial a dos niveles fue usado para evaluar los efectos: dosis del biosólido aplicado y tiempo de incubación en la disponibilidad de estos metales. Las variables consideradas son influenciadas dependiendo del metal y tipo de suelo. Se encontró, principalmente en el caso del Zn, un incremento de las formas solubles en ácidos, y reducibles debido a la aplicación de biosólidos y tiempo de incubación, en el caso del tratamiento con BET2004, y sólo debido al tiempo de incubación, en los suelos tratados con BET2005.

TRACE METALS EXTRACTABILITY IN BIOSOLIDS-AMENDED AGRICULTURAL SOILS

SUMMARY

One way of disposal of biosolids generated at wastewater treatment plants is their application to agricultural soils. This, however, involves some problems such as heavy-metal accumulation, increase in organic matter and other biosolid components, which may change heavy metal distribution and mobility, thus modifying heavy metal availability, depending on the type of soil, the chemical and physical properties of both biosolid and soil, and type of cultivation. Even though there is vast foreign experience on the subject, our country role as producers of a wide variety of agricultural products for exportation makes it necessary to carry out preliminary studies with local soils. The purpose of this study was to determine the effect of biosolid application on the distribution and availability of the following heavy metals: Cr, Cu, Ni, Pb, and Zn in agricultural soils of the Metropolitan Region. Four different soils of the Mollisol order were sampled (CB, EM, LP, and M). These were treated with 15 and 30 Mg·ha⁻¹ biosolid, incubated at 25°C for 60 days under conditions of field humidity, using untreated soil as a control. The biosolids (BET2004 and BET2005) were obtained from one of the Santiago wastewater treatment plants. Sampling was done at the monofill at different times of the year.

Soils, biosolids, and soil-biosolid mixtures were characterized through pH, organic matter content, cation exchange capacity (CEC) and total content of heavy metals. Trace metals in the control soils treated with the respective biosolid rate were sequentially extracted before and after incubation. The four-step methodology proposed by “The European Community Bureau of Reference” (BCR) so as to obtain the soluble-in-acid (metal bound to carbonates), reducible (metal associated to manganese and iron oxides), oxidizable (metal associated to organic matter) and residual fractions. Metal determination was carried out through Flame Atomic Absorption Spectroscopy (FAAS).

Biosolid application produced in general an increase in metal total content, especially Zn and Cu. Biosolid rate and incubation time only affected Zn and Cu distribution, mainly Zn. A two-level factorial design was used to assess the effect of biosolid rate and incubation time on the availability of these metals. The variables in consideration are affected depending on the metal and soil type. An increase was found, especially in the case of Zn, of the soluble-in-acid and reducible forms, as a result of biosolid application and incubation time in the case of treatment with BET2004, and only incubation time in soils treated with BET2005.

ÍNDICE GENERAL DE CONTENIDOS.

| | | |
|-------|---|----|
| I. | INTRODUCCIÓN | 1 |
| II. | OBJETIVOS..... | 5 |
| 2.1 | Objetivos Generales..... | 5 |
| 2.2 | Objetivos Específicos..... | 5 |
| III. | MATERIALES Y MÉTODOS..... | 6 |
| 3.1 | Descripción de las Muestras | 6 |
| 3.1.1 | Suelo | 6 |
| 3.1.2 | Biosólido..... | 7 |
| 3.1.3 | Ensayo de Incubación | 7 |
| 3.2 | Caracterización general de los suelos y biosólidos..... | 9 |
| 3.2.1 | Determinación de humedad | 9 |
| 3.2.2 | Determinación de pH..... | 9 |
| 3.2.3 | Determinación de la materia orgánica (MO)..... | 10 |
| 3.2.4 | Determinación de la capacidad de intercambio catiónico (CIC) | 10 |
| 3.3 | Determinación de Cr, Cu, Ni, Pb y Zn en las muestras de suelos, biosólidos y mezclas suelo-biosólido | 10 |
| 3.3.1 | Procedimiento para la determinación de Cromo, Cobre, Níquel, Plomo y Cinc total. | 10 |
| 3.3.2 | Procedimiento de Extracción Secuencial de Cromo, Cobre, Níquel, Plomo y Cinc. | 11 |
| 3.4 | Análisis estadístico..... | 13 |
| IV. | ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS | 14 |
| 4.1 | Caracterización de los suelos y biosólidos..... | 14 |
| 4.2 | Efecto de la aplicación de biosólidos sobre el contenido total de metales pesados. | 15 |
| 4.3 | Validación del Método de Extracción Secuencial BCR | 19 |
| 4.4 | Extracción secuencial BCR aplicada a los biosólidos. | 22 |
| 4.5 | Efecto de la aplicación de biosólidos sobre la distribución de las formas químicas de Cr, Cu, Ni, Pb y Zn. | 23 |
| 4.5.1 | Cromo..... | 23 |
| 4.5.2 | Cobre..... | 26 |
| 4.5.3 | Níquel..... | 30 |
| 4.5.4 | Plomo | 33 |
| 4.5.5 | Cinc | 35 |
| 4.6 | Efecto del tiempo de incubación y de la aplicación de biosólidos sobre la distribución de las formas químicas de Cu y Zn. | 39 |
| 4.6.1 | Cobre..... | 39 |

| | | |
|-------|---|----|
| 4.6.2 | Cinc | 43 |
| 4.6.3 | Influencia del tiempo de incubación y de la aplicación de biosólidos sobre la disponibilidad de Cu y Zn. | 47 |
| V. | CONCLUSIONES | 50 |
| VI. | BIBLIOGRAFIA..... | 52 |
| VII. | ANEXOS..... | 56 |

INDICE DE TABLAS

| | |
|--|----|
| Tabla 1.1 – Concentraciones máximas de metales pesados y metaloides en lodos de aplicación benéfica..... | 3 |
| Tabla 1.2 – Contenidos máximos de metales pesados y metaloides en suelos agrícolas, antes de una aplicación benéfica de lodos..... | 3 |
| Tabla 3.1 - Clasificación de los suelos..... | 6 |
| Tabla 3.2 – Etapas de fraccionamiento secuencial BCR para Cr, Cu, Ni, Pb y Zn | 12 |
| Tabla 4.1 – Características generales de los suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha ⁻¹ de biosólidos BET2004 y BET2005..... | 14 |
| Tabla 4.2 – Características generales de los biosólidos..... | 15 |
| Tabla 4.3 – Análisis estadístico, para Cd, Cr, Cu, Ni, Pb y Zn, usando el procedimiento de Diferencias Honestamente Significativas de Tukey (Tukey HSD)..... | 21 |
| Tabla 4.4 – Extracción secuencial BCR aplicada a los biosólidos BET2004 y BET2005..... | 22 |
| Tabla 4.5 – Influencia de la aplicación de biosólido BET2004 sobre la concentración de Cr en los suelos..... | 25 |
| Tabla 4.6 – Influencia de la aplicación de biosólido BET2005 sobre la concentración de Cr en los suelos..... | 25 |
| Tabla 4.7 – Influencia de la aplicación de biosólido BET2004 sobre la concentración de Cu en los suelos..... | 28 |
| Tabla 4.8 – Influencia de la aplicación de biosólido BET2005 sobre la concentración de Cu en los suelos..... | 28 |
| Tabla 4.9 – Influencia de la aplicación de biosólido BET2004 sobre la concentración de Ni en los suelos..... | 31 |
| Tabla 4.10 – Influencia de la aplicación de biosólido BET2005 sobre la concentración de Ni en los suelos..... | 32 |
| Tabla 4.11 – Influencia de la aplicación de biosólido BET2004 sobre la concentración de Pb en los suelos..... | 34 |
| Tabla 4.12 – Influencia de la aplicación de biosólido BET2005 sobre la concentración de Pb en los suelos..... | 35 |
| Tabla 4.13 – Influencia de la aplicación de biosólido BET2004 sobre la concentración de Zn en los suelos..... | 38 |
| Tabla 4.14 – Influencia de la aplicación de biosólido BET2005 sobre la concentración de Zn en los suelos..... | 38 |

| | |
|--|----|
| Tabla 4.15 – Influencia del tiempo de incubación y dosis del biosólido (15 y 30 Mg·ha ⁻¹) BET2004 sobre el fraccionamiento de Cu. | 41 |
| Tabla 4.16 – Influencia del tiempo de incubación y dosis del biosólido (15 y 30 Mg·ha ⁻¹) BET2005 sobre el fraccionamiento de Cu. | 42 |
| Tabla 4.17 – Influencia del tiempo de incubación y dosis del biosólido (15 y 30 Mg·ha ⁻¹) BET2004 sobre el fraccionamiento de Zn..... | 45 |
| Tabla 4.18 – Influencia del tiempo de incubación y dosis del biosólido (15 y 30 Mg·ha ⁻¹) BET2005 sobre el fraccionamiento de Zn..... | 46 |
| Tabla 7.1 – Determinación de densidad aparente en los suelos. | 56 |
| Tabla 7.2 – Determinación de humedad del biosólido..... | 56 |
| Tabla 7.3 – Determinación de humedad de campo en los suelos control..... | 56 |
| Tabla 7.4 – Determinación de Masa de Suelo / ha de terreno..... | 56 |
| Tabla 7.5 – Material para Fraccionamiento | 57 |
| Tabla 7.6 – Determinación de la masa de agua necesaria para que los suelos en incubación alcance las condiciones de campo. | 57 |
| Tabla 7.7 – Contenido total de Cr, Cu, Ni, Pb y Zn, en suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha ⁻¹ de BET2004, y de BET2004, propiamente tal. | 58 |
| Tabla 7.8 – Contenido total de Cr, Cu, Ni, Pb y Zn, en suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha ⁻¹ de BET2005, y de BET2005, propiamente tal. | 58 |
| Tabla 7.9 – Extracción secuencial BCR de Cr, aplicada a los suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha ⁻¹ de BET2004, y BET2004, sin incubar. | 59 |
| Tabla 7.10 – Extracción secuencial BCR de Cr, aplicada a los suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha ⁻¹ de BET2004, incubados por 60 días en condiciones de humedad de campo, a 25°C..... | 59 |
| Tabla 7.11 – Extracción secuencial BCR de Cr, aplicada a los suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha ⁻¹ de BET2005, y BET2005, sin incubar. | 60 |
| Tabla 7.12 – Extracción secuencial BCR de Cr, aplicada a los suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha ⁻¹ de BET2005, incubados por 60 días en condiciones de humedad de campo, a 25°C..... | 60 |
| Tabla 7.13 – Extracción secuencial BCR de Cu, aplicada a los suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha ⁻¹ de BET2004, y BET2004, sin incubar. | 61 |
| Tabla 7.14 – Extracción secuencial BCR de Cu, aplicada a los suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha ⁻¹ de BET2004, incubados por 60 días en condiciones de humedad de campo, a 25°C..... | 61 |

| | |
|--|----|
| Tabla 7.15 – Extracción secuencial BCR de Cu, aplicada a los suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha ⁻¹ de BET2005, y BET2005, sin incubar. | 62 |
| Tabla 7.16 – Extracción secuencial BCR de Cu, aplicada a los suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha ⁻¹ de BET2005, incubados por 60 días en condiciones de humedad de campo, a 25°C..... | 62 |
| Tabla 7.17 – Extracción secuencial BCR de Ni, aplicada a los suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha ⁻¹ de BET2004, y BET2004, sin incubar. | 63 |
| Tabla 7.18 – Extracción secuencial BCR de Ni, aplicada a los suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha ⁻¹ de BET2004, incubados por 60 días en condiciones de humedad de campo, a 25°C..... | 63 |
| Tabla 7.19 – Extracción secuencial BCR de Ni, aplicada a los suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha ⁻¹ de BET2005, y BET2005, sin incubar. | 64 |
| Tabla 7.20 – Extracción secuencial BCR de Ni, aplicada a los suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha ⁻¹ de BET2005, incubados por 60 días en condiciones de humedad de campo, a 25°C..... | 64 |
| Tabla 7.21 – Extracción secuencial BCR de Pb, aplicada a los suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha ⁻¹ de BET2004, y BET2004, sin incubar. | 65 |
| Tabla 7.22 – Extracción secuencial BCR de Pb, aplicada a los suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha ⁻¹ de BET2004, incubados por 60 días en condiciones de humedad de campo, a 25°C..... | 65 |
| Tabla 7.23 – Extracción secuencial BCR de Pb, aplicada a los suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha ⁻¹ de BET2005, y BET2005, sin incubar. | 66 |
| Tabla 7.24 – Extracción secuencial BCR de Pb, aplicada a los suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha ⁻¹ de BET2005, incubados por 60 días en condiciones de humedad de campo, a 25°C..... | 66 |
| Tabla 7.25 – Extracción secuencial BCR de Zn, aplicada a los suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha ⁻¹ de BET2004, y BET2004, sin incubar. | 67 |
| Tabla 7.26 – Extracción secuencial BCR de Zn, aplicada a los suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha ⁻¹ de BET2004, incubados por 60 días en condiciones de humedad de campo, a 25°C..... | 67 |
| Tabla 7.27 – Extracción secuencial BCR de Zn, aplicada a los suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha ⁻¹ de BET2005, y BET2005, sin incubar. | 68 |

Tabla 7.28 – Extracción secuencial BCR de Zn, aplicada a los suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de BET2005, incubados por 60 días en condiciones de humedad de campo, a 25°C..... 68

INDICE DE FIGURAS

| | |
|---|----|
| Figura 4.1 – Contenido total de Cr, Cu, Ni, Pb y Zn biosólidos BET2004 y BET2005..... | 16 |
| Figura 4.2 – Contenido total de Cr, Cu, Ni, Pb y Zn en suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha ⁻¹ de BET2004..... | 18 |
| Figura 4.3 – Contenido total de Cr, Cu, Ni, Pb y Zn en suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha ⁻¹ de BET2005..... | 18 |
| Figura 4.4 – Distribución porcentual de los metales extraídos, al aplicar el método de extracción secuencial BCR, a los biosólidos BET2004 y BET2005. | 23 |
| Figura 4.5 – Extracción secuencial BCR de Cr, en los suelos CB, EM, LP y M, control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha ⁻¹ de BET2004. | 24 |
| Figura 4.6 – Extracción secuencial BCR de Cr, en los suelos CB, EM, LP y M, control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha ⁻¹ de BET2005. | 24 |
| Figura 4.7 – Extracción secuencial BCR de Cu, en los suelos CB, EM, LP y M, control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha ⁻¹ de BET2004. | 27 |
| Figura 4.8 – Extracción secuencial BCR de Cu, en los suelos CB, EM, LP y M, control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha ⁻¹ de BET2005. | 27 |
| Figura 4.9 – Extracción secuencial BCR de Ni, en los suelos CB, EM, LP y M, control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha ⁻¹ de BET2004. | 30 |
| Figura 4.10 – Extracción secuencial BCR de Ni, en los suelos CB, EM, LP y M, control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha ⁻¹ de BET2005. | 31 |
| Figura 4.11 – Extracción secuencial BCR de Pb, en los suelos CB, EM, LP y M, control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha ⁻¹ de BET2004. | 33 |
| Figura 4.12 – Extracción secuencial BCR de Pb, en los suelos CB, EM, LP y M, control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha ⁻¹ de BET2005. | 34 |
| Figura 4.13 – Extracción secuencial BCR de Zn, en los suelos CB, EM, LP y M, control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha ⁻¹ de BET2004. | 36 |
| Figura 4.14 – Extracción secuencial BCR de Zn, en los suelos CB, EM, LP y M, control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha ⁻¹ de BET2005. | 36 |
| Figura 4.15 – Extracción secuencial BCR de Cu, en los suelos CB, EM, LP y M, control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha ⁻¹ de BET2004, incubados por 60 días en condiciones de humedad de campo..... | 40 |
| Figura 4.16 – Extracción secuencial BCR de Cu, en los suelos CB, EM, LP y M, control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha ⁻¹ de BET2005, incubados por 60 días en condiciones de humedad de campo..... | 40 |

| | |
|--|----|
| Figura 4.17 – Extracción secuencial BCR de Zn, en los suelos CB, EM, LP y M, control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha ⁻¹ de BET2004, incubados por 60 días en condiciones de humedad de campo..... | 43 |
| Figura 4.18 – Extracción secuencial BCR de Zn, en los suelos CB, EM, LP y M, control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha ⁻¹ de BET2005, incubados por 60 días en condiciones de humedad de campo..... | 44 |
| Figura 4.19 – Superficie de respuesta estimada de la influencia del tiempo de incubación (días) y la aplicación de biosólidos (Mg·ha ⁻¹), sobre la fracción soluble en ácidos, en el suelo M. | 48 |
| Figura 4.20 – Superficie de respuesta estimada de la influencia del tiempo de incubación (días) y la aplicación de biosólidos (Mg·ha ⁻¹), de la fracción soluble en ácidos, en los suelos CB, EM, LP y M. | 49 |

I. INTRODUCCIÓN

Actualmente en Chile, existen planes del sector sanitario e industrial, que apuntan hacia el tratamiento de las aguas residuales, tanto de origen domiciliario, como de origen industrial. Es así, como el plan de saneamiento hídrico de la Cuenca de Santiago, considera la construcción y puesta en marcha a partir del año 2000, de 3 grandes plantas en la capital: El Trebal, La Farfana y Los Nogales, además de 13 plantas de tratamiento en localidades periféricas, las que permitirán sanear el 100% de las aguas servidas de la capital antes del año 2009 (SISS, 2000)

En abril del año 2000, comenzaron las obras de construcción de la Planta El Trebal, actualmente en operación, con una capacidad de 4,4 metros cúbicos por segundo. Esta planta posibilita la descontaminación del 23% del total de las aguas servidas generadas por los habitantes de la Cuenca de Santiago.

La Farfana es una de las cinco plantas más grandes del mundo y fue diseñada, especialmente, para tratar el 50% de las aguas servidas generadas por los habitantes de Santiago. Es considerada la inversión ambiental más importante de la historia de Chile y la principal obra del Plan de Saneamiento Hídrico del Gran Santiago. Junto con la planta El Trebal, descontaminan más del 70% del total de las aguas servidas de la capital.

Por último, la planta Los Nogales tendrá una capacidad de 8,8 metros cúbicos por segundo, e iniciará sus actividades en enero del 2009 (Aguas Andinas S.A.).

Las aguas servidas domésticas se constituyen básicamente de materia orgánica, nutrientes y microorganismos patógenos, que son necesarios remover, antes de su descarga final. El tratamiento generará grandes cantidades de lodos sanitarios, cuya disposición, genera nuevos problemas de orden ambiental.

Los lodos sanitarios, son sólidos, semisólidos o líquidos generados durante el tratamiento de aguas residuales domésticas y/o industriales. Por otra parte, los biosólidos (o lodos estabilizados), al igual que los lodos sanitarios, provienen de las plantas de tratamiento, pero por sus características, o por las adquiridas después de un proceso de estabilización biológica, física o química, pueden ser reutilizados (INN, 2004).

Existen variadas formas de disposición de los biosólidos, entre las que se encuentran la aplicación en suelos, aplicación como relleno, o su incineración. Es así, como en Estados Unidos, un 41% de los biosólidos producidos, sin compostaje o tratamiento adicional, se aplica a suelos, a un 12% se le aplica un tratamiento avanzado, un 7% se usa en otros fines benéficos, un 22% se incinera, y un 17% se desecha o se usa como relleno. Por otra parte, la disposición en rellenos sanitarios, o su incineración, son una alternativa económicamente más costosa que su utilización como enmienda en terrenos con fines agrícolas (EPA, 1982, 1999).

Basándose en el principio de que “los residuos de una actividad pasen a constituirse en insumos de la siguiente”, es que los biosólidos producidos por las plantas de tratamiento de aguas servidas pueden servir como reemplazo parcial de los fertilizantes tradicionales, dado su alto contenido de materia orgánica, y dependiendo de la dosis de aplicación, es la cantidad de nutrientes que aportarán a los suelos (King y col., 1974).

Sin embargo, la aplicación continua de biosólidos en suelos agrícolas, conlleva la acumulación de metales pesados (John y Van Laerhoven, 1976), lo que puede llevar a su consumo a través de las plantas, por el ser humano (Chang y col., 1982 y 1984).

Debido a las ventajas y desventajas que presenta la aplicación de biosólidos en suelos, es que en la actualidad se está reglamentando en nuestro país su utilización en la agricultura. El organismo encargado de este proyecto de reglamentación es CONAMA; este proyecto de norma considera 9 elementos traza a restringir a través de límites máximos permisibles para la disposición de lodo en el suelo (Tabla 1.1 y 1.2), estableciendo como tasa máxima de aplicación para suelos agrícolas y forestales, incluyendo suelos erosionados con potencial de aplicación benéfico inmediato, de $15 \text{ Mg}\cdot\text{ha}^{-1}$, y en suelos degradados sin potencial de aplicación benéfica inmediato, de $30 \text{ Mg}\cdot\text{ha}^{-1}$.

Por otra parte, el proyecto de norma, contempla, para la gestión de la carga metálica de los lodos, la división del país en dos macrozonas: Macrozona norte

(Regiones I, II, III, IV, V y Metropolitana), y Macrozona Sur (Regiones VI, VII, VIII, IX, X, XI y XII).

En ningún caso, se acepta una aplicación benéfica de lodos en suelos agrícolas con contenidos totales de metales superiores a los señalados en la tabla 1.2. Por el contrario, para suelos erosionados, no se consideran contenidos máximos de metales en suelos antes de una aplicación benéfica de lodos.

Tabla 1.1 – Concentraciones máximas de metales pesados y metaloides en lodos de aplicación benéfica.

| Suelo de Aplicación de biosólido | Concentración máxima (contenidos totales) [mg·kg ⁻¹ sobre base seca] | | | | | | | | |
|----------------------------------|---|----|------|----|----|-----|-----|-----|------|
| | As | Cd | Cu | Hg | Mo | Ni | Pb | Se | Zn |
| Suelos Agrícolas | 20 | 8 | 1000 | 4 | 10 | 80 | 300 | 50 | 2000 |
| Suelos Erosionados | 40 | 40 | 1500 | 20 | 20 | 420 | 400 | 100 | 2800 |

Tabla 1.2 – Contenidos máximos de metales pesados y metaloides en suelos agrícolas, antes de una aplicación benéfica de lodos.

| Zonas de Aplicación | | Concentración máxima (contenidos totales) [mg·kg ⁻¹ sobre base seca] | | | | | | | | |
|---------------------|----------|---|------|-----|-----|----|-----|----|----|-----|
| | | As | Cd | Cu | Hg | Mo | Ni | Pb | Se | Zn |
| Macrozona Norte | pH > 6,5 | 20 | 2 | 150 | 1,5 | 2 | 112 | 75 | 4 | 175 |
| | pH < 6,5 | 12,5 | 1,25 | 100 | 1 | 3 | 50 | 50 | 3 | 120 |
| Macrozona Sur | | 10 | 2 | 75 | 1 | 3 | 30 | 50 | 4 | 175 |

Los contenidos totales de metales pesados dan un parámetro sobre los límites a considerar para la aplicación benéfica de un biosólido en los suelos, ya que la disponibilidad de los metales pesados o su solubilidad en suelos enmendados, depende linealmente del contenido total del suelo (McBride, 1995).

Es necesario conocer las formas químicas en que se encuentran los metales pesados asociados a los suelos (Emmerich y col., 1982). La especiación química operacional, surge así como una herramienta para determinar, las diferentes formas, fases o especies en un material (Ure, 1995), en este caso, en suelos enmendados con biosólidos. Se requieren estudios sobre las fracciones en que se encuentran los metales, (i) para tener un conocimiento del patrón de distribución; (ii) para determinar la biodisponibilidad y toxicidad a plantas, animales y seres humanos; (iii) para evaluar la eficiencia del suelo como medio para acumular metales; y (iv) para explicar las maneras en las que los metales pueden ser lixiviados desde los suelos (Keller y Védy, 1994). Estas formas químicas nos dan información sobre su comportamiento, y para su determinación se han desarrollado diversos procedimientos de extracción secuencial, los que se basan en la lixiviación secuencial de los metales, utilizando reactivos químicos que van incrementando su capacidad de extracción en cada etapa. Si bien, estos métodos constituyen una herramienta muy utilizada para entender la química de los metales pesados en el suelo, la mayoría de ellos consta de muchas etapas. Por este motivo, es que surgen nuevos procedimientos, de más rápida aplicación, como el propuesto por la BCR (Community Bureau of Reference), que consta de 4 etapas: Fracción Soluble en Ácidos (metales asociados a carbonatos), Fracción Reducible (metales asociados a FeOx y MnOx), Fracción Oxidable (metales asociados a materia orgánica) y Fracción Residual (Ure y col., 1993). Este método de fraccionamiento ha sido objeto de ciertas modificaciones (Rauret y col., 2000a y 2000b), con el fin de contar con un método validado para determinar la extractabilidad de los contenidos de metales traza en suelos enmendados con biosólidos, además de la factibilidad de producir materiales de referencia certificados, que sirvan de comparación a la hora de realizar estudios. Por otra parte, este método de fraccionamiento modificado, ha sido estudiado por varios investigadores (Sutherland y Tack, 2002; Qiao y col., 2003) y se han intentado modificaciones vía microondas (Pérez Cid y col., 2001), corroborándose las modificaciones realizadas por Rauret, y dejando abierta la posibilidad de futuras optimizaciones al respecto.

II. OBJETIVOS

2.1 Objetivos Generales

- Determinar la influencia de la aplicación de biosólidos en el contenido total y la extractabilidad de Cr, Cu, Ni, Pb y Zn en suelos agrícolas de la región metropolitana, en biosólidos, y en suelos enmendados con biosólidos, provenientes de una planta de tratamiento de aguas servidas, a través de un método de extracción secuencial de cuatro etapas, y relacionar las distintas formas químicas obtenidas de éstos, con su disponibilidad en los suelos.

2.2 Objetivos Específicos

- Obtener las muestras de suelos.
- Caracterizar las muestras de biosólidos, suelos y mezclas suelo-biosólido.
- Determinar el contenido total de metales traza (Cr, Cu, Ni, Pb, y Zn) en los sustratos.
- Aplicar la metodología de extracción secuencial BCR para determinar la distribución de las distintas formas químicas de Cr, Cu, Ni, Pb y Zn, en lodos, suelos y mezclas suelo-biosólido.
- Determinar la distribución de las formas químicas de los metales traza en suelos y mezcla suelo-biosólido, incubados en condiciones de humedad de campo, a 25° C, por 60 días.
- Análisis estadístico de los resultados.

III. MATERIALES Y MÉTODOS

3.1 Descripción de las Muestras

3.1.1 Suelo

Las muestras fueron obtenidas del nivel superficial (0 a 20 cm de profundidad), de suelos agrícolas de la Región Metropolitana. Se seleccionaron cuatro suelos de orden Mollisol, identificados como Coyuncaví Bajo (CB), El Maitén (EM), La Paloma (LP), y Miraflores (M), de los cuales, dos de ellos pertenecen a la serie Lampa (EM y LP), y los otros a las series Pomaire (CB) y Chorombo (M), respectivamente. Se almacenaron en bolsas de polietileno, para su traslado al laboratorio. Las muestras recolectadas fueron secadas al aire, disgregadas y tamizadas, utilizando un tamiz plástico de 2 mm de abertura, y luego almacenadas en frascos de polietileno de alta densidad, a temperatura ambiente.

Tabla 3.1 - Clasificación de los suelos

| Suelos | Ubicación | Coordenadas | UTM* | Serie | Orden | Textura |
|--------|-----------------------------------|--------------|-----------|----------|----------|--------------------------------|
| CB | Curacaví Coyuncaví Bajo RM | 33° 23' 158" | 6.303,918 | Pomaire | Mollisol | Franco Arenoso |
| | | 71° 07' 126" | 302,922 | | | |
| EM | Lampa Camino Lipangue RM | 33° 19' 902" | 6.310,338 | Lampa | Mollisol | Franco Arenoso |
| | | 70° 51' 873" | 326,464 | | | |
| LP | Lampa Camino Lipangue RM | 33° 19' 909" | 6.310,361 | Lampa | Mollisol | Arenoso |
| | | 70° 52' 367" | 325,398 | | | |
| M | Curacaví Miraflores RM | 33° 24' 418" | 6.301,663 | Chorombo | Mollisol | Franco Arcilloso Arenoso |
| | | 71° 04' 745" | 306,661 | | | |

* Coordenadas en Km de latitud y Longitud, respectivamente.

3.1.2 Biosólido

Se utilizaron dos biosólidos provenientes de una de las plantas de tratamiento de aguas servidas de la Región Metropolitana, muestreados en dos épocas diferentes del año: septiembre de 2005 y abril de 2005, designándolos como BET2004 y BET2005 respectivamente, ya que el primero fue dispuesto en el monorelleno en septiembre de 2004 y el segundo en marzo de 2005.

3.1.3 Ensayo de Incubación

Las muestras de suelo y mezclas suelo-biosólido en una relación de 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de biosólido, fueron incubadas en condiciones de humedad de campo y temperatura constantes por periodos de 0 y 60 días en un incubador New Brunswick Scientific Classic Series C24 Incubator Shaker.

Las mezclas suelo-biosólido utilizadas para la incubación, se hicieron considerando lo siguiente:

- Determinación de la densidad aparente de los suelos. En una probeta de 100 mL, se pesó una cierta cantidad de muestra. Se dio un par de golpes contra el mesón, y se midió el volumen resultante. Los resultados fueron expresados en kg·m⁻³.
- Determinación de la humedad del biosólido a 105°C (Sadzawka, 2001). Una vez determinada la pérdida de peso, se calcula la cantidad de biosólido sobre base húmeda a utilizar, en función de la dosis a aplicar en los suelos:

$$B = \frac{bh \cdot DB}{bs}$$

Donde B = Masa de biosólido húmedo a utilizar, en función de la dosis de biosólido a aplicar como enmienda [kg]

bh = Masa de biosólido húmedo sobre la cual se determinó humedad [kg]

bs = Masa de biosólido sobre base seca [kg]

DB = Dosis de biosólido a utilizar en la enmienda (i.e. 15.000 kg)

- Determinación de la humedad de campo o de saturación de los suelos. Se toma una cierta cantidad de suelo (ms), se pesa en un vaso precipitado tarado previamente, y se va agregando agua destilada, con una piseta, incorporándola al suelo con una varilla de vidrio, hasta conseguir una pasta húmeda, sin escurrimiento de agua visible. La cantidad de agua total agregada al suelo (ma), se obtiene por la diferencia entre la masa del suelo original, y la masa del suelo en condiciones de saturación.
- Determinación de la masa de suelo por hectárea de terreno. Se puede calcular la masa de suelo existente en una hectárea, considerando su superficie (1 há = 10.000 m²) y la profundidad de la extracción de las muestras (20 cm = 0,2 m)
Luego,

$$MS = 10.000 \cdot 0,2 \cdot DA$$

Donde MS = Masa de suelo por superficie de terreno [kg·ha⁻¹]

DA = Densidad aparente [kg·m⁻³]

- Determinación de la masa de biosólido a utilizar, según la dosis a aplicar como enmienda. Se considera que la masa de biosólido húmedo a utilizar será aplicada a una determinada superficie de terreno, por lo que es expresada en unidades de masa por superficie, [kg·ha⁻¹]. Por otra parte, se considera la masa del suelo a enmendar, y la masa de suelo por superficie de terreno. De esta forma,

$$MB = \frac{B \cdot MF}{MS}$$

Donde MB = Masa de biosólido húmedo a utilizar en la enmienda [kg·ha⁻¹]

B = Masa de biosólido húmedo a utilizar, en función de la dosis de biosólido a aplicar como enmienda [kg]

MF = Masa de suelo a utilizar para el fraccionamiento [kg]

MS = Masa de suelo por superficie de terreno [kg·ha⁻¹]

- Determinación de la cantidad de agua necesaria para que el suelo en incubación alcance las condiciones de humedad de campo. Se considera la

masa de suelo a enmendar, la masa de suelo utilizada para determinar la humedad de campo, y la cantidad de agua necesaria para que el suelo alcance la humedad de campo. Así,

$$A = \frac{MF \cdot ma}{ms}$$

Donde A = Masa de agua para que el suelo en incubación alcance las condiciones de humedad de campo [g]

MF = Masa de suelo a utilizar para el fraccionamiento [g]

ma = Masa de agua utilizada para determinar la humedad de campo en los suelos [g]

ms = Masa de suelo utilizada en la determinación de humedad de campo [g]

3.2 Caracterización general de los suelos y biosólidos

Los suelos y los biosólidos fueron caracterizados a través de determinaciones de pH (pH-H₂O), capacidad de intercambio catiónico (CIC), contenido de materia orgánica y humedad (Sadzawka, 2000).

3.2.1 Determinación de humedad

Se pesó alrededor de 5 g de muestra y se secó en una estufa a 105°C hasta peso constante.

3.2.2 Determinación de pH

El pH de los suelos, biosólidos y mezcla suelo-biosólido, se midió potenciométricamente en el sobrenadante de una suspensión, en una proporción de 1:2,5 (suelo:líquido), con un electrodo combinado de vidrio-calomelano. La fase líquida considerada fue H₂O.

3.2.3 Determinación de la materia orgánica (MO)

Se determinó por el método de Metson, que consiste en una combustión húmeda de la materia orgánica con una mezcla de dicromato de sodio en medio H_2SO_4 . Después de la reacción, se cuantifica colorimétricamente el cromato reducido, en un espectrofotómetro Unicam UV-2 (UV-Visible), con celdas de 1 cm, a una longitud de onda de 600 nm.

3.2.4 Determinación de la capacidad de intercambio catiónico (CIC)

Se determinó por saturación con acetato de amonio a pH 7,0, y el sodio adsorbido se intercambió por amonio. El sodio se determinó por espectroscopia de emisión atómica en un espectrofotómetro Perkin Elmer 1100 B.

3.3 Determinación de Cr, Cu, Ni, Pb y Zn en las muestras de suelos, biosólidos y mezclas suelo-biosólido

3.3.1 Procedimiento para la determinación de Cromo, Cobre, Níquel, Plomo y Cinc total.

Se pesó alrededor de 200 mg de muestra, se transfirió a un vaso de teflón para microondas, luego se agregaron 1,5 mL de HNO_3 65%, y 4,5 mL HCl 32%. La digestión se realizó en un horno microondas, utilizando un programa de tres etapas: 5 minutos a 250 W, 5 minutos a 400 W y 10 minutos a 500 W. Una vez terminado el programa, las muestras digeridas se trasladaron cuantitativamente a matraces de 10 mL con agua destilada. Las muestras fueron filtradas con papel Advantec MFS grado N°2. Los extractos así obtenidos se guardaron en frascos de polietileno, para su posterior análisis por Espectrometría de Absorción Atómica con llama (FAAS), utilizando para la curva de calibración de cada elemento, estándares obtenidos por dilución de un multiestándar de $1000 \pm 10 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$, en HNO_3 1 M.

3.3.2 Procedimiento de Extracción Secuencial de Cromo, Cobre, Níquel, Plomo y Cinc.

Fue seleccionada la metodología de extracción secuencial BCR modificado, de cuatro etapas. Se realizaron ciertas variaciones en cuanto a la cantidad de muestra utilizada y la cantidad de solución extractante para cada etapa, pero manteniendo la proporción suelo:solución indicada por el método.

Las modificaciones realizadas durante este estudio, al método de extracción secuencial modificado propuesto por la BCR, contemplan básicamente:

- El uso de la mitad de muestra y reactivos durante cada etapa, como se plantea en el método original (Ure y col.), considerando que la superficie de contacto entre la muestra y la solución extractante para cada fracción, sería la misma, ya que se ocupa la misma proporción suelo:solución.
- Por otra parte, se utilizó un agitador recíproco, en vez de uno rotatorio, ya que supone la posibilidad de tratar una mayor cantidad de muestras al mismo tiempo, y debido a que el tipo de movimiento es diferente entre uno y otro tipo de agitador, se eligió una velocidad de agitación de 260 ± 10 rpm, suficiente para mantener la muestra en suspensión durante el proceso de agitación, permitiendo un contacto íntimo entre la muestra y la solución extractante.
- Para la determinación de la fracción residual y de los metales totales, se modificó el protocolo de extracción con agua regia (ISO 11466) recomendado, adaptándolo para el uso en horno de microondas.
- Por último, se consideró que la utilización de una curva de calibración en matriz para la cuantificación por EAA con llama, sería muy laboriosa para el análisis rutinario, considerando que se debería contar con 5 series de estándares para cada elemento a analizar, por lo que además se trabajó sobre una curva de calibración estándar, en HNO_3 1M.

El método fue validado por la utilización de un material de referencia certificado (CRM 483), cuyos resultados experimentales fueron comparados estadísticamente con los resultados informados por la BCR.

Tabla 3.2 – Etapas de fraccionamiento secuencial BCR para Cr, Cu, Ni, Pb y Zn

| Etapas | Solución Extractante | Tratamiento | Suelo:Solución |
|---|---|---|-----------------------|
| 1. Fracción Soluble en Ácidos (Metal unido a carbonato) | CH ₃ COOH 0,11M | Agitación por 16 horas a 22±5°C, centrifugar por 20 minutos | 1:40 |
| 2. Fracción Reducible (Metal asociado a MnOx/FeOx) | NH ₂ OH·HCl 0,5 M + HNO ₃ 2 M | Agitación por 16 horas a 22±5°C, centrifugar por 20 minutos | 1:40 |
| 3. Fracción Oxidable (Metal enlazado a MO) | a) H ₂ O ₂ 30% | a) 1 h a temp. ambiente, 1 h en baño de agua a 85±2°C. Volver a agregar H ₂ O ₂ , y calentar 1h baño de agua a 85±2°C | a)1:10 |
| | b) NH ₄ OAc 1M | b) Agitación por 16 horas a 22±5°C, centrifugar por 20 minutos | b)1:50 |
| 4. Fracción Residual | HNO ₃ 65% (1,5 mL) + HCl 32% (4,5 mL) | Secar en estufa a 30°C, pesar 200 mg, digerir en horno microondas | 1:30 Llevar a 10 mL |

En un tubo de centrifuga de 50 mL de polipropileno o poliestireno, con tapa rosca, se pesó exactamente, en triplicado, alrededor de 500 mg de cada suelo, biosólido y mezcla suelo-biosólido (previamente molidos en un mortero de ágata y pasados por tamiz), se agregó el reactivo correspondiente a la etapa, se agitó el tiempo indicado en una agitador recíproco Heidolph modelo Promax 2020 a 260±10 rpm, y se centrifugó a 3000 rpm en una centrifuga Heraeus Sepatech modelo Varifuge 3.0, por 20 minutos. De esta forma, se separó el líquido sobrenadante, luego se filtró, y se guardó en frascos de polietileno, a una temperatura de 4°C, para su posterior análisis por EAA con llama. Se procedió a lavar los residuos con 10 mL de agua destilada, se agitó por 15 minutos, se centrifugó por 20 minutos, se eliminó el sobrenadante, cuidando de no perder sólido. Posteriormente se pesaron los tubos de centrifuga, para corregir volúmenes y se continuó con la

siguiente etapa. En la Fracción 3, se pesaron los tubos luego de someterlos a evaporación en baño maría, ya que el peróxido agregado no fue llevado a sequedad, por lo que se consideró ese volumen residual, antes de agregar NH_4OAc , para efectos de corrección de volumen.

3.4 Análisis estadístico

Los resultados obtenidos fueron tratados estadísticamente, a través de pruebas de análisis de varianza y diseño factorial a dos niveles, considerando el procedimiento de “Diferencias Honestamente Significativas de Tukey” (Tukey HSD), con el software Statgraphics.

IV. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

4.1 Caracterización de los suelos y biosólidos

En la tabla 4.1, se muestran algunas características generales de los suelos control, y enmendados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de biosólidos BET2004 y BET2005, respectivamente. Los suelos control tienden a ser neutros, según los valores de pH encontrados, y presentan un contenido de materia orgánica (MO) variable, dentro de un rango de 1,65 a 4,58 %.

Tabla 4.1 – Características generales de los suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de biosólidos BET2004 y BET2005.

| Análisis | Método | Unidad | Dosis biosólido [Mg·ha ⁻¹] | CB | EM | LP | M |
|-----------------------------|---|-----------------------|--|-------|-------|-------|-------|
| Enmienda con BET2004 | | | | | | | |
| C orgánico | Digestión ácida | % | 0 | 1,85 | 2,66 | 0,96 | 1,78 |
| | | | 15 | 2,02 | 3,03 | 0,86 | 2,06 |
| | | | 30 | 2,20 | 3,17 | 0,91 | 1,84 |
| MO | Digestión ácida | % | 0 | 3,18 | 4,58 | 1,65 | 3,06 |
| | | | 15 | 3,47 | 5,21 | 1,47 | 3,55 |
| | | | 30 | 3,79 | 5,45 | 1,56 | 3,16 |
| pH (pH–H ₂ O) | H ₂ O 1:2,5 | - | 0 | 7,12 | 6,92 | 6,98 | 6,68 |
| | | | 15 | 7,11 | 7,76 | 6,98 | 6,46 |
| | | | 30 | 7,13 | 6,59 | 6,99 | 7,74 |
| CIC | Saturación con NH ₄ OAc 1 mol·L ⁻¹ a pH 7.0 | cmol·kg ⁻¹ | 0 | 24,63 | 26,67 | 11,68 | 25,17 |
| | | | 15 | 33,21 | 58,60 | 17,85 | 38,65 |
| | | | 30 | 30,94 | 68,87 | 18,48 | 41,83 |
| Enmienda con BET2005 | | | | | | | |
| C orgánico | Digestión ácida | % | 0 | 1,85 | 2,66 | 0,96 | 1,78 |
| | | | 15 | 1,80 | 3,66 | 0,81 | 1,91 |
| | | | 30 | 1,89 | 3,04 | 0,89 | 1,93 |
| MO | Digestión ácida | % | 0 | 3,18 | 4,58 | 1,65 | 3,06 |
| | | | 15 | 3,10 | 6,29 | 1,40 | 3,28 |
| | | | 30 | 3,25 | 5,24 | 1,54 | 3,31 |
| pH (pH–H ₂ O) | H ₂ O 1:2,5 | - | 0 | 7,12 | 6,92 | 6,98 | 6,68 |
| | | | 15 | 7,24 | 7,82 | 6,93 | 6,58 |
| | | | 30 | 7,10 | 7,77 | 7,11 | 6,66 |
| CIC | Saturación con NH ₄ OAc 1 mol·L ⁻¹ a pH 7.0 | cmol·kg ⁻¹ | 0 | 24,63 | 26,67 | 11,68 | 25,17 |
| | | | 15 | 34,15 | 61,32 | 17,15 | 41,84 |
| | | | 30 | 33,92 | 62,34 | 18,64 | 43,35 |

Se puede observar un incremento de los parámetros de MO y CIC, y en el pH, aunque no significativamente, al enmendar los suelos con BET2004 y BET2005, aunque existe variabilidad dependiendo de la dosis de biosólido aplicada, probablemente debido al aporte de sales solubles, materia orgánica contenidas en el biosólido, y al proceso de nitrificación en el mismo (Tabla 4.2) (Logan y col., 1997).

Tabla 4.2 – Características generales de los biosólidos.

| Análisis | Método | Unidad | Biosólidos | |
|-----------------------------|---|-----------------------|------------|---------|
| | | | BET2004 | BET2005 |
| C orgánico | Digestión ácida | % | 28,08 | 26,57 |
| MO | Digestión ácida | % | 51,74 | 45,72 |
| pH (pH–H ₂ O) | H ₂ O 1:2,5 | - | 6,37 | 6,31 |
| CIC | Saturación con NH ₄ OAc 1 mol·L ⁻¹ a pH 7.0 | cmol·kg ⁻¹ | 90,26 | 61,94 |

4.2 Efecto de la aplicación de biosólidos sobre el contenido total de metales pesados.

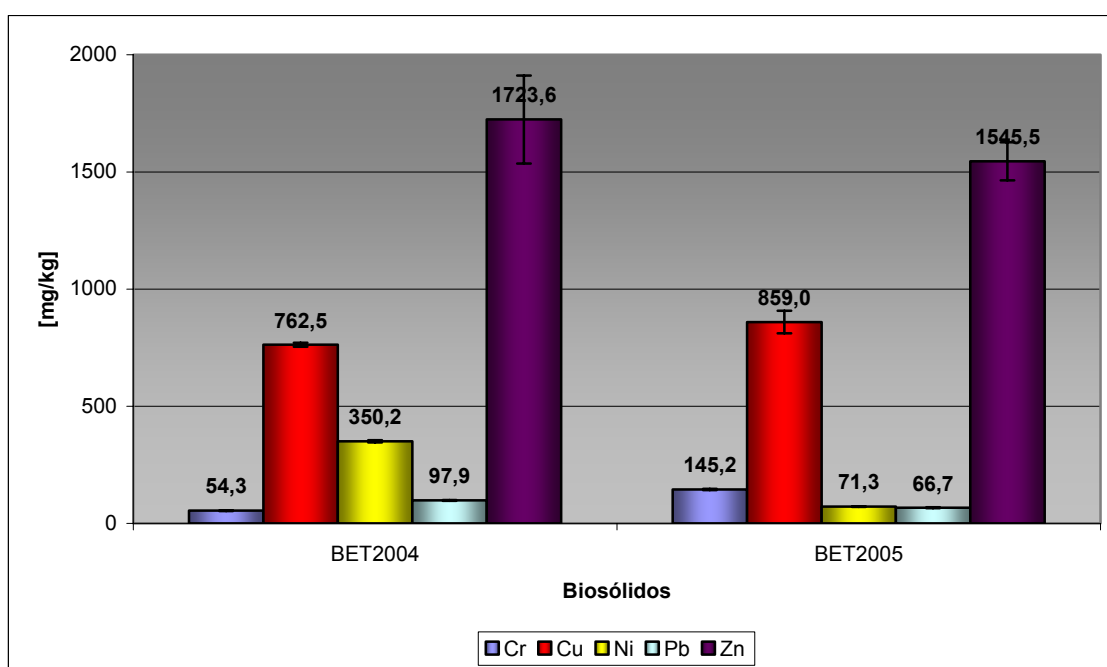
En la Figura 4.1 se muestran los valores del contenido total de metales pesados en los biosólidos BET2004 y BET2005.

El contenido total de metales indica que los biosólidos estudiados, podrían ser aplicados benéficamente a suelos de uso agrícola, ya que se encuentran dentro de los límites dispuestos por el proyecto de norma (CONAMA, 2001). A excepción de Ni, en el biosólido BET2004, que no cumple con el límite máximo establecido por la norma de 80 mg·kg⁻¹, por lo que la aplicación benéfica de este biosólido, sería más recomendable para suelos erosionados.

Si bien, ambos biosólidos fueron obtenidos de la misma planta de tratamiento de aguas servidas, el hecho de que se hayan muestreado en épocas distintas del año, como son septiembre de 2005, para BET2004, y abril de 2005, para BET2005, produce variabilidad entre ellos, debido a que la actividad de la planta

de tratamiento puede no ser constante, en cuanto a la composición de las aguas servidas a tratar, debido a posibles variaciones en la actividad humana, derivadas de fenómenos estacionales, o variaciones en las fuentes de metales pesados (Sommers y col., 1976). Además, se debe considerar el tiempo transcurrido entre la disposición de los lodos en el monorelleno y su muestreo o utilización (Steinhilber y Boswell, 1983), ya que BET2004 lleva un mayor tiempo de estabilización que BET2005, al llevar casi un año en el monorelleno.

Figura 4.1 – Contenido total de Cr, Cu, Ni, Pb y Zn biosólidos BET2004 y BET2005.



En la Figura 4.2 y 4.3 se muestran los valores del contenido total de metales pesados en los suelos control y tratados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de BET2004 y BET2005, respectivamente.

Se observa que los contenidos totales de metales pesados en los suelos control siguen el siguiente orden: Cu > Zn > Cr > Pb > Ni, siendo estos dos últimos, similares entre sí. El tratamiento con biosólidos presentó la misma tendencia.

Se puede observar que en general, la incorporación de biosólidos produjo un incremento en el contenido total de metales, aunque esta variación es específica de los suelos y del biosólido utilizado (Tablas 7.7 y 7.8).

Cabe destacar, que el suelo M en particular, corresponde a un caso especial, dentro del conjunto de suelos en estudio, por tratarse de un suelo, que en la actualidad, si bien es usado con fines agrícolas, es regado con aguas servidas, lo que implica una continua aplicación y acumulación de metales pesados. De esta forma, fue el suelo con mayor contenido total de metales pesados.

Se puede observar que el mayor contenido total de Cr lo presentó el suelo M, seguido de LP, CB y EM. Los suelos CB y LP presentaron entre sí una leve diferencia. El contenido total de Cr aumentó significativamente en los suelos CB y LP, al aplicar una dosis equivalente de $30 \text{ Mg}\cdot\text{ha}^{-1}$ de BET2004, y se produjeron variaciones en el suelo EM, al tratarlo con BET2005.

El mayor contenido total de Cu lo presentó el suelo M, seguido de EM, CB y LP. Estos dos últimos suelos presentan, al igual que en el caso del Cr, una leve diferencia entre sí. El contenido total de Cu, está por debajo del límite impuesto por el proyecto de norma ($150 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$) para suelos de uso agrícola, por lo que la aplicación de biosólidos es factible, salvo para el caso del suelo M, donde la concentración total de Cu alcanza los $162 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, sobrepasando los límites impuestos (CONAMA, 2001). La aplicación de biosólidos no produjo cambios estadísticamente significativos entre los suelos control y los suelos enmendados con biosólidos.

Se puede observar que el suelo M es el que presenta los valores del contenido total más altos de Ni, seguido por CB, EM y LP. El contenido total de Ni se encontró por debajo de los límites establecidos por el proyecto de norma, para suelos agrícolas ($80 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$), por lo que la aplicación de biosólidos es totalmente factible. La incorporación de una dosis equivalente de $15 \text{ Mg}\cdot\text{ha}^{-1}$ de BET2004, produjo un incremento significativo en el suelo EM, y al incorporar una dosis equivalente de $30 \text{ Mg}\cdot\text{ha}^{-1}$, de cualquiera de los biosólidos. En el suelo LP, se observó un efecto de dilución del contenido total de Ni, al aumentar la dosis, independientemente del biosólido utilizado en la enmienda. En el caso del suelo M, se observó este efecto de dilución sólo con la incorporación de BET2005.

Figura 4.2 – Contenido total de Cr, Cu, Ni, Pb y Zn en suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de BET2004.

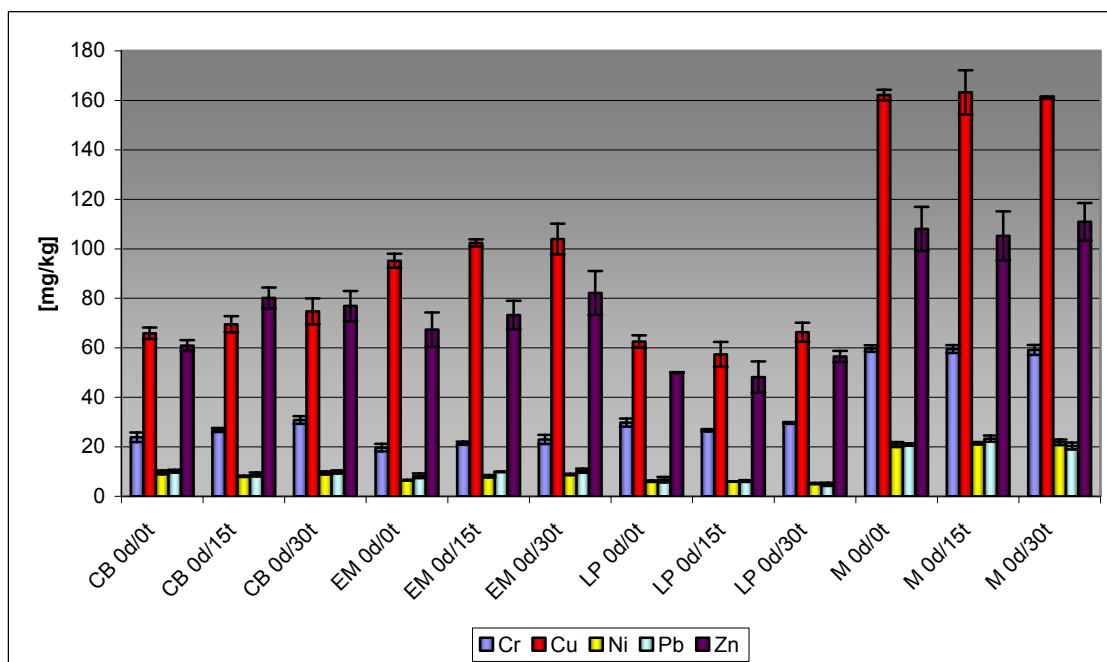
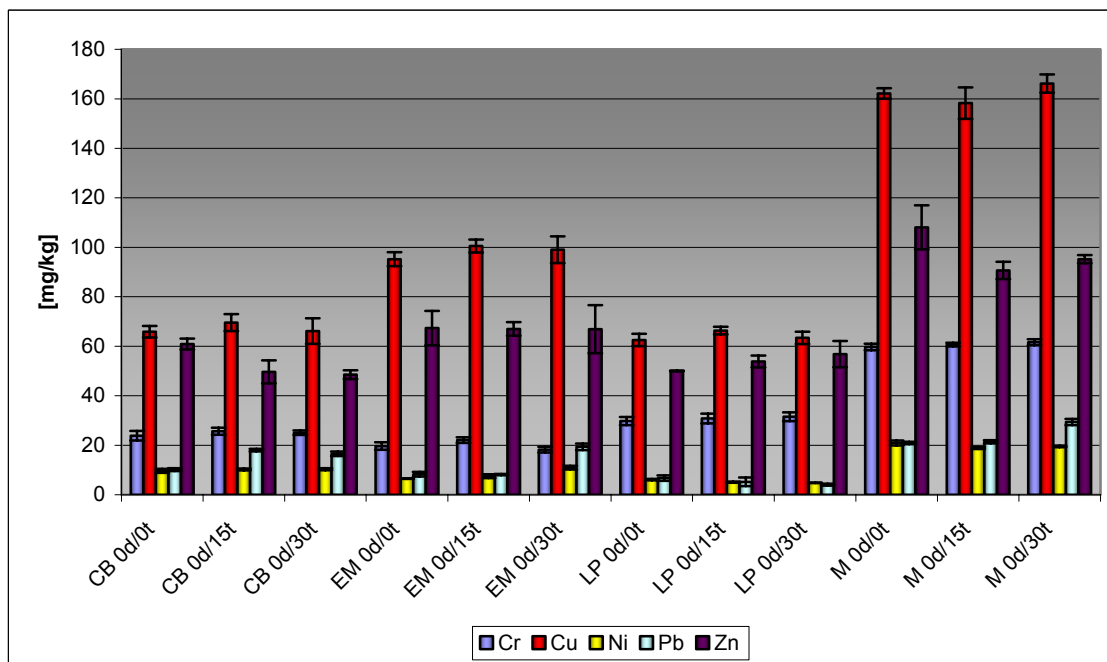


Figura 4.3 – Contenido total de Cr, Cu, Ni, Pb y Zn en suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de BET2005.



Respecto del contenido total de Pb, se puede observar que los suelos control, presentan la misma tendencia que para el caso del Ni. Por otra parte, la mayor concentración de Pb total en los suelos control está bajo el límite impuesto por la normativa para suelos de uso agrícola ($75 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$), por lo que la enmienda con biosólidos es totalmente factible (CONAMA, 2001). Se produjeron variaciones en el caso del Pb, en el suelo M, al ser tratado con BET2004. En los suelos en que se incorporó BET2005, se observó un incremento significativo en el contenido total de Pb en el suelo CB, al utilizar una dosis equivalente de $15 \text{ Mg}\cdot\text{ha}^{-1}$, en los suelos CB, EM y M, al utilizar una dosis equivalente de $30 \text{ Mg}\cdot\text{ha}^{-1}$, y un efecto de dilución no significativo en el suelo LP.

El mayor contenido total de Zn, lo presentó el suelo M, seguido de EM, CB y LP, presentando la misma tendencia que para el caso del Cu. La concentración de Zn en los suelos control está bajo el límite impuesto por la norma para suelos de uso agrícola ($175 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$), lo que implica que la aplicación de biosólidos es factible (CONAMA, 2001). Se observa que la aplicación BET2004 produjo un incremento en el contenido total de Zn del suelo CB. Por el contrario, al incorporar BET2005, se produjo dilución en el mismo suelo, y variaciones en el suelo M.

A pesar de las diferencias encontradas en el contenido total de metales pesados en los biosólidos, su incorporación en los suelos, produjo un efecto muy similar.

4.3 Validación del Método de Extracción Secuencial BCR

Se compararon estadísticamente los resultados obtenidos con los valores certificados del material de referencia, considerando un intervalo de confianza del 95% y usando el procedimiento de “Diferencias Honestamente Significativas de Tukey” (Tukey HSD). En la tabla 4.3, se muestran los resultados certificados del material de referencia (CRM 483) y los resultados experimentales al aplicar la metodología de extracción secuencial sobre el material de referencia y su cuantificación con una curva de calibración en la matriz de cada solución extractante utilizada en cada fracción (CRM 483 M), y con una curva de calibración estándar (CRM 483 ST) en HNO_3 1M. Asimismo, se aprecian los

grupos homogéneos donde los promedios en la misma columna y tratamiento, seguidos por la misma letra, no presentan diferencia estadísticamente significativa para $P < 0.05$.

Se puede observar que no hay homogeneidad entre los resultados experimentales obtenidos para el Cd, al compararlos con el material de referencia, lo que puede deberse a la baja concentración del metal en cada fracción, y cualquier error o dispersión de los datos durante la cuantificación, implica un mayor error relativo.

Para el caso del Pb, la cuantificación no fue factible en la Fracción 1, dado que los límites de cuantificación para EAA con llama no son suficientemente bajos, comparados a los utilizados para certificar el material de referencia, como ICP-AES.

En general, los resultados experimentales obtenidos, concuerdan bien con los valores certificados y no se observan diferencias significativas entre ellos.

Análisis y Discusión de Resultados

Tabla 4.3 – Análisis estadístico, para Cd, Cr, Cu, Ni, Pb y Zn, usando el procedimiento de Diferencias Honestamente Significativas de Tukey (Tukey HSD).

| Cd | | | | | |
|------------|---|--|-----------------------------------|--------------------------|--------------------------|
| Muestra | Fracción 1: Soluble en Ácidos M-CO ₃ | Fracción 2: Reducible M- (FeOx/MnOx) | Fracción 3: Oxidable M-(MO) | Fracción Residual | Metales Totales |
| | Promedio [mg/kg] ± SD | Promedio [mg/kg] ± SD | Promedio [mg/kg] ± SD | Promedio [mg/kg] ± SD | Promedio [mg/kg] ± SD |
| CRM 483 | 10,0 a ± 0,77 | 24,8 a ± 2,30 | 1,22 a ± 0,48 | 0,42 a ± 0,16 | 36,4 a ± 2,80 |
| CRM 483 M | 12,4 b ± 0,62 | 25,4 a ± 1,78 | 4,18 b ± 0,39 | - | - |
| CRM 483 ST | 14,3 c ± 0,62 | 30,1 a ± 1,36 | 7,69 c ± 0,98 | 4,81 b ± 2,24 | 40,8 a ± 0,58 |
| Cr | | | | | |
| Muestra | Fracción 1: Soluble en Ácidos M-CO ₃ | Fracción 2: Reducible M- (FeOx/MnOx) | Fracción 3: Oxidable M-(MO) | Fracción Residual | Metales Totales |
| | Promedio [mg/kg] ± SD | Promedio [mg/kg] ± SD | Promedio [mg/kg] ± SD | Promedio [mg/kg] ± SD | Promedio [mg/kg] ± SD |
| CRM 483 | 9,40 ab ± 3,50 | 654 a ± 108 | 2215 a ± 494 | 183 a ± 40 | 3392 a ± 484 |
| CRM 483 M | 5,41 a ± 0,01 | 702 a ± 83,6 | 2559 ab ± 122 | - | - |
| CRM 483 ST | 12,1 b ± 0,03 | 713 a ± 29,8 | 3205 b ± 223 | 229 a ± 5,8 | 3876 a ± 89,4 |
| Cu | | | | | |
| Muestra | Fracción 1: Soluble en Ácidos M-CO ₃ | Fracción 2: Reducible M- (FeOx/MnOx) | Fracción 3: Oxidable M-(MO) | Fracción Residual | Metales Totales |
| | Promedio [mg/kg] ± SD | Promedio [mg/kg] ± SD | Promedio [mg/kg] ± SD | Promedio [mg/kg] ± SD | Promedio [mg/kg] ± SD |
| CRM 483 | 16,8 a ± 1,50 | 141 a ± 20 | 132 a ± 29 | 43,3 a ± 3,80 | 362 a ± 12,0 |
| CRM 483 M | 16,9 a ± 0,47 | 134 a ± 3,2 | 169 ab ± 9,3 | - | - |
| CRM 483 ST | 18,3 a ± 0,38 | 134 a ± 3,7 | 190 b ± 11 | 38,9 a ± 5,80 | 388 a ± 16,3 |
| Ni | | | | | |
| Muestra | Fracción 1: Soluble en Ácidos M-CO ₃ | Fracción 2: Reducible M- (FeOx/MnOx) | Fracción 3: Oxidable M-(MO) | Fracción Residual | Metales Totales |
| | Promedio [mg/kg] ± SD | Promedio [mg/kg] ± SD | Promedio [mg/kg] ± SD | Promedio [mg/kg] ± SD | Promedio [mg/kg] ± SD |
| CRM 483 | 17,9 a ± 2,0 | 24,4 a ± 3,3 | 5,90 a ± 1,4 | 15,2 a ± 4,3 | 63,8 a ± 7,7 |
| CRM 483 M | 23,3 b ± 0,7 | 26,1 a ± 2,0 | 19,8 c ± 1,7 | - | - |
| CRM 483 ST | 20,8 ab ± 0,1 | 22,9 a ± 0,8 | 16,3 b ± 0,8 | 22,2 a ± 1,7 | 65,1 a ± 2,7 |
| Pb | | | | | |
| Muestra | Fracción 1: Soluble en Ácidos M-CO ₃ | Fracción 2: Reducible M- (FeOx/MnOx) | Fracción 3: Oxidable M-(MO) | Fracción Residual | Metales Totales |
| | Promedio [mg/kg] ± SD | Promedio [mg/kg] ± SD | Promedio [mg/kg] ± SD | Promedio [mg/kg] ± SD | Promedio [mg/kg] ± SD |
| CRM 483 | 0,76 ± 0,70 | 379 ab ± 21 | 66,5 a ± 22 | 76,9 a ± 17 | 501 a ± 47 |
| CRM 483 M | ND | 392 b ± 2,9 | 92,5 a ± 7,8 | - | - |
| CRM 483 ST | ND | 350 a ± 4,8 | 96,9 a ± 7,4 | 52,2 a ± 2,2 | 519 a ± 1,9 |
| Zn | | | | | |
| Muestra | Fracción 1: Soluble en Ácidos M-CO ₃ | Fracción 2: Reducible M- (FeOx/MnOx) | Fracción 3: Oxidable M-(MO) | Fracción Residual | Metales Totales |
| | Promedio [mg/kg] ± SD | Promedio [mg/kg] ± SD | Promedio [mg/kg] ± SD | Promedio [mg/kg] ± SD | Promedio [mg/kg] ± SD |
| CRM 483 | 441 a ± 39,0 | 438 a ± 56,0 | 37,1 a ± 9,90 | 82,1 a ± 9,60 | 987 a ± 37,0 |
| CRM 483 M | 412 a ± 20,8 | 446 a ± 63,3 | 42,2 a ± 2,18 | - | - |
| CRM 483 ST | 458 a ± 6,28 | 441 a ± 60,1 | 50,1 a ± 3,38 | 84,8 a ± 9,41 | 842 b ± 48,0 |

(SD = Desviación Estándar; ND = No Detectado)

4.4 Extracción secuencial BCR aplicada a los biosólidos.

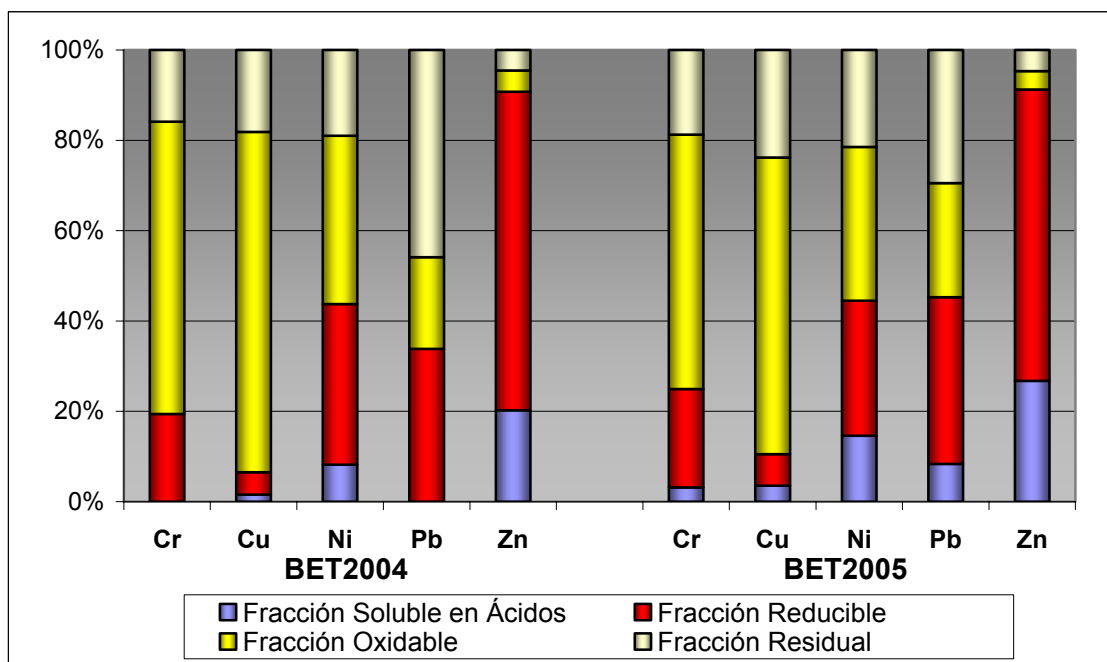
En la Tabla 4.4, se muestran los resultados de la extracción secuencial, aplicada a los biosólidos, BET2004 y BET2005. Se observa que existe una gran variabilidad entre los resultados obtenidos, sin establecerse una marcada tendencia.

Tabla 4.4 – Extracción secuencial BCR aplicada a los biosólidos BET2004 y BET2005

| Muestra | Concentración [mg·kg ⁻¹] | | | |
|-----------|--------------------------------------|---------------|------|------------|
| | M-CO ₃ | M-(MnOx/FeOx) | M-MO | M Residual |
| Cr | | | | |
| BET2004 | ND | 61,9 | 206 | 50,5 |
| BET2005 | 7,75 | 53,2 | 137 | 45,7 |
| Cu | | | | |
| BET2004 | 18,6 | 59,6 | 902 | 217 |
| BET2005 | 24,1 | 47,3 | 444 | 161 |
| Ni | | | | |
| BET2004 | 8,57 | 37,1 | 38,9 | 19,8 |
| BET2005 | 17,5 | 35,9 | 40,8 | 25,8 |
| Pb | | | | |
| BET2004 | ND | 45,6 | 27,3 | 61,8 |
| BET2005 | 8,61 | 37,8 | 25,9 | 30,2 |
| Zn | | | | |
| BET2004 | 471 | 1644 | 109 | 106 |
| BET2005 | 502 | 1211 | 76,5 | 87,4 |

Una comparación general, en función de la distribución porcentual de los metales pesados extraídos en las distintas fracciones, se muestra en la Figura 4.4.

Figura 4.4 – Distribución porcentual de los metales extraídos, al aplicar el método de extracción secuencial BCR, a los biosólidos BET2004 y BET2005.



Se observa claramente que el biosólido BET2005, posee un mayor porcentaje de metales asociados a carbonatos (fracción soluble en ácidos), que el biosólido BET2004. Sin embargo, no difieren en gran medida, en el resto de la distribución porcentual de metales.

4.5 Efecto de la aplicación de biosólidos sobre la distribución de las formas químicas de Cr, Cu, Ni, Pb y Zn.

4.5.1 Cromo

En las Figuras 4.5 y 4.6, se muestran la extracción secuencial de los suelos control y tratados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de BET2004 y BET2005, respectivamente. La aplicación de los biosólidos produjo variaciones, sin ser significativa en la mayoría de los suelos (Tablas 4.5 y 4.6).

Figura 4.5 – Extracción secuencial BCR de Cr, en los suelos CB, EM, LP y M, control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de BET2004.

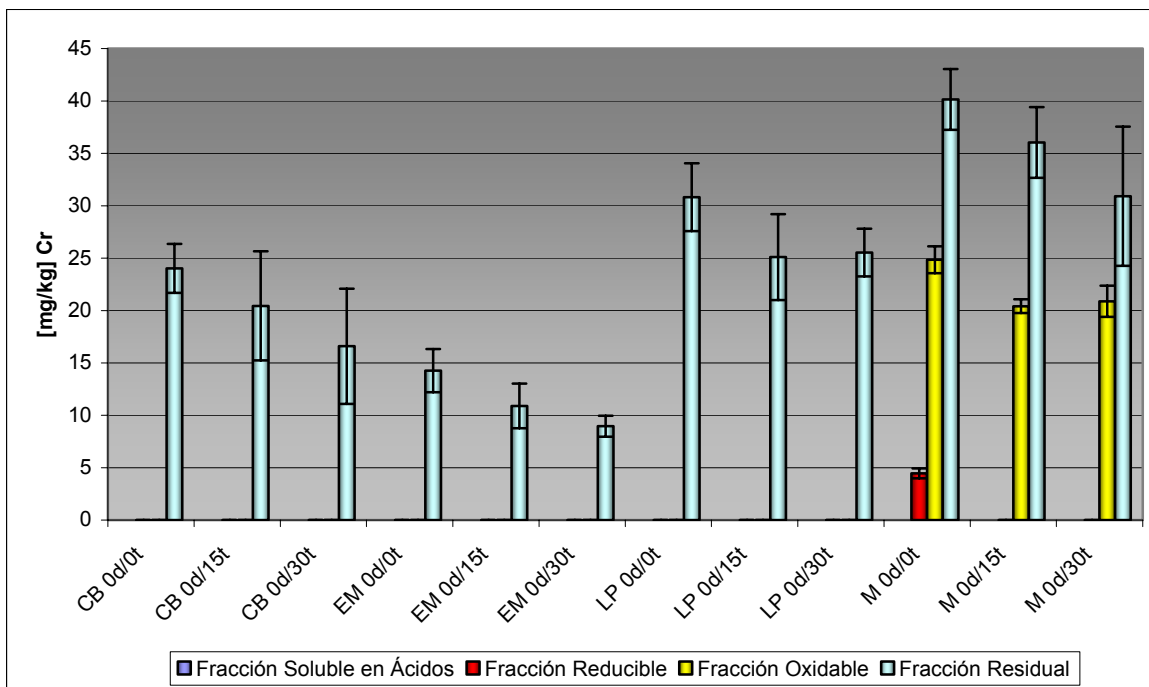


Figura 4.6 – Extracción secuencial BCR de Cr, en los suelos CB, EM, LP y M, control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de BET2005

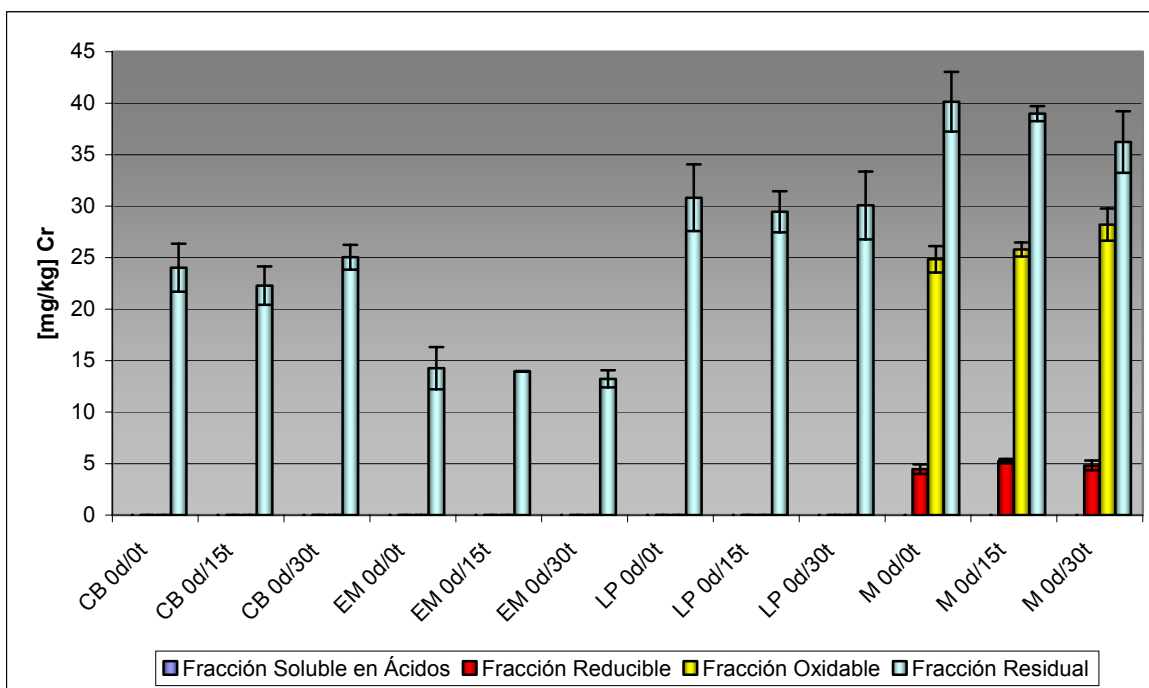


Tabla 4.5 – Influencia de la aplicación de biosólido BET2004 sobre la concentración de Cr en los suelos.

| Suelo | Concentración [$\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$] | | | |
|--------------|--|----------------|--------|-------------|
| | Cr-CO ₃ | Cr-(MnOx/FeOx) | Cr-MO | Cr Residual |
| CB 0d/0t (+) | ND* | ND | ND | 24,0 a |
| CB 0d/15t | ND | ND | ND | 20,4 a |
| CB 0d/30t | ND | ND | ND | 16,6 a |
| EM 0d/0t | ND | ND | ND | 14,2 b |
| EM 0d/15t | ND | ND | ND | 10,9 ab |
| EM 0d/30t | ND | ND | ND | 8,96 a |
| LP 0d/0t | ND | ND | ND | 30,8 a |
| LP 0d/15t | ND | ND | ND | 25,1 a |
| LP 0d/30t | ND | ND | ND | 25,5 a |
| M 0d/0t | ND | 4,47 | 24,8 b | 40,1 a |
| M 0d/15t | ND | ND | 20,4 a | 36,0 a |
| M 0d/30t | ND | ND | 20,9 a | 30,9 a |

(+) 0d: Antes de la incubación; 0t, 15t y 30t: 0, 15 y 30 $\text{Mg}\cdot\text{ha}^{-1}$, respectivamente. * Promedios (n=9) para las muestras de suelo, en la misma columna seguidos por la misma letra no presentan diferencias estadísticamente significativas para $P<0.05$ de acuerdo a Tukey HSD. ND = No Detectado

Tabla 4.6 – Influencia de la aplicación de biosólido BET2005 sobre la concentración de Cr en los suelos.

| Suelo | Concentración [$\text{mg}\cdot\text{Kg}^{-1}$] | | | |
|--------------|--|----------------|---------|-------------|
| | Cr-CO ₃ | Cr-(MnOx/FeOx) | Cr-MO | Cr Residual |
| CB 0d/0t (+) | ND* | ND | ND | 24,0 a |
| CB 0d/15t | ND | ND | ND | 22,3 a |
| CB 0d/30t | ND | ND | ND | 25,1 a |
| EM 0d/0t | ND | ND | ND | 14,3 a |
| EM 0d/15t | ND | ND | ND | 14,0 a |
| EM 0d/30t | ND | ND | ND | 13,2 a |
| LP 0d/0t | ND | ND | ND | 30,8 a |
| LP 0d/15t | ND | ND | ND | 29,5 a |
| LP 0d/30t | ND | ND | ND | 30,1 a |
| M 0d/0t | ND | 4,47 a | 24,8 a | 40,2 a |
| M 0d/15t | ND | 5,24 a | 25,8 ab | 39,0 a |
| M 0d/30t | ND | 4,83 a | 28,2 b | 36,3 a |

(+) 0d: Antes de la incubación; 0t, 15t y 30t: 0, 15 y 30 $\text{Mg}\cdot\text{ha}^{-1}$, respectivamente. * Promedios (n=9) para las muestras de suelo, en la misma columna seguidos por la misma letra no presentan diferencias estadísticamente significativas para $P<0.05$ de acuerdo a Tukey HSD. ND = No Detectado

Al extraer secuencialmente, se encontró en el suelo control y en el tratado con BET2004, que Cr estaba presente en la mayoría de los suelos en forma inerte, ya que sólo fue detectado en la fracción residual. En el suelo M, control y tratado con BET2005, se encontró además de la forma residual, en las formas reducible y oxidable.

Se ha encontrado que el tratamiento con biosólidos, implica un incremento de las fracciones más lábiles de Cr, y una disminución de la fracción inerte de Cr en los suelos (Sims y Kline, 1991). Este incremento, con excepción del suelo M tratado con BET2005, no fue detectado.

Si bien el Cr no está considerado dentro de los metales a restringir por el proyecto de norma (CONAMA, 2001), juega un importante papel en el crecimiento de las plantas, dependiendo del estado de oxidación a que éstas se encuentren expuestas (Kabata-Pendias, 1984). Por otra parte, estudios sobre la aplicación sistemática de biosólidos con grandes concentraciones de Cr ($300 \text{ kg}\cdot\text{ha}^{-1}$ – $1045 \text{ Mg}\cdot\text{ha}^{-1}$) a suelos agrícolas, no acusan disminución del rendimiento en la producción del maíz. Sin embargo, cultivos más delicados, como el tabaco, cuando poseen una concentración entre 18 y $24 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ en sus hojas y de 375 a $410 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, en sus raíces, presentan síntomas de intoxicación por Cr^{6+} . Cabe destacar, que en general, la incorporación de Cr por las plantas es muy limitada, dado que es reducido en las raíces a Cr^{3+} , y no es translocado a las partes superiores de la planta (Epstein, 2003).

4.5.2 Cobre

En las Figuras 4.7 y 4.8, se muestran los resultados de la extracción secuencial de los suelos control y enmendados con 15 y $30 \text{ Mg}\cdot\text{ha}^{-1}$ de BET2004 y BET2005, respectivamente.

La aplicación de los biosólidos produjo variaciones en los suelos, sin ser significativa en la mayoría de ellos (Tablas 4.7 y 4.8).

Figura 4.7 – Extracción secuencial BCR de Cu, en los suelos CB, EM, LP y M, control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de BET2004.

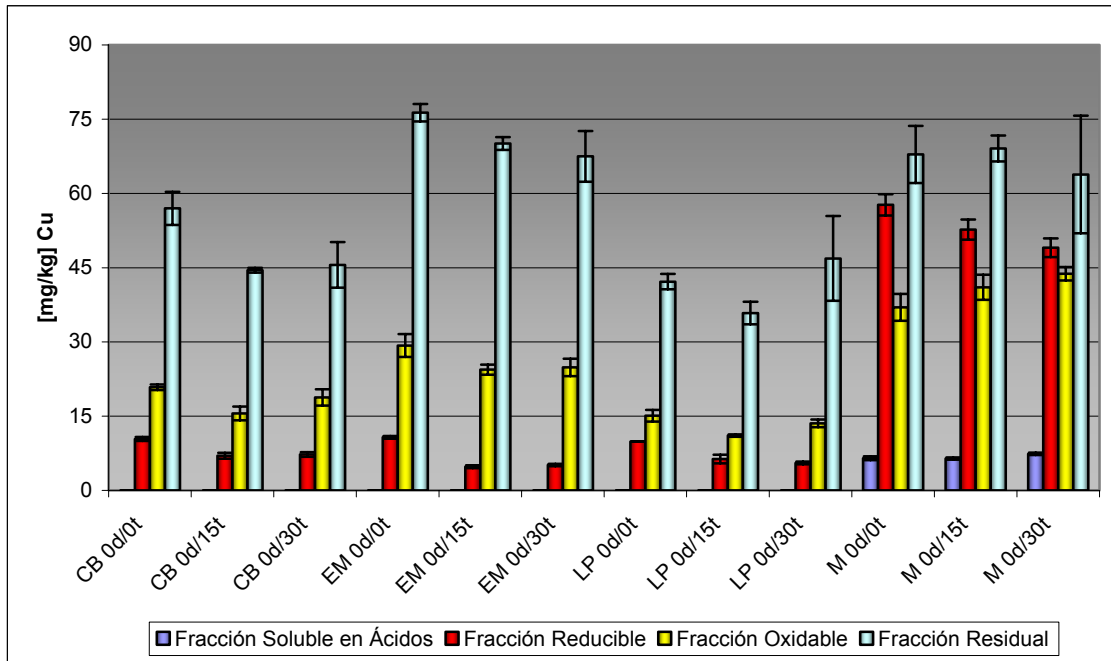


Figura 4.8 – Extracción secuencial BCR de Cu, en los suelos CB, EM, LP y M, control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de BET2005.

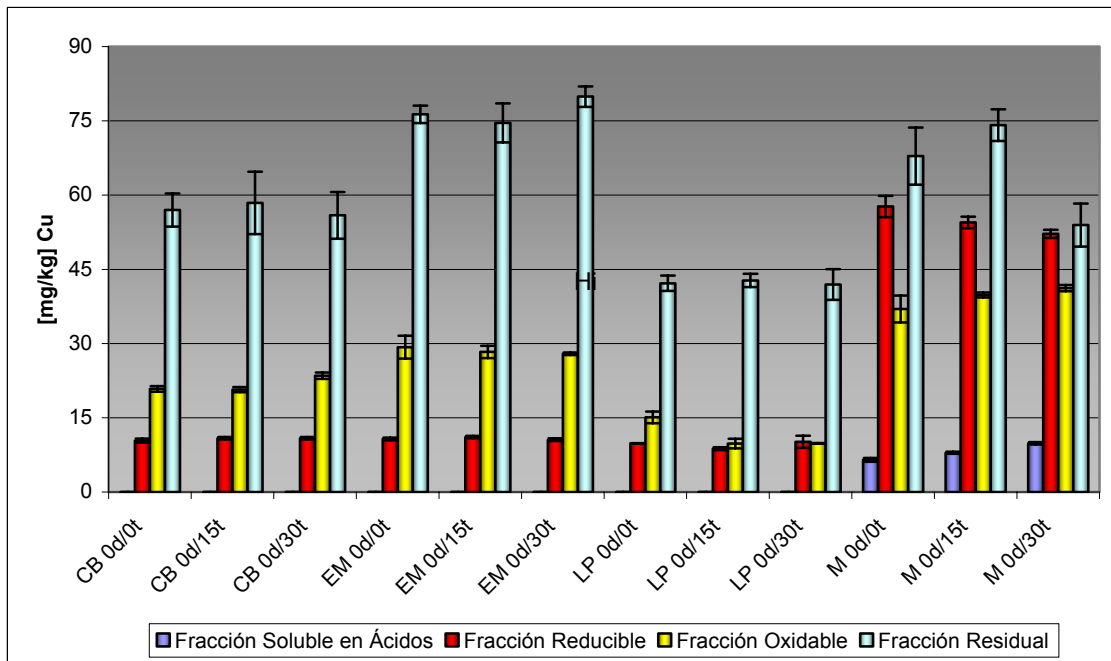


Tabla 4.7 – Influencia de la aplicación de biosólido BET2004 sobre la concentración de Cu en los suelos.

| Suelo | Concentración [mg·kg ⁻¹] | | | |
|--------------|--------------------------------------|----------------|----------|-------------|
| | Cu-CO ₃ | Cu-(MnOx/FeOx) | Cu-MO | Cu Residual |
| CB 0d/0t (+) | ND* | 10,4 b | 20,8 b | 57,0 b |
| CB 0d/15t | ND | 7,02 a | 15,6 a | 44,5 a |
| CB 0d/30t | ND | 7,29 a | 18,77 ab | 45,6 a |
| EM 0d/0t | ND | 10,7 b | 29,3 b | 76,3 a |
| EM 0d/15t | ND | 4,80 a | 24,4 a | 70,1 a |
| EM 0d/30t | ND | 5,15 a | 24,9 ab | 67,5 a |
| LP 0d/0t | ND | 9,88 b | 15,1 a | 42,2 a |
| LP 0d/15t | ND | 6,36 a | 11,09 a | 35,8 a |
| LP 0d/30t | ND | 5,57 a | 13,6 a | 46,9a |
| M 0d/0t | 6,51 a | 57,7 b | 37,0 a | 67,9 a |
| M 0d/15t | 6,45 a | 52,7 ab | 41,0 ab | 69,1 a |
| M 0d/30t | 7,40 b | 49,0 a | 43,8 b | 63,8 a |

(+) 0d: Antes de la incubación; 0t, 15t y 30t: 0, 15 y 30 Mg·ha⁻¹, respectivamente. * Promedios (n=9) para las muestras de suelo, en la misma columna seguidos por la misma letra no presentan diferencias estadísticamente significativas para P<0.05 de acuerdo a Tukey HSD. ND = No Detectado

Tabla 4.8 – Influencia de la aplicación de biosólido BET2005 sobre la concentración de Cu en los suelos.

| Suelo | Concentración [mg·kg ⁻¹] | | | |
|--------------|--------------------------------------|----------------|---------|-------------|
| | Cu-CO ₃ | Cu-(MnOx/FeOx) | Cu-MO | Cu Residual |
| CB 0d/0t (+) | ND* | 10,4 a | 20,8 a | 57,0 a |
| CB 0d/15t | ND | 10,9 a | 20,7 a | 58,4 a |
| CB 0d/30t | ND | 10,9 a | 23,5 b | 55,9 a |
| EM 0d/0t | ND | 10,7 a | 29,3 a | 76,3 a |
| EM 0d/15t | ND | 11,1 a | 28,3 a | 74,6 a |
| EM 0d/30t | ND | 10,6 a | 27,9 a | 79,9 a |
| LP 0d/0t | ND | 9,88 a | 15,1 b | 42,2 a |
| LP 0d/15t | ND | 8,76 a | 9,81 a | 42,8 a |
| LP 0d/30t | ND | 10,16 a | 9,87 a | 41,9 a |
| M 0d/0t | 6,51 a | 57,7 b | 37,0 a | 67,9a |
| M 0d/15t | 7,95 b | 54,5 ab | 39,8 ab | 74,1 a |
| M 0d/30t | 9,85 c | 52,2 a | 41,2 b | 53,9 a |

(+) 0d: Antes de la incubación; 0t, 15t y 30t: 0, 15 y 30 Mg·ha⁻¹, respectivamente. * Promedios (n=9) para las muestras de suelo, en la misma columna seguidos por la misma letra no presentan diferencias estadísticamente significativas para P<0.05 de acuerdo a Tukey HSD. ND = No Detectado

Respecto del fraccionamiento de Cu, su distribución siguió el siguiente orden: Cu-Residual > Cu-MO > Cu-(MnOx/FeOx) > Cu-CO₃. Con excepción del suelo M, la forma de Cu soluble en ácidos no fue detectada. En el suelo M, esta forma constituye alrededor del 5% del Cu total.

Al agregar BET2004 en su dosis más alta, se observa un incremento significativo en la concentración de Cu, en la fracción más lábil del suelo M (fracción soluble en ácidos), aunque considerando, que la normativa en estudio (CONAMA, 2001), asigna esta dosis para ser aplicada a suelos erosionados, sin potencial uso benéfico inmediato, no habría una mayor preocupación, con respecto a la disponibilidad de Cu, para los vegetales de consumo humano.

Alrededor de un 30% del contenido total de Cu en los suelos, corresponde a su fracción oxidable (Cu asociado a materia orgánica), lo que es esperable debido a los altos valores para constantes de formación de complejos orgánicos de Cu (Hickey y Kittrick, 1984), con excepción del suelo M en que la segunda parte en importancia del Cu, se encuentra asociado a la fracción reducible (Cu asociado a óxidos de Fe y Mn). Se ha encontrado que los óxidos de Fe y Mn pueden servir de importante control de los altos niveles de Cu en los suelos, debido a su gran área superficial y capacidad de adsorción de éstos, además de la habilidad del Cu²⁺ de reemplazar Fe²⁺ en algunos óxidos de Fe (Hickey y Kittrick, 1984).

Como se esperaba, y similar a lo encontrado por Hickey y Kittrick, se encontró que la mayor parte del Cu en los suelos en estudio estaba asociado a la fracción residual.

En general, no se observa un incremento significativo en el contenido de Cu en las fracciones de los suelos enmendados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de BET2004, al ser comparados con el suelo control, pero si se puede observar una gran variabilidad entre éstos. El tratamiento de los suelos con BET2005, al igual que con BET2004, incrementó la fracción lábil en el suelo M, lo que implica que para este suelo en particular, hay un aumento en la disponibilidad de Cu, al tratarlo con dosis equivalente de 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de biosólido. Este incremento de la forma lábil de Cu en el suelo M, podría ser beneficioso para las plantas, debido a que el Cu

juega un papel importante en la fotosíntesis y la respiración, ya que está contenido en enzimas y proteínas vegetales (Epstein, 2003).

4.5.3 Níquel

En las Figuras 4.9 y 4.10, se muestran los resultados de la extracción secuencial de los suelos control y tratados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de BET2004 y BET2005, respectivamente.

En las Tablas 4.9 y 4.10, se observa que al realizar la extracción secuencial, sólo se detectó Ni en la fracción residual, tanto en los suelos control, como en los tratados con BET2004 y BET2005.

Figura 4.9 – Extracción secuencial BCR de Ni, en los suelos CB, EM, LP y M, control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de BET2004.

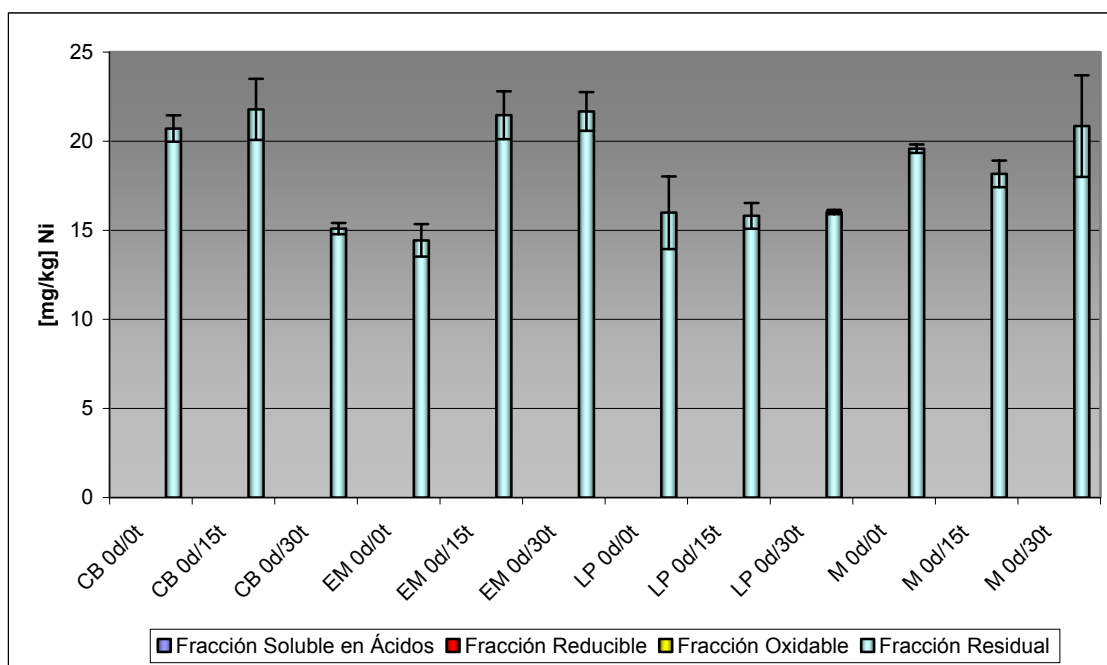


Figura 4.10 – Extracción secuencial BCR de Ni, en los suelos CB, EM, LP y M, control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de BET2005.

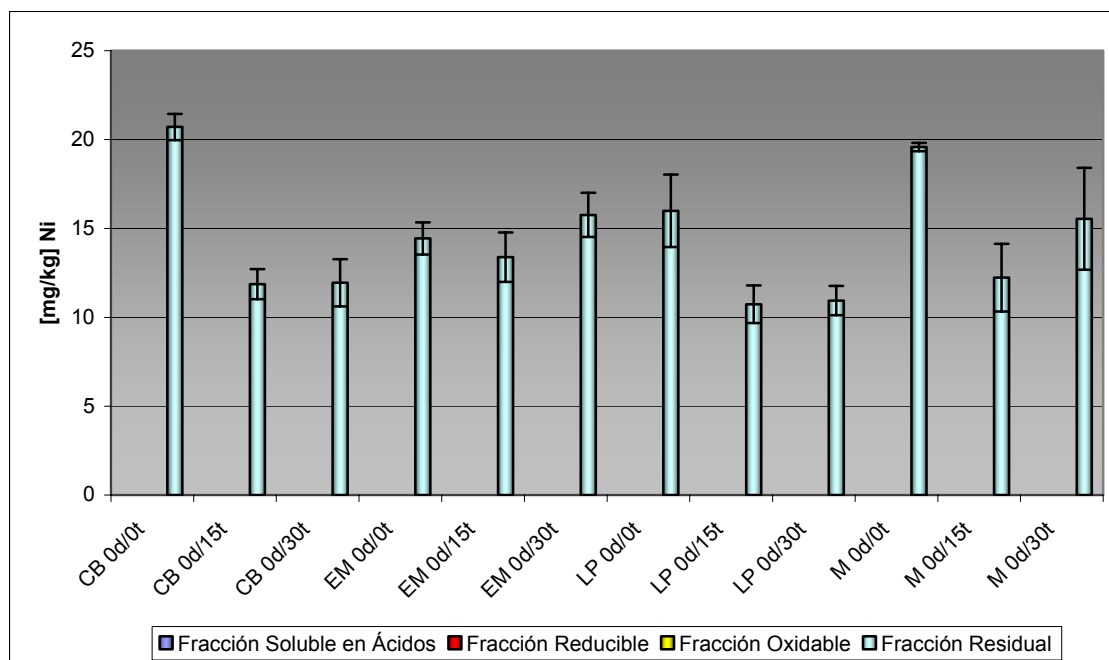


Tabla 4.9 – Influencia de la aplicación de biosólido BET2004 sobre la concentración de Ni en los suelos.

| Suelo | Concentración [mg·kg ⁻¹] | | | |
|--------------|--------------------------------------|----------------|-------|-------------|
| | Ni-CO ₃ | Ni-(MnOx/FeOx) | Ni-MO | Ni Residual |
| CB 0d/0t (+) | ND* | ND | ND | 20,7 b |
| CB 0d/15t | ND | ND | ND | 11,9 a |
| CB 0d/30t | ND | ND | ND | 11,9 a |
| EM 0d/0t | ND | ND | ND | 14,4 a |
| EM 0d/15t | ND | ND | ND | 13,4 a |
| EM 0d/30t | ND | ND | ND | 15,8 a |
| LP 0d/0t | ND | ND | ND | 16,0 b |
| LP 0d/15t | ND | ND | ND | 10,7 a |
| LP 0d/30t | ND | ND | ND | 10,9 a |
| M 0d/0t | ND | ND | ND | 19,6 b |
| M 0d/15t | ND | ND | ND | 12,2 ab |
| M 0d/30t | ND | ND | ND | 15,5 a |

(+) 0d: Antes de la incubación; 0t, 15t y 30t: 0, 15 y 30 Mg·ha⁻¹, respectivamente. * Promedios (n=9) para las muestras de suelo, en la misma columna seguidos por la misma letra no presentan diferencias estadísticamente significativas para P<0.05 de acuerdo a Tukey HSD. ND = No Detectado

Tabla 4.10 – Influencia de la aplicación de biosólido BET2005 sobre la concentración de Ni en los suelos.

| Suelo | Concentración [mg·kg ⁻¹] | | | |
|--------------|--------------------------------------|----------------|-------|-------------|
| | Ni-CO ₃ | Ni-(MnOx/FeOx) | Ni-MO | Ni Residual |
| CB 0d/0t (+) | ND* | ND | ND | 20,7 b |
| CB 0d/15t | ND | ND | ND | 21,8 b |
| CB 0d/30t | ND | ND | ND | 15,1 a |
| EM 0d/0t | ND | ND | ND | 14,4 a |
| EM 0d/15t | ND | ND | ND | 21,5 b |
| EM 0d/30t | ND | ND | ND | 21,7 b |
| LP 0d/0t | ND | ND | ND | 16,0 a |
| LP 0d/15t | ND | ND | ND | 15,8 a |
| LP 0d/30t | ND | ND | ND | 16,0 a |
| M 0d/0t | ND | ND | ND | 19,6 a |
| M 0d/15t | ND | ND | ND | 18,2 a |
| M 0d/30t | ND | ND | ND | 20,8 a |

(+) 0d: Antes de la incubación; 0t, 15t y 30t: 0, 15 y 30 Mg·ha⁻¹, respectivamente. * Promedios (n=9) para las muestras de suelo, en la misma columna seguidos por la misma letra no presentan diferencias estadísticamente significativas para P<0.05 de acuerdo a Tukey HSD. ND = No Detectado

La incorporación de biosólidos, produjo variaciones en la fracción residual, que fue significativa sólo en el suelo EM, tratado con BET2005, donde se observó un incremento importante. Por otra parte, se produjo un efecto de dilución en esta fracción, en los suelos CB y LP.

Como se esperaba, en el caso de Ni, la fracción residual fue lejos la más importante, similares resultados fueron encontrados por Hickey y Kittrick, 1984; y Ma y Rao, 1997.

Cabe hacer notar que el contenido total de Ni (Tablas 7.7 y 7.8, Figuras 4.2 y 4.3), tanto en los suelos control, como en los suelos enmendados con biosólidos, no concuerda con el Ni total extraído secuencialmente, encontrándose que la fracción residual, en la mayoría de los suelos, supera ampliamente el contenido total de Ni. Si bien la metodología de digestión ácida es adecuada para la disolución total de la matriz (Burriel, 2000), estos errores de cuantificación pueden deberse a que la proporción de los ácidos utilizada en el proceso de digestión, no fue la adecuada. Por otra parte, el Ni es comúnmente ocluido por silicatos durante procesos

naturales de erosión del suelo (Hickey y Kittrick, 1984), por lo que se requiere de la inclusión de HF, para disolver completamente estos compuestos, y cuantificarlos adecuadamente.

4.5.4 Plomo

En las Figuras 4.11 y 4.12, se muestran los resultados de la extracción secuencial aplicada a los suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de BET2004 y BET2005, respectivamente.

En las Tablas 4.11 y 4.12, se observó que la metodología de extracción secuencial no fue eficiente para determinar las distintas fracciones de Pb, posiblemente por la baja concentración de este metal en los suelos CB, EM y LP. Aunque el suelo M presentó el contenido más alto, tampoco fue satisfactorio el fraccionamiento realizado, ya que sólo se detectó Pb en la fracción reducible.

Figura 4.11 – Extracción secuencial BCR de Pb, en los suelos CB, EM, LP y M, control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de BET2004.

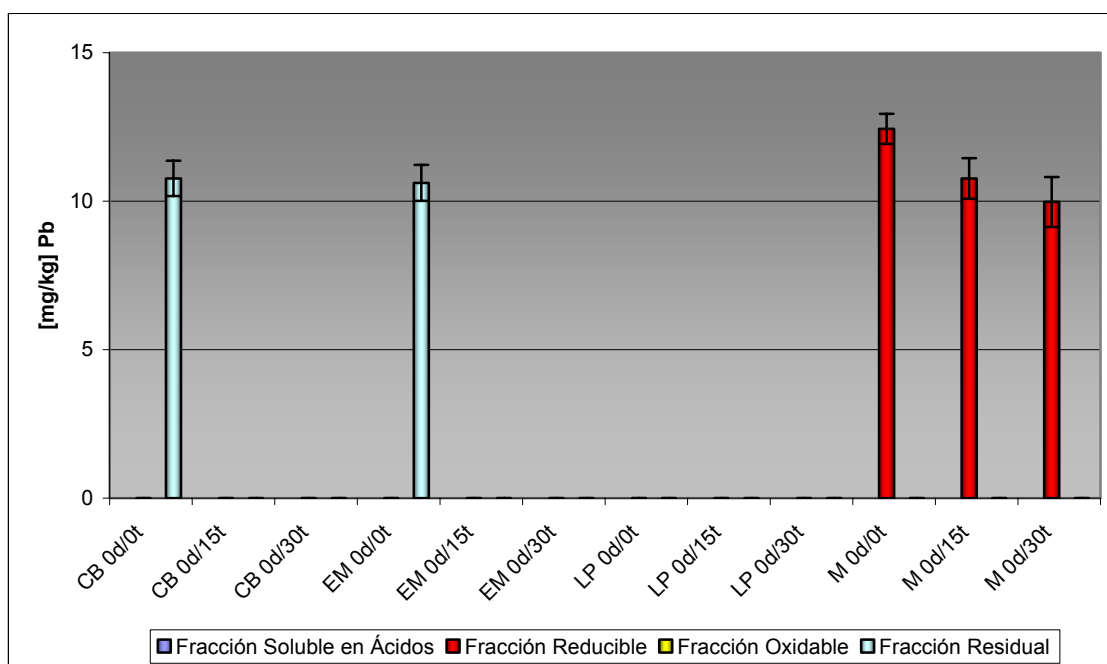


Figura 4.12 – Extracción secuencial BCR de Pb, en los suelos CB, EM, LP y M, control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de BET2005.

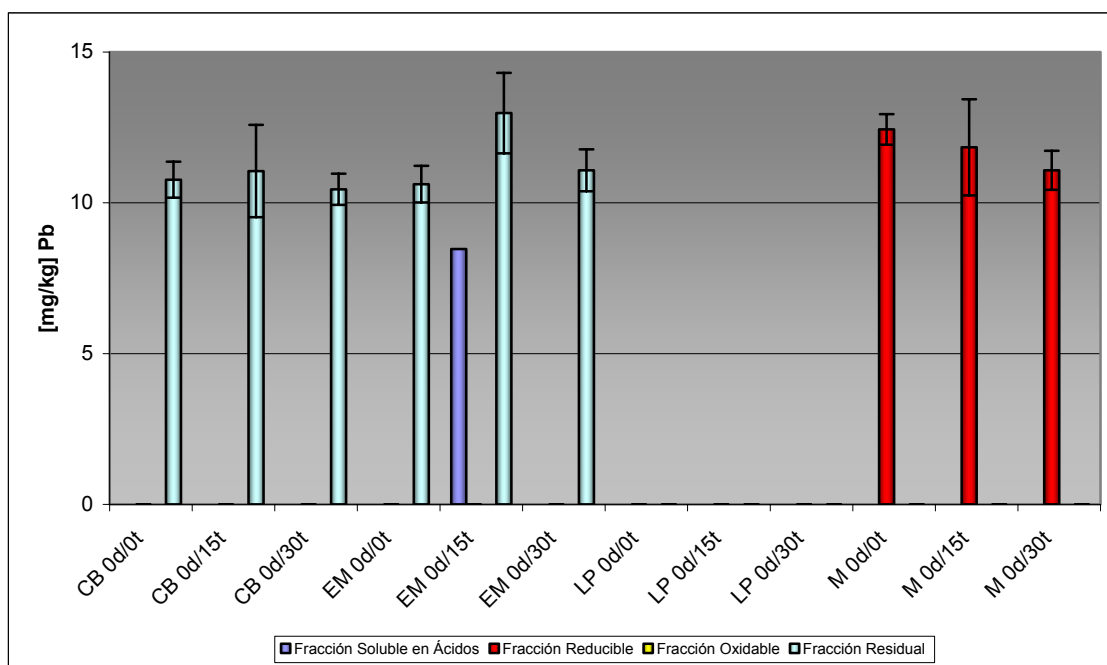


Tabla 4.11 – Influencia de la aplicación de biosólido BET2004 sobre la concentración de Pb en los suelos.

| Suelo | Concentración [mg·kg ⁻¹] | | | |
|--------------|--------------------------------------|----------------|-------|-------------|
| | Pb-CO ₃ | Pb-(MnOx/FeOx) | Pb-MO | Pb Residual |
| CB 0d/0t (+) | ND* | ND | ND | 10,8 a |
| CB 0d/15t | ND | ND | ND | ND |
| CB 0d/30t | ND | ND | ND | ND |
| EM 0d/0t | ND | ND | ND | 10,6 a |
| EM 0d/15t | ND | ND | ND | ND |
| EM 0d/30t | ND | ND | ND | ND |
| LP 0d/0t | ND | ND | ND | ND |
| LP 0d/15t | ND | ND | ND | ND |
| LP 0d/30t | ND | ND | ND | ND |
| M 0d/0t | ND | 12,4 b | ND | ND |
| M 0d/15t | ND | 10,8 ab | ND | ND |
| M 0d/30t | ND | 9,98 a | ND | ND |

(+) 0d: Antes de la incubación; 0t, 15t y 30t: 0, 15 y 30 Mg·ha⁻¹, respectivamente. * Promedios (n=9) para las muestras de suelo, en la misma columna seguidos por la misma letra no presentan diferencias estadísticamente significativas para P<0.05 de acuerdo a Tukey HSD. ND = No Detectado

Tabla 4.12 – Influencia de la aplicación de biosólido BET2005 sobre la concentración de Pb en los suelos.

| Suelo | Concentración [$\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$] | | | |
|--------------|--|----------------|-------|-------------|
| | Pb-CO ₃ | Pb-(MnOx/FeOx) | Pb-MO | Pb Residual |
| CB 0d/0t (+) | ND* | ND | ND | 10,8 a |
| CB 0d/15t | ND | ND | ND | 11,1 a |
| CB 0d/30t | ND | ND | ND | 10,4 a |
| EM 0d/0t | ND | ND | ND | 10,6 a |
| EM 0d/15t | 8,47 | ND | ND | 13,0 b |
| EM 0d/30t | ND | ND | ND | 11,1 ab |
| LP 0d/0t | ND | ND | ND | ND |
| LP 0d/15t | ND | ND | ND | ND |
| LP 0d/30t | ND | ND | ND | ND |
| M 0d/0t | ND | 12,4 a | ND | ND |
| M 0d/15t | ND | 11,8 a | ND | ND |
| M 0d/30t | ND | 11,1 a | ND | ND |

(+) 0d: Antes de la incubación; 0t, 15t y 30t: 0, 15 y 30 $\text{Mg}\cdot\text{ha}^{-1}$, respectivamente. * Promedios (n=9) para las muestras de suelo, en la misma columna seguidos por la misma letra no presentan diferencias estadísticamente significativas para $P<0.05$ de acuerdo a Tukey HSD. ND = No Detectado

Debido a que la recuperación de Pb extraído secuencialmente sólo representa alrededor del 50% del contenido total de Pb en la mayoría de los suelos, al igual que en el caso de Ni, deberá utilizarse otra técnica analítica más sensible para su determinación, o una extracción secuencial más eficiente.

4.5.5 Cinc

En las Figuras 4.13 y 4.14, se muestran los resultados de la extracción secuencial aplicada a los suelos control y enmendados con 15 y 30 $\text{Mg}\cdot\text{ha}^{-1}$ de BET2004 y BET2005, respectivamente.

Respecto del fraccionamiento de Zn, su distribución siguió en general el siguiente orden: Zn-Residual > Zn-(MnOx/FeOx) > Zn-CO₃ > Zn-MO.

Figura 4.13 – Extracción secuencial BCR de Zn, en los suelos CB, EM, LP y M, control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de BET2004.

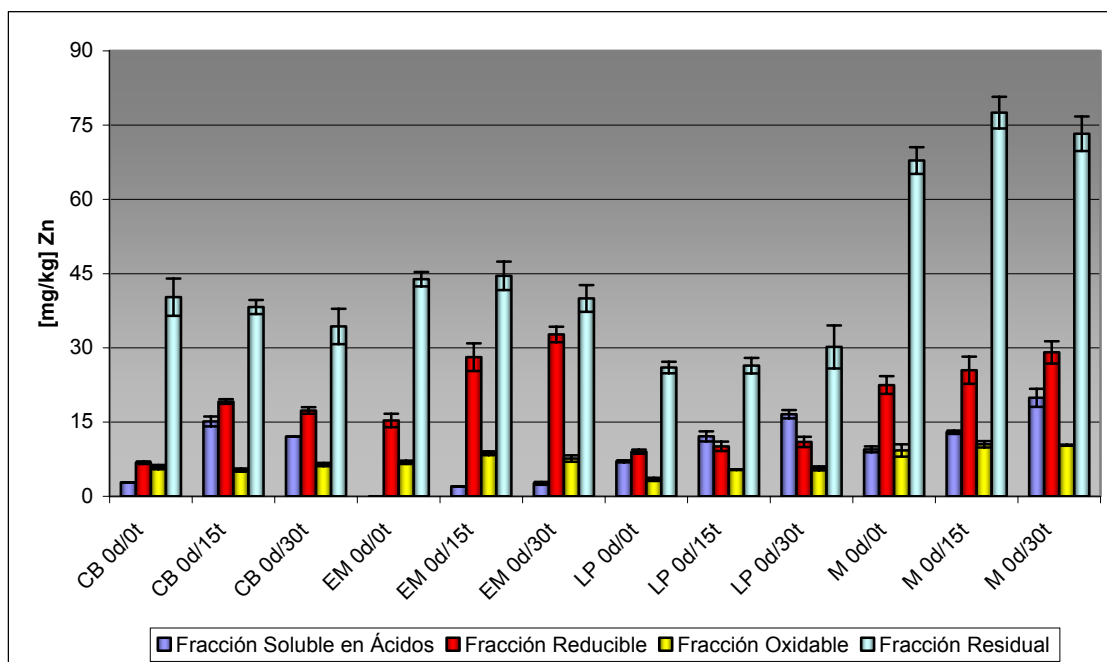
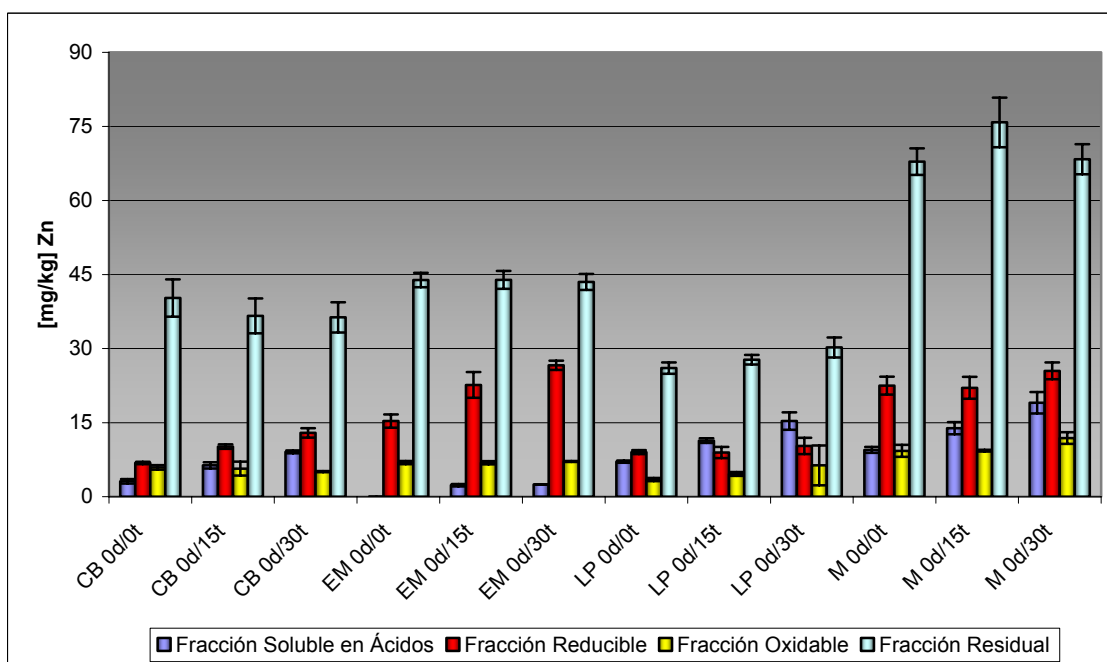


Figura 4.14 – Extracción secuencial BCR de Zn, en los suelos CB, EM, LP y M, control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de BET2005.



De los suelos control, el suelo con una mayor concentración de Zn en todas sus fracciones, fue el suelo M.

En las Tablas 4.13 y 4.14, se observó que la aplicación de biosólidos produjo un incremento significativo de la fracción soluble en ácidos de Zn.

Al aplicar biosólidos, se observó un aumento generalizado y significativo de la fracción reducible de Zn, con excepción de los suelos LP tratado con ambos biosólidos, y M tratado con BET2005, donde se observó homogeneidad estadística. Esta fracción constituye entre un 12 y un 40% del contenido total de Zn, siendo la segunda fracción en orden de importancia. Zn se encuentra principalmente asociado a óxidos cristalinos de Fe y Mn, debido a que posee una constante de estabilidad lo suficientemente alta, como para estar concentrado en esta fracción (Ramos y col., 1994).

En la fracción de Zn oxidable, sólo se observó un incremento significativo en los suelos EM y LP tratados con BET2004.

En la fracción de Zn residual, hay homogeneidad estadística en todos los suelos. Cerca del 60% del contenido total de Zn en la mayoría de los suelos, corresponde a su fracción residual, lo que concuerda con otro trabajo en suelos de tipo Mollisol, pertenecientes a la misma zona geográfica (Ahumada y col., 2004). Este resultado era esperable, ya que se ha encontrado que en suelos tratados con biosólidos, el contenido primario de Zn, se encuentra en su forma inerte (Dudley y col., 1986).

Tabla 4.13 – Influencia de la aplicación de biosólido BET2004 sobre la concentración de Zn en los suelos.

| Suelo | Concentración [$\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$] | | | |
|--------------|--|----------------|---------|-------------|
| | Zn-CO ₃ | Zn-(MnOx/FeOx) | Zn-MO | Zn Residual |
| CB 0d/0t (+) | 2,84 a* | 6,82 a | 5,92 a | 40,2 a |
| CB 0d/15t | 15,1 b | 19,1 b | 5,32 a | 38,2 a |
| CB 0d/30t | 12,1 b | 17,3 b | 6,44 a | 34,3 a |
| EM 0d/0t | ND | 15,3 a | 6,89 a | 43,9 a |
| EM 0d/15t | 2,04 a | 28,1 b | 8,70 b | 44,6 a |
| EM 0d/30t | 2,64 a | 32,7 b | 7,65 ab | 40,0 a |
| LP 0d/0t | 7,08 a | 9,04 a | 3,46 a | 26,0 a |
| LP 0d/15t | 12,1 b | 10,1 a | 5,41 b | 26,4 a |
| LP 0d/30t | 16,6 c | 11,0 a | 5,67 b | 30,2 a |
| M 0d/0t | 9,50 a | 22,5 a | 9,28 a | 67,9 a |
| M 0d/15t | 13,0 b | 25,5 ab | 10,5 a | 77,5 a |
| M 0d/30t | 19,9 c | 29,1 b | 10,3 a | 73,3 a |

(+) 0d: Antes de la incubación; 0t, 15t y 30t: 0, 15 y 30 $\text{Mg}\cdot\text{ha}^{-1}$, respectivamente. * Promedios (n=9) para las muestras de suelo, en la misma columna seguidos por la misma letra no presentan diferencias estadísticamente significativas para $P<0.05$ de acuerdo a Tukey HSD. ND = No Detectado

Tabla 4.14 – Influencia de la aplicación de biosólido BET2005 sobre la concentración de Zn en los suelos.

| Suelo | Concentración [$\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$] | | | |
|--------------|--|----------------|--------|-------------|
| | Zn-CO ₃ | Zn-(MnOx/FeOx) | Zn-MO | Zn Residual |
| CB 0d/0t (+) | 3,11 a* | 6,82 a | 5,92 a | 40,2 a |
| CB 0d/15t | 6,33 b | 10,2 b | 5,68 a | 36,6 a |
| CB 0d/30t | 9,09 c | 12,9 c | 5,08 a | 36,3 a |
| EM 0d/0t | ND | 15,3 a | 6,89 a | 43,9 a |
| EM 0d/15t | 2,32 a | 22,6 b | 6,86 a | 43,9 a |
| EM 0d/30t | 2,45 a | 26,6 b | 7,11 a | 43,5 a |
| LP 0d/0t | 7,08 a | 9,04 a | 3,46 a | 26,0 a |
| LP 0d/15t | 11,4 b | 8,95 a | 4,60 a | 27,7 a |
| LP 0d/30t | 15,3 c | 10,3 a | 6,34 a | 30,2 a |
| M 0d/0t | 9,50 a | 22,5 a | 9,28 a | 67,9 a |
| M 0d/15t | 13,9 b | 22,0 a | 9,34 a | 75,8 a |
| M 0d/30t | 19,0 c | 25,5 a | 11,9 a | 68,4 a |

(+) 0d: Antes de la incubación; 0t, 15t y 30t: 0, 15 y 30 $\text{Mg}\cdot\text{ha}^{-1}$, respectivamente. * Promedios (n=9) para las muestras de suelo, en la misma columna seguidos por la misma letra no presentan diferencias estadísticamente significativas para $P<0.05$ de acuerdo a Tukey HSD. ND = No Detectado

4.6 Efecto del tiempo de incubación y de la aplicación de biosólidos sobre la distribución de las formas químicas de Cu y Zn.

Durante el presente estudio, se observó que para Cr, Ni y Pb no hubo influencia del tiempo de incubación y de la aplicación de biosólidos en los suelos tratados con biosólidos, por tanto se realizó el estudio sólo para Cu y Zn. Para determinar la influencia del tiempo de incubación y de la dosis de biosólido aplicado, sobre el fraccionamiento de los elementos en los suelos, se realizó un diseño factorial a dos niveles. Este diseño, se hizo para cada fracción de Cu y Zn extraída secuencialmente.

4.6.1 Cobre

En las Figuras 4.15 y 4.16, se presentan los resultados de la extracción secuencial de Cu, de los suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de BET2004 y BET2005, respectivamente, incubados en condiciones de humedad de campo por 60 días.

Se encontró que la fracción de Cu soluble en ácidos no fue detectada en los suelos CB, EM y LP, en forma similar a lo observado antes de incubar (Figuras 4.7 y 4.8).

En el suelo M, la fracción de Cu soluble en ácidos se encuentra influenciada por la dosis de biosólido aplicada, el tiempo de incubación y la interacción entre estos factores (Tablas 4.15 y 4.16).

La fracción reducible de Cu, fue distinta para cada suelo; en el suelo CB dependió sólo de la dosis de biosólido aplicada. En el suelo EM, dependió sólo de la dosis de BET2004; en cambio, cuando se trató con BET2005, influyó la dosis de biosólido y la interacción entre estos factores, al igual que en el suelo LP, tratado con ambos biosólidos; y en el suelo M, dependió de la todos los factores presentados, al ser tratado con BET2004, y sólo de la dosis de biosólido, al ser tratado con BET2005.

Figura 4.15 – Extracción secuencial BCR de Cu, en los suelos CB, EM, LP y M, control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de BET2004, incubados por 60 días en condiciones de humedad de campo.

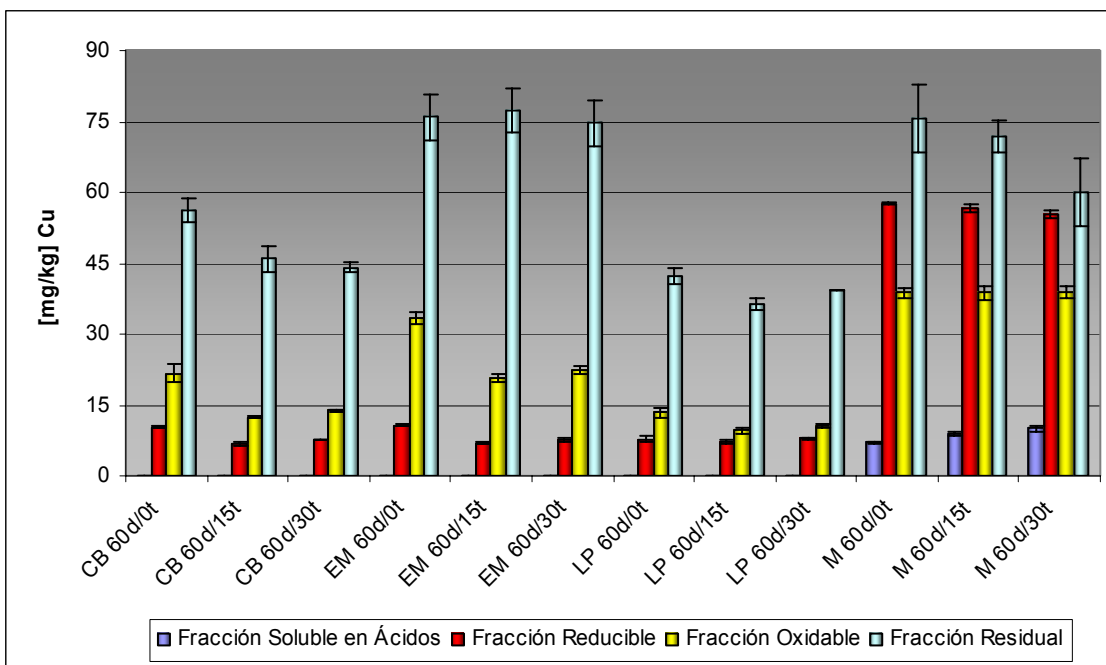


Figura 4.16 – Extracción secuencial BCR de Cu, en los suelos CB, EM, LP y M, control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de BET2005, incubados por 60 días en condiciones de humedad de campo.

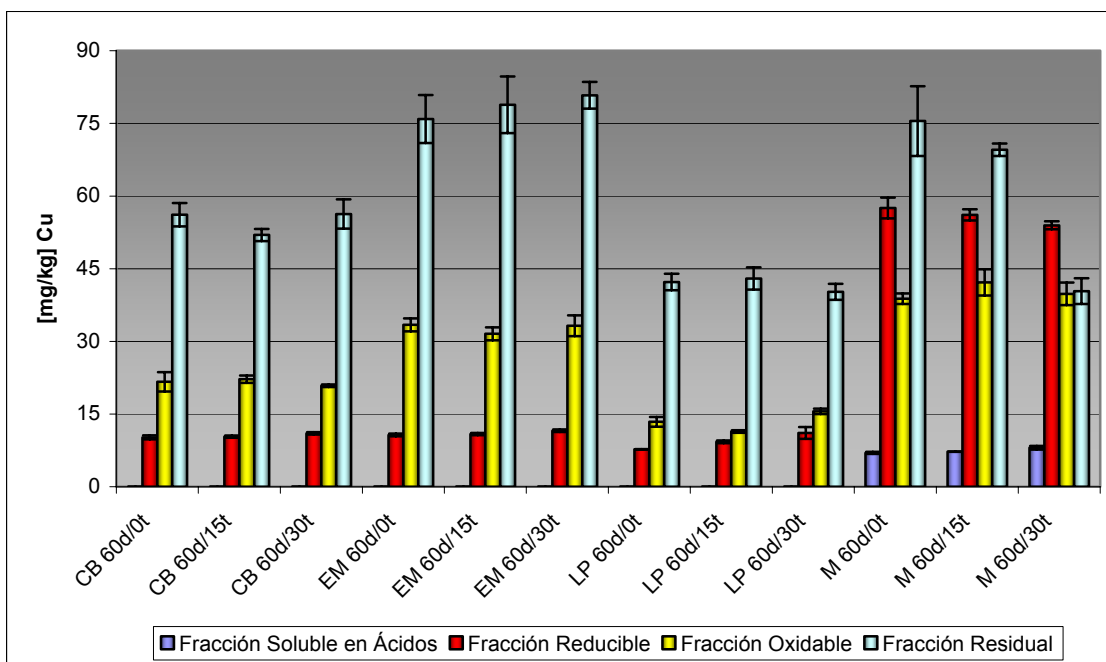


Tabla 4.15 – Influencia del tiempo de incubación y dosis del biosólido (15 y 30 Mg·ha⁻¹) BET2004 sobre el fraccionamiento de Cu.

| Suelo Fracción | Biosólido (B) | Tiempo (T) | Interacción (B·T) | Ecuación de Regresión |
|---------------------|---------------|------------|-------------------|--|
| CB Reducible | - | Ns | Ns | [Cu-(MnOx/FeOx)] = 9,98 - 0,104*B |
| CB Oxidable | - | Ns | Ns | [Cu-(MO)] = 19,6 - 0,0923*B |
| CB Residual | - | Ns | Ns | [Cu Residual] = 54,8 - 0,401*B |
| EM Reducible | - | Ns | Ns | [Cu-(MnOx/FeOx)] = 9,95 - 0,186*B |
| EM Oxidable | - | Ns | Ns | [Cu-(MO)] = 28,4 - 0,147*B |
| EM Residual | Ns | Ns | Ns | [Cu Residual] = 75,7 |
| LP Reducible | - | Ns | + | [Cu-(MnOx/FeOx)] = 9,49 - 0,145*B + 0,00254*B*T |
| LP Oxidable | - | - | Ns | [Cu-(MO)] = 14,3 - 0,0500*B - 0,0276*T |
| LP Residual | Ns | Ns | Ns | [Cu Residual] = 39,5 |
| M Soluble en Ácidos | + | + | + | [Cu-(CO ₃)] = 6,33 + 0,0311*B + 0,0129*T + 0,00120*B*T |
| M Reducible | - | + | + | [Cu-(MnOx/FeOx)] = 57,4 - 0,288*B + 0,00231*T + 0,00357*B*T |
| M Oxidable | + | Ns | - | [Cu-(MO)] = 37,2 + 0,227*B - 0,00372*B*T |
| M Residual | Ns | Ns | Ns | [Cu Residual] = 69,4 |

(+) Influencia Positiva; (-) Influencia Negativa; Ns = Influencia No significativa para P<0.05

En la fracción de Cu oxidable en los suelos CB y EM, influyó sólo la dosis de BET2004 aplicada. En el suelo LP, además de la dosis de biosólido aplicada, dependió del tiempo de incubación. Por último, en el suelo M, influyeron la dosis de BET2004 aplicada y la interacción de ambos factores. En suelo EM en esta fracción, influyó sólo el tiempo de incubación, y en el suelo LP, la interacción entre la dosis de biosólido aplicada y el tiempo de incubación.

Tabla 4.16 – Influencia del tiempo de incubación y dosis del biosólido (15 y 30 Mg·ha⁻¹) BET2005 sobre el fraccionamiento de Cu.

| Suelo Fracción | Biosólido (B) | Tiempo (T) | Interacción (B·T) | Ecuación de Regresión |
|---------------------|---------------|------------|-------------------|--|
| CB Reducible | + | Ns | Ns | [Cu-(MnOx/FeOx)] = 10,5 + 0,0167*B |
| CB Oxidable | Ns | Ns | Ns | [Cu-(MO)] = 20,4 |
| CB Residual | Ns | Ns | Ns | [Cu Residual] = 57,6 |
| EM Reducible | + | Ns | + | [Cu-(MnOx/FeOx)] = 10,9 - 0,00333*B + 0,000556*B*T |
| EM Oxidable | Ns | + | Ns | [Cu-(MO)] = 29,2 + 0,0630*T |
| EM Residual | + | + | + | [Cu Residual] = 75,3 + 0,121*B + 0,0134*T + 0,000660*B*T |
| LP Reducible | + | Ns | + | [Cu-(MnOx/FeOx)] = 9,55 + 0,00833*B + 0,00166*B*T |
| LP Oxidable | Ns | Ns | + | [Cu-(MO)] = 14,5 + 0,00394*B*T |
| LP Residual | Ns | Ns | Ns | [Cu Residual] = 42,4 |
| M Soluble en Ácidos | + | - | - | [Cu-(CO ₃)] = 6,43 + 0,111*B + 0,00787*T - 0,00124*B*T |
| M Reducible | - | Ns | Ns | [Cu-(MnOx/FeOx)] = 57,5 - 0,183*B |
| M Oxidable | Ns | Ns | Ns | [Cu-(MO)] = 37,2 |
| M Residual | - | Ns | Ns | [Cu Residual] = 72,6 - 0,517*B |

(+) Influencia Positiva; (-) Influencia Negativa; Ns = Influencia No significativa para P<0.05

La fracción de Cu residual en los suelos CB y M, tratados con BET2004 y BET2005, dependió sólo de la dosis de biosólidos aplicada. En el suelo EM, tratado con BET2005, dependió sólo del tiempo de incubación, mientras que en el resto de los suelos fue independiente de los factores estudiados.

4.6.2 Cinc

En las Figuras 4.17 y 4.18, se presentan los resultados de la extracción secuencial de Zn, de los suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de BET2004 y BET2005, respectivamente, incubados en condiciones de humedad de campo por 60 días.

Las Tablas 4.17 y 4.18 muestran la influencia del tiempo de incubación y dosis del biosólido aplicada, sobre el fraccionamiento de Zn en los suelos.

Figura 4.17 – Extracción secuencial BCR de Zn, en los suelos CB, EM, LP y M, control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de BET2004, incubados por 60 días en condiciones de humedad de campo.

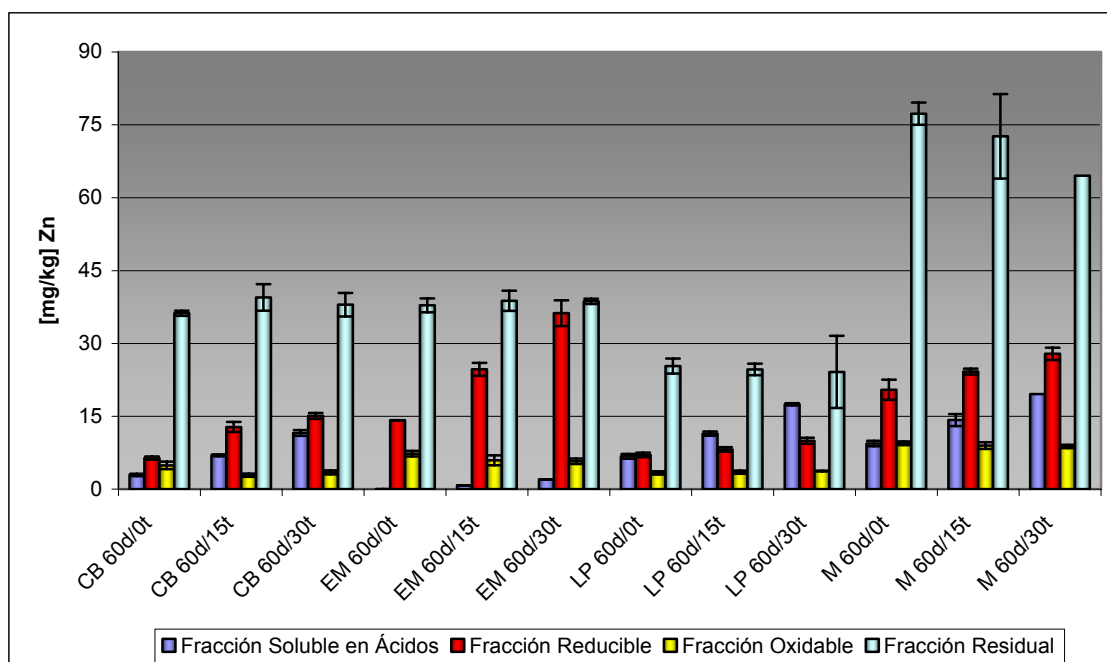
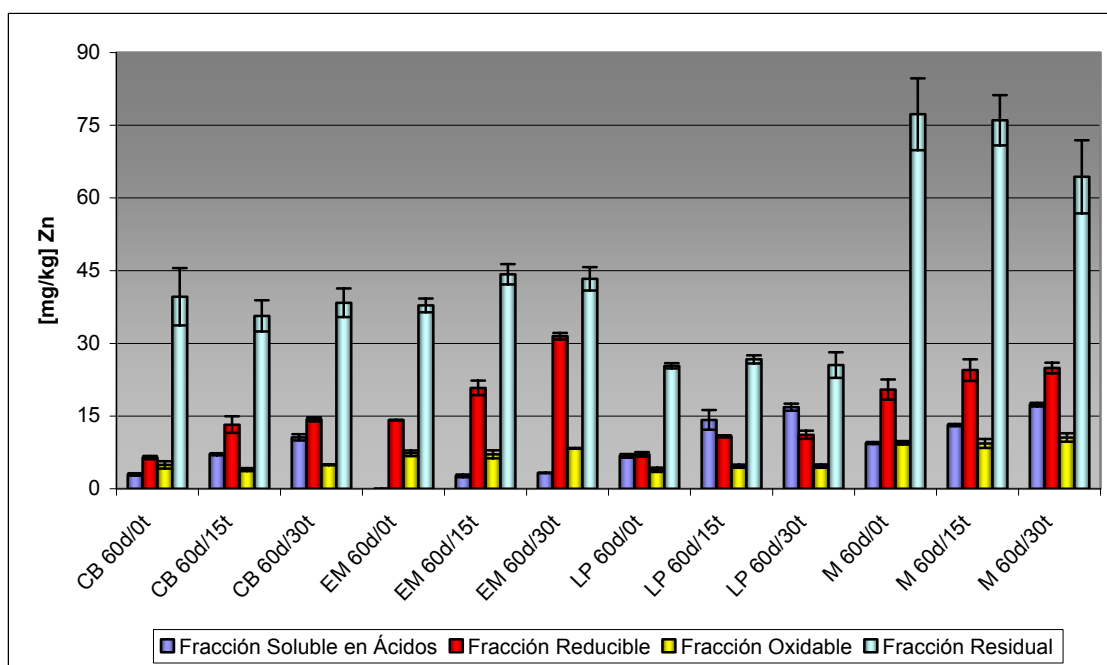


Figura 4.18 – Extracción secuencial BCR de Zn, en los suelos CB, EM, LP y M, control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de BET2005, incubados por 60 días en condiciones de humedad de campo.



En todos los suelos tratados con ambos biosólidos, su incorporación influyó positivamente, incrementando la fracción de Zn soluble en ácidos. En el suelo CB tratado con BET2005, el tiempo de incubación y la interacción entre ambos factores, fueron causantes también de dicho incremento, al igual que en el suelo EM, tratado con BET2004.

Respecto de la fracción de Zn reducible, la incorporación de ambos biosólidos influyó positivamente en esta fracción en todos los suelos. Sólo en el suelo LP, tratado con BET2004 se encontró que el tiempo de incubación influyó negativamente. Por el contrario, en el suelo EM tratado con BET2005, además influyó la interacción entre la dosis aplicada y el tiempo de incubación.

Tabla 4.17 – Influencia del tiempo de incubación y dosis del biosólido (15 y 30 Mg·ha⁻¹) BET2004 sobre el fraccionamiento de Zn.

| Suelo Fracción | Biosólido (B) | Tiempo (T) | Interacción (B·T) | Ecuación de Regresión |
|----------------------|---------------|------------|-------------------|---|
| CB Soluble en Ácidos | + | - | Ns | $[Zn-(CO_3)] = 6,10 + 0,309*B - 0,054*T$ |
| CB Reducible | + | Ns | Ns | $[Zn-(MnOx/FeOx)] = 8,97 + 0,392*B$ |
| CB Oxidable | Ns | - | - | $[Zn-(MO)] = 5,47 - 0,0182*T - 0,00118*B*T$ |
| CB Residual | Ns | Ns | Ns | $[Zn Residual] = 40,5$ |
| EM Soluble en Ácidos | + | - | - | $[Zn-(CO_3)] = 0,162 + 0,0927*B - 0,00308*T - 0,000567*B*T$ |
| EM Reducible | + | Ns | Ns | $[Zn-(MnOx/FeOx)] = 16,7 + 0,579*B$ |
| EM Oxidable | Ns | - | - | $[Zn-(MO)] = 7,36 - 0,00423*T - 0,00128*B*T$ |
| EM Residual | Ns | - | Ns | $[Zn Residual] = 44,8 - 0,113*T$ |
| LP Soluble en Ácidos | + | Ns | Ns | $[Zn-(CO_3)] = 7,18 + 0,317*B$ |
| LP Reducible | + | - | Ns | $[Zn-(MnOx/FeOx)] = 9,0678 + 0,0651*B - 0,0350*T$ |
| LP Oxidable | + | - | - | $[Zn-(MO)] = 3,75 + 0,0734*B - 0,00679*T - 0,00100*B*T$ |
| LP Residual | Ns | - | - | $[Zn Residual] = 25,4717 - 0,00247*T - 0,00298*B*T$ |
| M Soluble en Ácidos | + | Ns | Ns | $[Zn-(CO_3)] = 9,06 + 0,347*B$ |
| M Reducible | + | Ns | Ns | $[Zn-(MnOx/FeOx)] = 22,4 + 0,220*B$ |
| M Oxidable | Ns | - | Ns | $[Zn-(MO)] = 9,51667 - 0,00190*T$ |
| M Residual | Ns | Ns | - | $[Zn Residual] = 70,1 - 0,0104*B*T$ |

(+) Influencia Positiva; (-) Influencia Negativa; Ns = Influencia No significativa para P<0.05

Tabla 4.18 – Influencia del tiempo de incubación y dosis del biosólido (15 y 30 Mg·ha⁻¹) BET2005 sobre el fraccionamiento de Zn.

| Suelo Fracción | Biosólido (B) | Tiempo (T) | Interacción (B·T) | Ecuación de Regresión |
|----------------------|---------------|------------|-------------------|--|
| CB Soluble en Ácidos | + | + | + | $[Zn-(CO_3)] = 3,18 + 0,201*B - 0,00184*T + 0,000890*B*T$ |
| CB Reducible | + | Ns | Ns | $[Zn-(MnOx/FeOx)] = 6,92 + 0,204*B$ |
| CB Oxidable | Ns | - | Ns | $[Zn-(MO)] = 6,11 - 0,0292*T$ |
| CB Residual | Ns | Ns | Ns | $[Zn Residual] = 39,7$ |
| EM Soluble en Ácidos | + | Ns | Ns | $[Zn-(CO_3)] = 0,366 + 0,0817*B$ |
| EM Reducible | + | Ns | + | $[Zn-(MnOx/FeOx)] = 15,9 + 0,376*B + 0,00319*B*T$ |
| EM Oxidable | Ns | + | Ns | $[Zn-(MO)] = 6,84 + 0,00522*T$ |
| EM Residual | Ns | Ns | Ns | $[Zn Residual] = 44,1$ |
| LP Soluble en Ácidos | + | Ns | Ns | $[Zn-(CO_3)] = 7,14 + 0,275*B$ |
| LP Reducible | + | Ns | Ns | $[Zn-(MnOx/FeOx)] = 8,88 + 0,0416*B$ |
| LP Oxidable | Ns | Ns | Ns | $[Zn-(MO)] = 3,39$ |
| LP Residual | + | - | - | $[Zn Residual] = 26,0 + 0,140*B - 0,00339*T - 0,00225*B*T$ |
| M Soluble en Ácidos | + | Ns | Ns | $[Zn-(CO_3)] = 9,37 + 0,318*B$ |
| M Reducible | + | Ns | Ns | $[Zn-(MnOx/FeOx)] = 21,8 + 0,0996*B$ |
| M Oxidable | + | Ns | Ns | $[Zn-(MO)] = 8,90 + 0,0806*B$ |
| M Residual | Ns | Ns | Ns | $[Zn Residual] = 70,3$ |

(+) Influencia Positiva; (-) Influencia Negativa; Ns = Influencia No significativa para P<0.05

En cuanto a la fracción de Zn oxidable, la dosis de biosólidos incrementó significativamente esta fracción sólo en el suelo LP tratado con BET2004 y en el suelo M tratado con BET2005. Por último, en el suelo LP tratado con BET2005, la fracción residual experimentó un incremento significativo debido a la aplicación de biosólido.

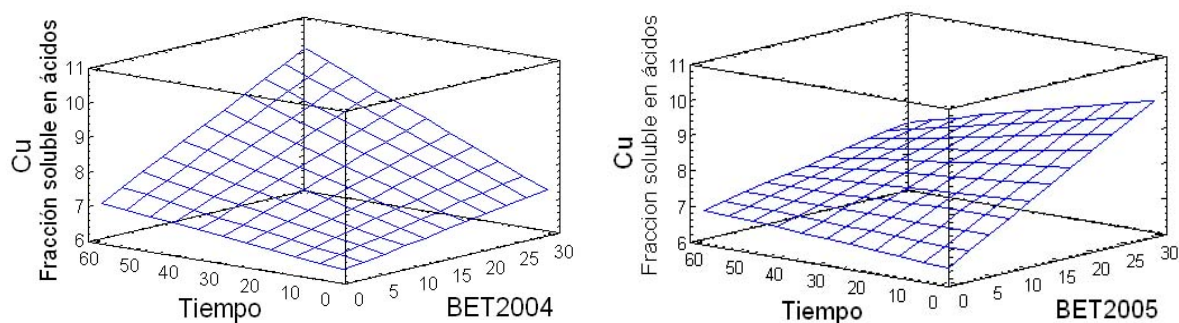
Si bien, existe variación entre los suelos y sus distintas fracciones, tanto para Cu, como para Zn, se observó que a pesar de la importancia estadística de los factores en estudio, en general predomina la influencia de la incorporación de biosólido, por sobre el tiempo de incubación, o la interacción entre estos factores, ya que existe la tendencia de estabilización de las formas químicas en las distintas fracciones en el tiempo (Dudley y col., 1986).

4.6.3 Influencia del tiempo de incubación y de la aplicación de biosólidos sobre la disponibilidad de Cu y Zn.

El método de extracción secuencial utilizado, contempla el uso de soluciones extractantes, cuya capacidad de lixiviación se va incrementando en cada etapa. De la misma forma, se asume que la biodisponibilidad de los metales decrece con cada paso sucesivo en el método de extracción (Ma y Rao, 1997). Desde este punto de vista, la fracción soluble en ácidos corresponde a la fracción más lábil, y por consiguiente hay una mayor susceptibilidad de que la planta incorpore metales pesados desde esta fracción, que desde fracciones menos móviles.

Aunque ya fue presentado un análisis sobre la influencia del tiempo de incubación y de la aplicación de biosólidos sobre la distribución de las formas químicas de Cu y Zn, se consideró importante enfatizar esta influencia sobre la fracción más lábil de los suelos en estudio. En la Figura 4.19, se presenta la superficie de respuesta estimada para el suelo M, el único en el que se observó la presencia de Cu en esta forma.

Figura 4.19 – Superficie de respuesta estimada de la influencia del tiempo de incubación (días) y la aplicación de biosólidos ($\text{Mg}\cdot\text{ha}^{-1}$), sobre la fracción soluble en ácidos, en el suelo M.



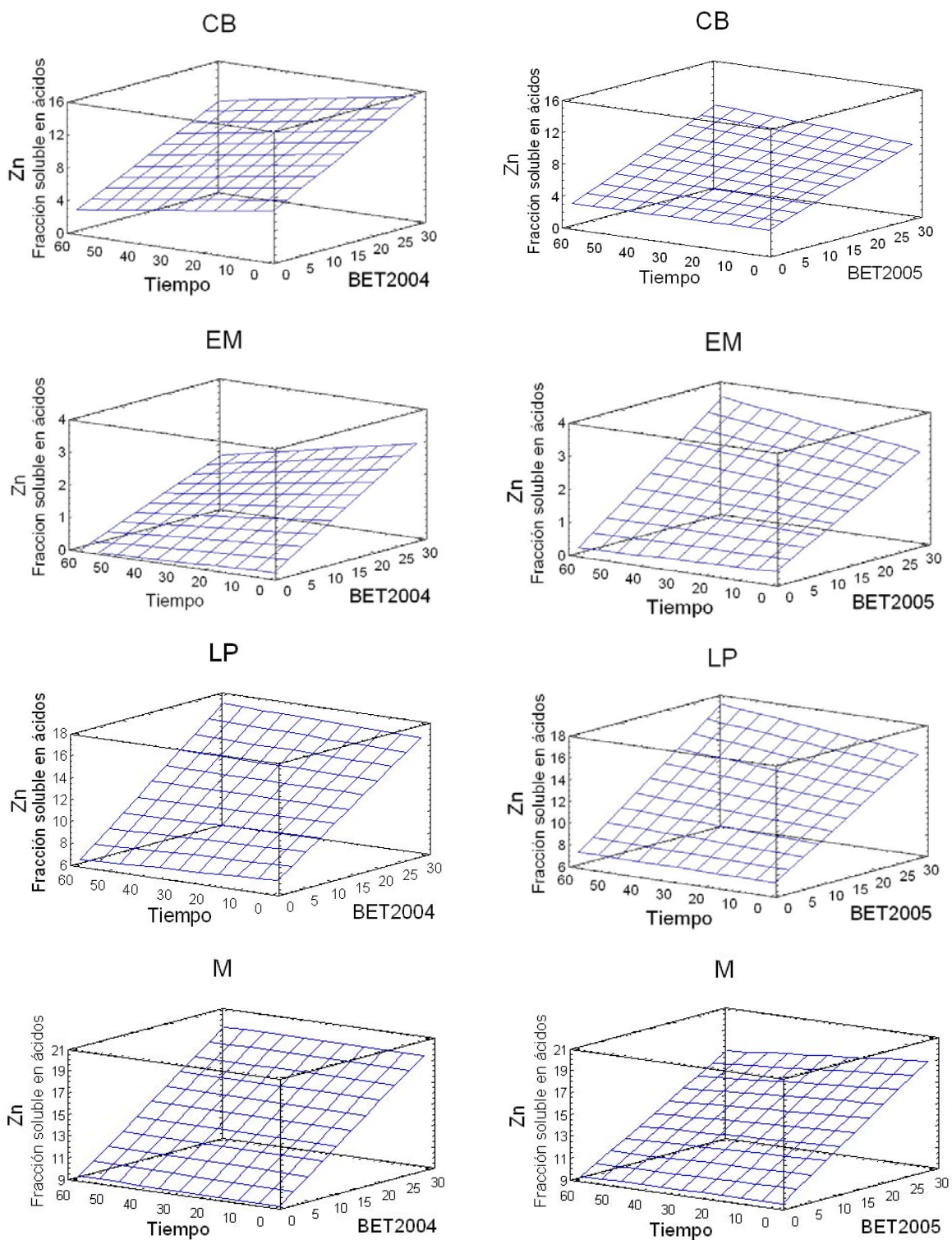
Si bien, en este caso, esta fracción depende de ambos factores considerados, independientemente del biosólido utilizado, se observó claramente que la dependencia en el caso del suelo tratado con BET2004, está asociada más claramente a la interacción de estos factores, mientras que en el suelo tratado con BET2005, dependió mayoritariamente de la dosis de biosólido aplicada, manteniéndose casi constante en función del tiempo.

En la Figura 4.20, se muestra la superficie de respuesta estimada para los suelos CB, EM, LP y M, y la influencia del tiempo de incubación y la aplicación de biosólidos, sobre la extractabilidad de Zn.

Se observó claramente que la extractabilidad de Zn de la fracción soluble en ácidos dependió en mayor medida de la dosis del biosólido aplicado, por sobre el tiempo de incubación, que tiende a ejercer una influencia constante.

Dado que la labilidad de Cu y Zn, dependió principalmente de la dosis de biosólidos aplicada, ésta constituye el parámetro principal a controlar, en cuanto a la disponibilidad de estos metales en los suelos estudiados.

Figura 4.20 – Superficie de respuesta estimada de la influencia del tiempo de incubación (días) y la aplicación de biosólidos ($Mg \cdot ha^{-1}$), de la fracción soluble en ácidos, en los suelos CB, EM, LP y M.



V. CONCLUSIONES

- En todos los suelos el orden en el contenido total de los metales considerados fue $Cu > Zn > Cr > Pb > Ni$.
- El suelo M se destacó por experimentar el más alto contenido total de los metales considerados. El orden experimentado de los distintos metales en los suelos fue el siguiente: para Cu, Zn y Pb: $M > EM > CB > LP$; para Cr: $M > LP > CB > EM$; y para Ni: $M > CB > EM > LP$.
- La aplicación de BET2004 y BET2005, incrementó el contenido total de metales en todos los suelos, aunque no fue significativo en la mayoría.
- A través del procedimiento de extracción secuencial aplicado, se determinó que la fracción predominante para todos los metales y en todos los suelos, fue la residual. Para Cr, Pb y Ni, generalmente se logró identificar solamente esta fracción en la mayoría de los suelos. Sólo en el suelo M se detectaron otras formas de Cr, asociado a óxidos de hierro y manganeso, y a la materia orgánica, y en este mismo suelo, Pb se encontró además de la residual, en su forma reducible. En cambio Cu y Zn se distribuyeron en las demás fracciones.
- La aplicación de biosólidos influyó de diferente forma en el fraccionamiento de los metales, dependiendo del biosólido aplicado y del metal. En el caso de Cr, la aplicación de BET2004, no afectó significativamente su fraccionamiento, en cambio, la aplicación de BET2005 influyó en la fracción oxidable del suelo M. En el caso de Cu, la aplicación de BET2004 influyó significativamente en el suelo M, en sus fracciones soluble en ácidos, y oxidable. Al aplicar BET2005, afectó de manera similar al suelo M. Respecto de Zn, la aplicación de BET2004, influyó significativamente en la fracción soluble en ácidos, en todos los suelos; en los suelos CB, EM y M en la fracción reducible; en los suelos EM y LP en la fracción oxidable. Al aplicar BET2005, se observó un comportamiento similar en la fracción soluble en ácidos, en todos los suelos en estudio. En la fracción reducible, solo influyó a los suelos CB y EM, sin afectar significativamente el resto de las fracciones.

- La influencia del tiempo de incubación mostró diferencias, en función del biosólido aplicado. No hay una tendencia clara en las fracciones de los suelos en estudio, al comparar entre Cu y Zn.

VI. BIBLIOGRAFIA

- Ahumada, I., P. Escudero, M.A. Carrasco, G. Castillo, L. Ascar and E. Fuentes. 2004. Use of sequential extraction to assess the influence of sewage sludge amendment on metal mobility in Chilean soils. *J. Environ. Monit.* 6:327 – 334.
- Burriel, F., F. Lucena Conde, S. Arribas Jimeno, J. Hernández Méndez. 2000. *Química Analítica Cualitativa*. Editorial Paraninfo, Madrid, España.
- Centro de Información de Recursos Naturales, CIREN. 1996. *Descripciones de Suelos Materiales y Símbolos. Estudio Agrológico Región Metropolitana. Publicación CIREN N° 115. Santiago, Chile.*
- Chang, A.C., A.L. Page, and F.T. Bingham. 1982. Heavy Metal Adsorption by Winter Wheat following termination of Cropland Sludge Applications. *J. Environ. Qual.* 11:705-708.
- Chang, A.C., J.E. Warneke, A.L. Page and J.L. Lund. 1984. Accumulation of Heavy Metals in Sewage Sludge-Treated Soils. *J. Environ. Qual.* 13:87-91.
- Comisión Nacional del Medio Ambiente, CONAMA. 2001. *Proyecto Definitivo de Reglamento sobre Manejo de Lodos No Peligrosos. Chile.*
- Dudley, L.M., B.L. McNeal and J.E. Baham. 1986. Time-dependent Changes in Soluble Organics, Copper, Nickel, and Zinc, from Sludge Ammended Soils. *J. Environ. Qual.* 15:188 – 192.
- Emmerich, W.E., L.J. Lund, A.L. Page and A.C. Chang. 1982. Solid Phase Forms of Heavy Metals in Sewage Sludge-Treated Soils. *J. Environ. Qual.* 11:178 – 181.
- Epstein, E. 2003. *Land Application of Sewage Sludge and Biosolids*. CRC Press LLC. United States of America.
- Hickey, M.G., and J.A. Kittrick. 1984. Chemical Partitioning of Cadmium, Copper, Nickel and Zinc in Soils and Sediments Containing High Levels of Heavy Metals. *J. Environ. Qual.* 13:372 – 376.
- Instituto Nacional de Normalización, INN. 2004. *Norma Chilena NCh 2880 Of2004. Compost – Clasificación y requisitos. Santiago, Chile.*

- John, M.K., and C.J. Van Laerhoven. 1976. *J. Environ. Qual.* 5:246 – 251.
- Kabata-Pendias, A., H. Pendias. 1984. *Trace Elements in Soils and Plants*. CRC Press, Inc., Boca Raton, Florida. United States.
- Keller, C., and J.C. Védy. 1994. Heavy Metals in the Environment. Distribution of Copper and Cadmium Fractions in Two Forest Soils. *J. Environ. Qual.* 23:987 – 999.
- King, L. D., Rudgers, L. A. and Webber, L. R. 1974. Application of Municipal Refuse and Liquid Sewage Sludge to Agricultural Land: I. Field Study. *J. Environ. Qual.* 3:361 – 366.
- Logan, T.J., B.J. Lindsay, L.E. Goins and J.A. Ryan. 1997. Field Assessment of Sludge Metal Bioavailability to Crops: Sludge Rate Response. *J. Environ. Qual.* 26:534 – 550.
- Ma, L.Q., and G.N. Rao. 1997. Chemical Fractionation of Cadmium, Copper, Nickel and Zinc in Contaminated Soils. *J. Environ. Qual.* 26:259 – 264.
- McBride, M.B. 1995. Toxic metal accumulation from agriculture use of sludge: Are USEPA regulations protective? *J. Environ. Qual.* 24:5 – 18.
- Pérez-Cid, B., A. Fernández Alborés, E. Fernández Gómez, E. and Falqué López. 2001. Metal fractionation in olive soil and urban sewage sludges using the three-stage BCR sequential extraction method and microwave single extractions. *Analyst* 126:1304 – 1311.
- Qiao, X.L., Y.M. Luo, P. Christie, M.H. Wong. 2003. Chemical speciation and extractability of Zn, Cu and Cd in two contrasting biosolids-amended clay soils. *Chemosphere* 50:823 – 829.
- Ramos, L., L.M. Hernández, and M.J. González. 1994. Sequential Fractionation of Copper, Lead, Cadmium and Zinc in soils from or near Doñana National Park. *J. Environ. Qual.* 23:50 – 57.
- Rauret, G., J.F. López-Sánchez, A. Sahuquillo, E. Barahona, M. Lachica, A.M. Ure, C.M. Davidson, A. Gómez, D. Lück, J. Bacon, M. Yli-Halla, H. Muntau, and Ph. Quevauviller. 2000a. Application of a modified BCR sequential extraction procedure for the determination of extractable trace metal contents in a sewage sludge amended soil reference material (CRM 483), complemented by three-

- year stability study of acetic acid and EDTA extractable metal content. *J. Environ. Monit.* 2:228 – 233.
- Rauret, G., J.F. López-Sánchez, A. Sahuquillo, E. Barahona, M. Lachica, A.M. Ure, C.M. Davidson, A. Gómez, A., D. Lück, J. Bacon, M. Yli-Halla, H. Muntau and Ph. Quevauviller. 2000b. Indicative values for extractable contents (mass fractions) of Cd, Cr, Cu, Ni, Pb and Zn in a sewage sludge amended soil (CRM 483) following the modified BCR-sequential extraction (three-step) procedure (Addendum to EUR-report 17127 EN). European Commission. Directorate General XII – Science, Research and Development.
 - Sadzawka, M.A. 2000. *Métodos de análisis de suelos*. Instituto de Investigaciones Agropecuarias, INIA, Chile. Serie N°16.
 - Sims, J.T., and J.S. Kline. 1991. Chemical Fractionation and Plant Uptake of Heavy Metals in Soils Amended with Co-Composted Sewage Sludge. *J. Environ. Qual.* 20:387 – 395.
 - Sommers, L.E., D.W. Nelson and K.J. Yost. 1976. Variable Nature of Chemical Composition of Sewage Sludges. *J. Environ. Qual.* 5:303 – 306.
 - Steinhilber, P., and F.C. Boswell. 1983. Fractionation and Characterization of Two Aerobic Sewage Sludges. *J. Environ. Qual.* 12:529 – 534.
 - Sutherland, R.A., and F.M.G. Tack. 2002. Determination of Al, Cu, Fe, Mn, Pb and Zn in certified reference materials using the optimized BCR sequential extraction procedure. *Analytica Chimica Acta* 454:249 – 257.
 - Ure, A.M., and C.M. Davidson. 1995. *Chemical Speciation in the Environment*. Department of Pure and Applied Chemistry. University of Strathclyde. Blackie Academic & Professional. Glasgow, England.
 - Ure, A.M., Ph. Quevauviller, H. Muntau, and B. Griepink. 1993. Speciation of heavy metals in soils and sediments. An account of the improvement and harmonization of extraction techniques undertaken under the auspices of the BCR of the Commission of the European Communities. *International J. Environ. Analytical Chemistry* 51:135 – 151.

- U.S. Environmental Protection Agency. 1982. Sludge and the Land: The Role of Soil and Water Conservation Districts in Land Application of Sewage Sludge. Final Report. Office of Water.
- U.S. Environmental Protection Agency. 1999. Biosolids Generation, Use, and Disposal in the United States. Municipal and Industrial Solid Waste Division. Office of Solid Waste. EPA530-R-99-009

VII. ANEXOS

Tabla 7.1 – Determinación de densidad aparente en los suelos.

| Suelos | Peso Probeta [g] | Peso Probeta + Suelo [g] | Peso Suelo [g] | Volumen [cm ³] | Densidad Aparente DA [g·cm ⁻³] | Densidad Aparente DA [kg·m ⁻³] |
|--------|------------------|--------------------------|----------------|----------------------------|--|--|
| CB | 120,47 | 174,89 | 54,42 | 40 | 1,36 | 1360,50 |
| EM | 220,73 | 309,57 | 88,84 | 70 | 1,27 | 1269,14 |
| LP | 120,46 | 181,74 | 61,28 | 39 | 1,57 | 1571,28 |
| M | 61,81 | 101,89 | 40,08 | 30 | 1,34 | 1336,00 |

Tabla 7.2 – Determinación de humedad del biosólido.

| Dosis | Masa Biosólido Húmedo <i>bh</i> [kg] | Masa Biosólido sobre base seca <i>bs</i> [kg] | Biosólido sobre base húmeda a utilizar en función de la dosis a aplicar <i>B</i> [kg] |
|-----------|--------------------------------------|---|---|
| 15 ton/ha | 0,0104831 | 0,0096830 | 16239,52411 |
| 30 ton/ha | 0,0104831 | 0,0096830 | 32479,04822 |

Tabla 7.3 – Determinación de humedad de campo en los suelos control.

| Suelos | Peso Suelo <i>ms</i> [g] | Peso Suelo Saturado [g] | Agua <i>ma</i> [g] |
|--------|--------------------------|-------------------------|--------------------|
| CB | 3,04 | 3,49 | 0,45 |
| EM | 3,06 | 3,76 | 0,70 |
| LP | 3,05 | 3,45 | 0,40 |
| M | 3,08 | 3,70 | 0,62 |

Tabla 7.4 – Determinación de Masa de Suelo / ha de terreno

| Suelos | Densidad Aparente DA [kg·m ⁻³] | Masa de suelo/Area Terreno MS [kg·ha ⁻¹] |
|--------|--|--|
| CB | 1360,50 | 2721000 |
| EM | 1269,14 | 2538285,714 |
| LP | 1571,28 | 3142564,103 |
| M | 1336,00 | 2672000 |

Tabla 7.5 – Material para Fraccionamiento

| Suelos | Masa de suelo/Area Terreno <i>MS</i> [kg·ha ⁻¹] | Masa de Suelo a utilizar en fraccionamiento <i>MF</i> [kg] | Biosólido sobre base húmeda a utilizar en función de la dosis a aplicar <i>B</i> [kg] | Masa de biosólido sobre base húmeda a utilizar en fraccionamiento <i>MB</i> [kg] | Masa de biosólido sobre base húmeda a utilizar en fraccionamiento <i>MB</i> [g] |
|------------------------------------|---|--|---|--|---|
| Dosis 15 Mg·ha⁻¹ | | | | | |
| CB | 2721000 | 0,05 | 16239,52411 | 0,00029841 | 0,2984 |
| EM | 2538285,714 | 0,05 | 16239,52411 | 0,00031989 | 0,3199 |
| LP | 3142564,103 | 0,05 | 16239,52411 | 0,00025838 | 0,2584 |
| M | 2672000 | 0,05 | 16239,52411 | 0,00030388 | 0,3039 |
| Dosis 30 Mg·ha⁻¹ | | | | | |
| CB | 2721000 | 0,05 | 32479,04822 | 0,00059682 | 0,5968 |
| EM | 2538285,714 | 0,05 | 32479,04822 | 0,00063978 | 0,6398 |
| LP | 3142564,103 | 0,05 | 32479,04822 | 0,00051676 | 0,5168 |
| M | 2672000 | 0,05 | 32479,04822 | 0,00060777 | 0,6078 |

Tabla 7.6 – Determinación de la masa de agua necesaria para que los suelos en incubación alcance las condiciones de campo.

| Suelos | Masa de suelo para det. humedad <i>ms</i> [g] | Masa de Agua agregada para det. Humedad de campo <i>ma</i> [g] | Masa de Suelo a utilizar en el fraccionamiento <i>MF</i> [g] | Masa de agua para incubación <i>A</i> [g] |
|--------|---|--|--|---|
| CB | 3,04 | 0,45 | 50 | 7,40 |
| EM | 3,06 | 0,70 | 50 | 11,44 |
| LP | 3,05 | 0,40 | 50 | 6,56 |
| M | 3,08 | 0,62 | 50 | 10,06 |

Tabla 7.7 – Contenido total de Cr, Cu, Ni, Pb y Zn, en suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de BET2004, y de BET2004, propiamente tal.

| Muestra | Concentración [mg·kg ⁻¹] | | | | |
|-----------|--------------------------------------|---------|--------|---------|---------|
| | Cr | Cu | Ni | Pb | Zn |
| CB 0d/0t | 23,9 a | 65,9 a | 9,7 a | 10,2 a | 60,9 a |
| CB 0d/15t | 26,8 ab | 69,5 a | 8,1 a | 8,9 a | 80,2 b |
| CB 0d/30t | 30,9 b | 74,7 a | 9,5 a | 9,9 a | 76,9 b |
| EM 0d/0t | 19,7 a | 95,2 a | 6,6 a | 8,4 a | 67,4 a |
| EM 0d/15t | 21,5 a | 102,4 a | 8,2 b | 9,9 a | 73,3 a |
| EM 0d/30t | 23,0 a | 104,0 a | 8,9 b | 10,4 a | 82,2 a |
| LP 0d/0t | 29,8 ab | 62,6 a | 6,2 b | 6,8 a | 50,1 a |
| LP 0d/15t | 26,7 a | 57,4 a | 6,0 ab | 6,3 a | 48,2 a |
| LP 0d/30t | 29,7 b | 66,3 a | 5,2 a | 4,9 a | 56,5 a |
| M 0d/0t | 59,8 a | 162,2 a | 20,9 a | 20,9 ab | 108,1 a |
| M 0d/15t | 59,5 a | 163,3 a | 21,5 a | 23,3 b | 105,3 a |
| M 0d/30t | 59,2 a | 161,1 a | 21,9 a | 20,4 a | 110,9 a |
| BET2004 | 54,3 | 762,5 | 350,2 | 97,9 | 1723,6 |

(0t, 15t y 30t equivalen a suelo control, enmendado con 15 y 30 Mg·ha⁻¹, respectivamente)

Tabla 7.8 – Contenido total de Cr, Cu, Ni, Pb y Zn, en suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de BET2005, y de BET2005, propiamente tal.

| Muestra | Concentración [mg·kg ⁻¹] | | | | |
|-----------|--------------------------------------|---------|---------|--------|---------|
| | Cr | Cu | Ni | Pb | Zn |
| CB 0d/0t | 23,9 a | 65,9 a | 9,7 a | 10,2 a | 60,9 b |
| CB 0d/15t | 25,7 a | 69,6 a | 10,3 a | 18,0 b | 49,7 a |
| CB 0d/30t | 25,1 a | 66,2 a | 10,3 a | 16,6 b | 48,6 a |
| EM 0d/0t | 19,7 ab | 95,2 a | 6,6 a | 8,4 a | 67,4 a |
| EM 0d/15t | 22,1 b | 100,5 a | 7,6 a | 8,2 a | 67,0 a |
| EM 0d/30t | 18,3 a | 99,1 a | 11,0 b | 19,4 b | 66,9 a |
| LP 0d/0t | 29,8 a | 62,6 a | 6,2 b | 6,8 a | 50,1 a |
| LP 0d/15t | 30,8 a | 66,4 a | 5,1 a | 5,3 a | 53,9 a |
| LP 0d/30t | 31,5 a | 63,4 a | 4,9 a | 4,1 a | 56,9 a |
| M 0d/0t | 59,8 a | 162,2 a | 20,9 b | 20,9 a | 108,1 b |
| M 0d/15t | 60,7 a | 158,2 a | 19,0 a | 21,4 a | 90,7 a |
| M 0d/30t | 61,6 a | 166,2 a | 19,5 ab | 29,4 b | 95,2 ab |
| BET2005 | 145,2 | 859,0 | 71,3 | 66,7 | 1545,5 |

(0t, 15t y 30t equivalen a suelo control, enmendado con 15 y 30 Mg·ha⁻¹, respectivamente)

Tabla 7.9 – Extracción secuencial BCR de Cr, aplicada a los suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de BET2004, y BET2004, sin incubar.

| Muestra | Cr-CO ₃ | | Cr-(MnOx/FeOx) | | Cr-MO | | Cr Residual | | Total Fracc. | Cr Total | | Total Rec. |
|-----------|--------------------|-----|----------------|------|---------|------|-------------|------|--------------|----------|------|------------|
| | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | [mg/kg] | DSR | % |
| CB 0d/0t | ND | - | ND | - | ND | - | 24,0 | 9,71 | 24,0 | 23,9 | 8,13 | 100,6 |
| CB 0d/15t | ND | - | ND | - | ND | - | 20,4 | 25,4 | 20,4 | 26,8 | 3,04 | 76,2 |
| CB 0d/30t | ND | - | ND | - | ND | - | 16,6 | 33,1 | 16,6 | 30,9 | 5,00 | 53,8 |
| EM 0d/0t | ND | - | ND | - | ND | - | 14,3 | 14,4 | 14,3 | 19,7 | 7,70 | 72,4 |
| EM 0d/15t | ND | - | ND | - | ND | - | 10,9 | 19,6 | 10,9 | 21,5 | 2,93 | 50,7 |
| EM 0d/30t | ND | - | ND | - | ND | - | 8,96 | 11,1 | 8,96 | 23,0 | 8,00 | 39,0 |
| LP 0d/0t | ND | - | ND | - | ND | - | 30,8 | 10,5 | 30,8 | 29,8 | 5,52 | 103,4 |
| LP 0d/15t | ND | - | ND | - | ND | - | 25,1 | 16,3 | 25,1 | 26,7 | 1,81 | 94,1 |
| LP 0d/30t | ND | - | ND | - | ND | - | 25,5 | 8,88 | 25,5 | 29,6 | 1,22 | 86,1 |
| M 0d/0t | ND | - | 4,47 | 10,5 | 24,8 | 5,16 | 40,2 | 7,23 | 69,5 | 59,8 | 2,23 | 116,2 |
| M 0d/15t | ND | - | ND | - | 20,4 | 3,23 | 36,0 | 9,35 | 56,5 | 59,5 | 2,65 | 94,8 |
| M 0d/30t | ND | - | ND | - | 20,9 | 7,12 | 30,9 | 21,5 | 51,8 | 59,2 | 3,38 | 87,5 |
| BET2004 | ND | - | 61,9 | 1,54 | 206,1 | 1,50 | 50,5 | 2,27 | 318,5 | 54,3 | 2,85 | 587,0 |

(DSR = Desv. Std. Relativa; ND = No detectado; 0t, 15t y 30t equivalen a suelo control, enmendado con 15 y 30 Mg·ha⁻¹, respectivamente)

Tabla 7.10 – Extracción secuencial BCR de Cr, aplicada a los suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de BET2004, incubados por 60 días en condiciones de humedad de campo, a 25°C.

| Muestra | Cr-CO ₃ | | Cr-(MnOx/FeOx) | | Cr-MO | | Cr Residual | | Total Fracc. | Cr Total | | Total Rec. |
|------------|--------------------|-----|----------------|-------|---------|------|-------------|------|--------------|----------|------|------------|
| | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | [mg/kg] | DSR | % |
| CB 60d/0t | ND | - | ND | - | ND | - | 21,0 | 13,5 | 21,0 | 20,5 | 1,40 | 102,6 |
| CB 60d/15t | ND | - | ND | - | ND | - | 18,7 | 6,10 | 18,7 | 26,8 | 2,42 | 69,9 |
| CB 60d/30t | ND | - | ND | - | ND | - | 17,4 | 5,87 | 17,4 | 28,9 | 2,70 | 60,3 |
| EM 60d/0t | ND | - | ND | - | ND | - | 13,4 | 3,40 | 13,4 | 12,5 | 5,94 | 107,8 |
| EM 60d/15t | ND | - | ND | - | ND | - | 14,7 | 8,69 | 14,7 | 20,5 | 4,14 | 71,8 |
| EM 60d/30t | ND | - | ND | - | ND | - | 14,5 | 5,60 | 14,5 | 21,7 | 0,33 | 66,8 |
| LP 60d/0t | ND | - | ND | - | ND | - | 26,3 | 3,91 | 26,3 | 18,2 | 4,23 | 144,6 |
| LP 60d/15t | ND | - | ND | - | ND | - | 22,2 | 11,8 | 22,2 | 25,2 | 2,72 | 87,9 |
| LP 60d/30t | ND | - | ND | - | ND | - | 21,6 | 10,4 | 21,6 | 27,1 | 6,13 | 79,9 |
| M 60d/0t | ND | - | 4,15 | 0,146 | 26,6 | 6,36 | 41,0 | 5,60 | 71,8 | 50,9 | 0,36 | 141,0 |
| M 60d/15t | ND | - | ND | - | 21,0 | 4,50 | 34,0 | 1,42 | 55,0 | 60,0 | 1,87 | 91,7 |
| M 60d/30t | ND | - | ND | - | 20,7 | 3,81 | 32,6 | 6,07 | 53,3 | 65,3 | 2,30 | 81,6 |

(DSR = Desv. Std. Relativa; ND = No detectado; 0t, 15t y 30t equivalen a suelo control, enmendado con 15 y 30 Mg·ha⁻¹, respectivamente)

Tabla 7.11 – Extracción secuencial BCR de Cr, aplicada a los suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de BET2005, y BET2005, sin incubar.

| Muestra | Cr-CO ₃ | | Cr-(MnOx/FeOx) | | Cr-MO | | Cr Residual | | Total Fracc. | Cr Total | | Total Rec. |
|-----------|--------------------|------|----------------|------|---------|------|-------------|-------|--------------|----------|------|------------|
| | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | [mg/kg] | DSR | % |
| CB 0d/0t | ND | - | ND | - | ND | - | 24,0 | 9,71 | 24,0 | 23,9 | 8,13 | 100,6 |
| CB 0d/15t | ND | - | ND | - | ND | - | 22,3 | 8,34 | 22,3 | 25,7 | 5,48 | 86,8 |
| CB 0d/30t | ND | - | ND | - | ND | - | 25,0 | 4,80 | 25,0 | 25,1 | 3,58 | 99,7 |
| EM 0d/0t | ND | - | ND | - | ND | - | 14,3 | 14,4 | 14,3 | 19,7 | 7,70 | 72,4 |
| EM 0d/15t | ND | - | ND | - | ND | - | 14,0 | 0,126 | 14,0 | 22,1 | 5,04 | 63,2 |
| EM 0d/30t | ND | - | ND | - | ND | - | 13,2 | 6,28 | 13,2 | 18,3 | 6,30 | 72,4 |
| LP 0d/0t | ND | - | ND | - | ND | - | 30,8 | 10,5 | 30,8 | 29,8 | 5,52 | 103,4 |
| LP 0d/15t | ND | - | ND | - | ND | - | 29,5 | 6,77 | 29,5 | 30,8 | 6,36 | 95,5 |
| LP 0d/30t | ND | - | ND | - | ND | - | 30,1 | 11,0 | 30,1 | 31,5 | 5,70 | 95,4 |
| M 0d/0t | ND | - | 4,47 | 10,5 | 24,8 | 5,16 | 40,2 | 7,23 | 69,5 | 59,8 | 2,23 | 116,2 |
| M 0d/15t | ND | - | 5,24 | 4,21 | 25,8 | 2,64 | 39,0 | 1,88 | 70,0 | 60,7 | 1,23 | 115,4 |
| M 0d/30t | ND | - | 4,83 | 9,84 | 28,2 | 5,51 | 36,2 | 8,24 | 69,3 | 61,6 | 2,00 | 112,4 |
| BET2005 | 7,75 | 5,89 | 53,2 | 1,59 | 137,4 | 1,23 | 45,7 | 1,65 | 244,0 | 145,2 | 2,05 | 168,1 |

(DSR = Desv. Std. Relativa; ND = No detectado; 0t, 15t y 30t equivalen a suelo control, enmendado con 15 y 30 Mg·ha⁻¹, respectivamente)

Tabla 7.12 – Extracción secuencial BCR de Cr, aplicada a los suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de BET2005, incubados por 60 días en condiciones de humedad de campo, a 25°C.

| Muestra | Cr-CO ₃ | | Cr-(MnOx/FeOx) | | Cr-MO | | Cr Residual | | Total Fracc. | Cr Total | | Total Rec. |
|------------|--------------------|-----|----------------|-------|---------|-------|-------------|------|--------------|----------|------|------------|
| | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | [mg/kg] | DSR | % |
| CB 60d/0t | ND | - | ND | - | ND | - | 21,0 | 13,5 | 21,0 | 20,5 | 1,40 | 102,6 |
| CB 60d/15t | ND | - | ND | - | ND | - | 22,4 | 19,0 | 22,4 | 21,4 | 3,55 | 104,7 |
| CB 60d/30t | ND | - | ND | - | ND | - | 22,5 | 6,56 | 22,5 | 21,4 | 4,99 | 105,1 |
| EM 60d/0t | ND | - | ND | - | ND | - | 13,4 | 3,40 | 13,4 | 12,5 | 5,94 | 107,8 |
| EM 60d/15t | ND | - | ND | - | ND | - | 14,7 | 1,77 | 14,7 | 14,2 | 8,52 | 104,2 |
| EM 60d/30t | ND | - | ND | - | ND | - | 13,9 | 7,96 | 13,9 | 14,8 | 7,84 | 94,0 |
| LP 60d/0t | ND | - | ND | - | ND | - | 26,3 | 3,91 | 26,3 | 18,2 | 4,23 | 144,6 |
| LP 60d/15t | ND | - | ND | - | ND | - | 31,0 | 7,53 | 31,0 | 21,5 | 8,06 | 144,0 |
| LP 60d/30t | ND | - | ND | - | ND | - | 28,1 | 14,2 | 28,1 | 22,6 | 9,20 | 124,4 |
| M 60d/0t | ND | - | 4,15 | 0,146 | 26,6 | 6,36 | 41,0 | 5,60 | 71,8 | 50,9 | 0,36 | 141,0 |
| M 60d/15t | ND | - | 4,70 | 5,28 | 24,8 | 1,02 | 40,4 | 5,19 | 69,9 | 51,6 | 2,97 | 135,3 |
| M 60d/30t | ND | - | 4,70 | 5,18 | 28,2 | 0,807 | 33,3 | 1,71 | 66,2 | 55,1 | 8,32 | 120,1 |

(DSR = Desv. Std. Relativa; ND = No detectado; 0t, 15t y 30t equivalen a suelo control, enmendado con 15 y 30 Mg·ha⁻¹, respectivamente)

Tabla 7.13 – Extracción secuencial BCR de Cu, aplicada a los suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de BET2004, y BET2004, sin incubar.

| Muestra | Cu-CO ₃ | | Cu-(MnOx/FeOx) | | Cu-MO | | Cu Residual | | Total Fracc. | Cu Total | | Total Rec. |
|-----------|--------------------|------|----------------|-------|---------|------|-------------|------|--------------|----------|------|------------|
| | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | [mg/kg] | DSR | % |
| CB 0d/0t | ND | - | 10,4 | 3,90 | 20,8 | 2,83 | 57,0 | 5,86 | 88,2 | 65,9 | 3,55 | 133,9 |
| CB 0d/15t | ND | - | 7,02 | 8,48 | 15,6 | 8,92 | 44,5 | 1,11 | 67,1 | 69,5 | 4,68 | 96,5 |
| CB 0d/30t | ND | - | 7,29 | 6,44 | 18,8 | 8,77 | 45,6 | 10,1 | 71,6 | 74,7 | 6,96 | 95,9 |
| EM 0d/0t | ND | - | 10,7 | 2,56 | 29,3 | 7,92 | 76,3 | 2,30 | 116,3 | 95,2 | 2,97 | 122,2 |
| EM 0d/15t | ND | - | 4,80 | 6,00 | 24,41 | 4,13 | 70,1 | 1,83 | 99,3 | 102,4 | 1,42 | 97,0 |
| EM 0d/30t | ND | - | 5,15 | 4,56 | 24,87 | 7,04 | 67,5 | 7,57 | 97,5 | 104,0 | 5,98 | 93,8 |
| LP 0d/0t | ND | - | 9,88 | 0,123 | 15,1 | 7,86 | 42,2 | 3,70 | 67,1 | 62,6 | 4,01 | 107,3 |
| LP 0d/15t | ND | - | 6,36 | 13,8 | 11,1 | 2,08 | 35,8 | 6,37 | 53,3 | 57,4 | 8,75 | 92,8 |
| LP 0d/30t | ND | - | 5,57 | 5,20 | 13,6 | 5,70 | 46,9 | 18,3 | 66,0 | 66,3 | 5,80 | 99,5 |
| M 0d/0t | 6,51 | 6,04 | 57,7 | 3,72 | 37,0 | 7,34 | 67,9 | 8,49 | 169,1 | 162,2 | 1,31 | 104,3 |
| M 0d/15t | 6,45 | 3,58 | 52,7 | 3,87 | 41,0 | 6,22 | 69,1 | 3,80 | 169,3 | 163,3 | 5,48 | 103,7 |
| M 0d/30t | 7,40 | 3,23 | 49,0 | 3,84 | 43,8 | 3,08 | 63,8 | 18,6 | 164,1 | 161,1 | 0,29 | 101,8 |
| BET2004 | 18,6 | 1,18 | 59,6 | 1,09 | 902,2 | 6,72 | 217,0 | 0,28 | 1197,5 | 762,5 | 1,10 | 157,0 |

(DSR = Desv. Std. Relativa; ND = No detectado; 0t, 15t y 30t equivalen a suelo control, enmendado con 15 y 30 Mg·ha⁻¹, respectivamente)

Tabla 7.14 – Extracción secuencial BCR de Cu, aplicada a los suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de BET2004, incubados por 60 días en condiciones de humedad de campo, a 25°C.

| Muestra | Cu-CO ₃ | | Cu-(MnOx/FeOx) | | Cu-MO | | Cu Residual | | Total Fracc. | Cu Total | | Total Rec. |
|------------|--------------------|------|----------------|-------|---------|-------|-------------|-------|--------------|----------|------|------------|
| | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | [mg/kg] | DSR | % |
| CB 60d/0t | ND | - | 10,2 | 1,96 | 21,7 | 9,20 | 56,2 | 4,26 | 88,0 | 65,0 | 3,07 | 135,4 |
| CB 60d/15t | ND | - | 6,75 | 3,93 | 12,4 | 0,944 | 45,9 | 5,95 | 65,1 | 73,6 | 1,29 | 88,4 |
| CB 60d/30t | ND | - | 7,47 | 0,166 | 13,8 | 0,835 | 44,1 | 2,23 | 65,4 | 75,0 | 8,21 | 87,1 |
| EM 60d/0t | ND | - | 10,7 | 2,13 | 33,4 | 4,04 | 75,9 | 6,53 | 120,0 | 95,6 | 2,07 | 125,6 |
| EM 60d/15t | ND | - | 6,83 | 3,32 | 20,8 | 4,44 | 77,3 | 6,12 | 104,9 | 97,3 | 2,09 | 107,8 |
| EM 60d/30t | ND | - | 7,55 | 5,42 | 22,4 | 3,67 | 74,6 | 6,42 | 104,6 | 106,0 | 4,47 | 98,7 |
| LP 60d/0t | ND | - | 7,76 | 7,21 | 13,4 | 7,48 | 42,3 | 4,03 | 63,4 | 57,1 | 4,30 | 111,0 |
| LP 60d/15t | ND | - | 7,24 | 3,92 | 9,51 | 6,80 | 36,3 | 3,88 | 53,1 | 58,5 | 9,39 | 90,7 |
| LP 60d/30t | ND | - | 7,92 | 3,00 | 10,4 | 3,61 | 39,2 | 0,174 | 57,5 | 64,1 | 8,35 | 89,8 |
| M 60d/0t | 6,99 | 3,46 | 57,6 | 0,270 | 38,8 | 2,80 | 75,5 | 9,53 | 178,8 | 168,0 | 2,04 | 106,5 |
| M 60d/15t | 8,86 | 4,30 | 56,6 | 1,51 | 38,7 | 3,74 | 71,8 | 4,91 | 176,0 | 171,8 | 2,12 | 102,5 |
| M 60d/30t | 10,1 | 6,92 | 55,4 | 1,80 | 38,9 | 3,51 | 60,1 | 11,9 | 164,4 | 183,0 | 4,08 | 89,8 |

(DSR = Desv. Std. Relativa; ND = No detectado; 0t, 15t y 30t equivalen a suelo control, enmendado con 15 y 30 Mg·ha⁻¹, respectivamente)

Tabla 7.15 – Extracción secuencial BCR de Cu, aplicada a los suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de BET2005, y BET2005, sin incubar.

| Muestra | Cu-CO ₃ | | Cu-(MnOx/FeOx) | | Cu-MO | | Cu Residual | | Total Fracc. | Cu Total | | Total Rec. |
|-----------|--------------------|------|----------------|-------|---------|-------|-------------|------|--------------|----------|------|------------|
| | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | [mg/kg] | DSR | % |
| CB 0d/0t | ND | - | 10,4 | 3,90 | 20,8 | 2,82 | 57,0 | 5,86 | 88,2 | 65,9 | 3,55 | 133,9 |
| CB 0d/15t | ND | - | 10,9 | 2,13 | 20,7 | 2,44 | 58,4 | 10,8 | 90,0 | 69,6 | 4,92 | 129,3 |
| CB 0d/30t | ND | - | 10,9 | 2,20 | 23,5 | 2,77 | 55,9 | 8,45 | 90,3 | 66,2 | 7,80 | 136,5 |
| EM 0d/0t | ND | - | 10,7 | 2,56 | 29,3 | 7,92 | 76,3 | 2,30 | 116,3 | 95,2 | 2,97 | 122,2 |
| EM 0d/15t | ND | - | 11,1 | 2,10 | 28,3 | 4,37 | 74,6 | 5,27 | 114,0 | 100,5 | 2,60 | 113,4 |
| EM 0d/30t | ND | - | 10,6 | 2,50 | 28,0 | 0,870 | 79,9 | 2,60 | 118,4 | 99,0 | 5,43 | 119,6 |
| LP 0d/0t | ND | - | 9,88 | 0,123 | 15,1 | 7,86 | 42,2 | 3,70 | 67,2 | 62,6 | 4,01 | 107,3 |
| LP 0d/15t | ND | - | 8,76 | 3,32 | 9,81 | 9,90 | 42,8 | 3,15 | 61,4 | 66,4 | 2,31 | 92,4 |
| LP 0d/30t | ND | - | 10,2 | 11,9 | 9,87 | 0,347 | 41,9 | 7,40 | 62,0 | 63,4 | 3,93 | 97,7 |
| M 0d/0t | 6,51 | 6,04 | 57,7 | 3,72 | 37,0 | 7,34 | 67,9 | 8,49 | 169,1 | 162,2 | 1,31 | 104,3 |
| M 0d/15t | 7,95 | 2,77 | 54,5 | 2,12 | 39,8 | 1,26 | 74,1 | 4,33 | 176,4 | 158,2 | 4,04 | 111,4 |
| M 0d/30t | 9,85 | 2,51 | 52,2 | 1,60 | 41,2 | 1,57 | 53,9 | 8,04 | 157,2 | 166,2 | 2,21 | 94,6 |
| BET2005 | 24,1 | 3,00 | 47,3 | 5,04 | 444,1 | 2,63 | 161,1 | 3,26 | 676,6 | 859,0 | 5,59 | 78,8 |

(DSR = Desv. Std. Relativa; ND = No detectado; 0t, 15t y 30t equivalen a suelo control, enmendado con 15 y 30 Mg·ha⁻¹, respectivamente)

Tabla 7.16 – Extracción secuencial BCR de Cu, aplicada a los suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de BET2005, incubados por 60 días en condiciones de humedad de campo, a 25°C.

| Muestra | Cu-CO ₃ | | Cu-(MnOx/FeOx) | | Cu-MO | | Cu Residual | | Total Fracc. | Cu Total | | Total Rec. |
|------------|--------------------|-------|----------------|-------|---------|------|-------------|------|--------------|----------|------|------------|
| | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | [mg/kg] | DSR | % |
| CB 60d/0t | ND | - | 10,2 | 1,96 | 21,7 | 9,20 | 56,2 | 4,26 | 88,0 | 65,0 | 3,07 | 135,4 |
| CB 60d/15t | ND | - | 10,3 | 0,10 | 22,2 | 3,46 | 52,0 | 2,45 | 84,5 | 74,9 | 4,24 | 112,9 |
| CB 60d/30t | ND | - | 11,0 | 1,91 | 20,8 | 1,30 | 56,3 | 5,36 | 88,2 | 74,7 | 5,56 | 118,0 |
| EM 60d/0t | ND | - | 10,7 | 2,13 | 33,4 | 4,04 | 75,9 | 6,53 | 120,0 | 95,6 | 2,07 | 125,6 |
| EM 60d/15t | ND | - | 10,9 | 0,140 | 31,6 | 4,23 | 78,8 | 7,43 | 121,3 | 99,1 | 1,47 | 122,5 |
| EM 60d/30t | ND | - | 11,6 | 2,49 | 33,2 | 6,43 | 80,8 | 3,41 | 125,6 | 111,7 | 3,43 | 112,5 |
| LP 60d/0t | ND | - | 7,76 | 7,21 | 13,4 | 7,48 | 42,2 | 4,03 | 63,4 | 57,1 | 4,30 | 111,0 |
| LP 60d/15t | ND | - | 9,28 | 6,90 | 11,4 | 2,25 | 43,0 | 5,30 | 63,7 | 56,3 | 4,07 | 113,0 |
| LP 60d/30t | ND | - | 11,1 | 5,40 | 15,6 | 3,57 | 40,2 | 4,09 | 66,9 | 61,0 | 6,81 | 109,7 |
| M 60d/0t | 6,99 | 3,46 | 57,6 | 0,270 | 38,8 | 2,80 | 75,5 | 9,53 | 178,8 | 168,0 | 2,04 | 106,5 |
| M 60d/15t | 7,24 | 0,367 | 56,1 | 2,99 | 42,9 | 6,43 | 69,6 | 1,85 | 175,1 | 167,8 | 5,44 | 104,6 |
| M 60d/30t | 8,06 | 4,85 | 54,0 | 3,47 | 39,8 | 5,85 | 40,4 | 6,57 | 142,2 | 191,0 | 4,36 | 74,5 |

(DSR = Desv. Std. Relativa; ND = No detectado; 0t, 15t y 30t equivalen a suelo control, enmendado con 15 y 30 Mg·ha⁻¹, respectivamente)

Tabla 7.17 – Extracción secuencial BCR de Ni, aplicada a los suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de BET2004, y BET2004, sin incubar.

| Muestra | Ni-CO ₃ | | Ni-(MnOx/FeOx) | | Ni-MO | | Ni Residual | | Total Fracc. | Ni Total | | Total Rec. |
|-----------|--------------------|-------|----------------|------|---------|------|-------------|------|--------------|----------|-------|------------|
| | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | [mg/kg] | DSR | % |
| CB 0d/0t | ND | - | ND | - | ND | - | 20,7 | 3,57 | 20,7 | 9,71 | 8,22 | 213,3 |
| CB 0d/15t | ND | - | ND | - | ND | - | 11,9 | 7,11 | 11,9 | 8,11 | 3,08 | 146,3 |
| CB 0d/30t | ND | - | ND | - | ND | - | 11,9 | 11,1 | 11,9 | 9,47 | 6,78 | 126,1 |
| EM 0d/0t | ND | - | ND | - | ND | - | 14,4 | 6,29 | 14,4 | 6,59 | 1,76 | 219,1 |
| EM 0d/15t | ND | - | ND | - | ND | - | 13,4 | 10,4 | 13,4 | 8,16 | 5,99 | 164,0 |
| EM 0d/30t | ND | - | ND | - | ND | - | 15,8 | 7,90 | 15,8 | 8,86 | 3,41 | 178,0 |
| LP 0d/0t | ND | - | ND | - | ND | - | 16,0 | 12,8 | 16,0 | 6,17 | 5,04 | 259,0 |
| LP 0d/15t | ND | - | ND | - | ND | - | 10,7 | 9,84 | 10,7 | 5,98 | 0,491 | 179,5 |
| LP 0d/30t | ND | - | ND | - | ND | - | 10,9 | 7,52 | 10,9 | 5,24 | 4,91 | 208,8 |
| M 0d/0t | ND | - | ND | - | ND | - | 19,6 | 1,21 | 19,6 | 20,9 | 4,87 | 93,5 |
| M 0d/15t | ND | - | ND | - | ND | - | 12,2 | 15,6 | 12,2 | 21,5 | 2,31 | 57,0 |
| M 0d/30t | ND | - | ND | - | ND | - | 15,5 | 18,4 | 15,5 | 21,9 | 5,25 | 71,1 |
| BET2004 | 8,57 | 0,190 | 37,0 | 3,26 | 38,9 | 6,12 | 19,8 | 7,89 | 104,3 | 350,2 | 1,37 | 29,8 |

(DSR = Desv. Std. Relativa; ND = No detectado; 0t, 15t y 30t equivalen a suelo control, enmendado con 15 y 30 Mg·ha⁻¹, respectivamente)

Tabla 7.18 – Extracción secuencial BCR de Ni, aplicada a los suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de BET2004, incubados por 60 días en condiciones de humedad de campo, a 25°C.

| Muestra | Ni-CO ₃ | | Ni-(MnOx/FeOx) | | Ni-MO | | Ni Residual | | Total Fracc. | Ni Total | | Total Rec. |
|------------|--------------------|-----|----------------|-----|---------|-----|-------------|------|--------------|----------|-------|------------|
| | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | [mg/kg] | DSR | % |
| CB 60d/0t | ND | - | ND | - | ND | - | 20,9 | 2,85 | 20,9 | 9,07 | 0,317 | 230,2 |
| CB 60d/15t | ND | - | ND | - | ND | - | 13,6 | 12,9 | 13,6 | 9,67 | 9,60 | 140,6 |
| CB 60d/30t | ND | - | ND | - | ND | - | 11,1 | 9,16 | 11,1 | 9,18 | 17,6 | 121,1 |
| EM 60d/0t | ND | - | ND | - | ND | - | 17,3 | 12,3 | 17,3 | 8,88 | 16,3 | 194,4 |
| EM 60d/15t | ND | - | ND | - | ND | - | 14,9 | 10,3 | 14,9 | 12,3 | 7,83 | 121,0 |
| EM 60d/30t | ND | - | ND | - | ND | - | 14,2 | 5,04 | 14,2 | 13,5 | 4,88 | 104,7 |
| LP 60d/0t | ND | - | ND | - | ND | - | 15,7 | 4,87 | 15,7 | 6,96 | 0,735 | 226,0 |
| LP 60d/15t | ND | - | ND | - | ND | - | 16,4 | 13,6 | 16,4 | 6,88 | 1,21 | 238,0 |
| LP 60d/30t | ND | - | ND | - | ND | - | 11,2 | 16,7 | 11,2 | 8,29 | 7,53 | 135,6 |
| M 60d/0t | ND | - | ND | - | ND | - | 23,1 | 12,6 | 23,1 | 21,4 | 5,33 | 107,6 |
| M 60d/15t | ND | - | ND | - | ND | - | 24,1 | 3,96 | 24,1 | 22,4 | 3,16 | 107,8 |
| M 60d/30t | ND | - | ND | - | ND | - | 21,0 | 10,8 | 21,0 | 24,1 | 6,55 | 87,3 |

(DSR = Desv. Std. Relativa; ND = No detectado; 0t, 15t y 30t equivalen a suelo control, enmendado con 15 y 30 Mg·ha⁻¹, respectivamente)

Tabla 7.19 – Extracción secuencial BCR de Ni, aplicada a los suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de BET2005, y BET2005, sin incubar.

| Muestra | Ni-CO ₃ | | Ni-(MnOx/FeOx) | | Ni-MO | | Ni Residual | | Total Fracc. | Ni Total | | Total Rec. |
|-----------|--------------------|------|----------------|------|---------|------|-------------|-------|--------------|----------|-------|------------|
| | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | [mg/kg] | DSR | % |
| CB 0d/0t | ND | - | ND | - | ND | - | 20,7 | 3,57 | 20,7 | 9,71 | 8,23 | 213,3 |
| CB 0d/15t | ND | - | ND | - | ND | - | 21,8 | 7,88 | 21,8 | 10,3 | 3,91 | 212,3 |
| CB 0d/30t | ND | - | ND | - | ND | - | 15,1 | 2,09 | 15,1 | 10,3 | 4,01 | 146,0 |
| EM 0d/0t | ND | - | ND | - | ND | - | 14,4 | 6,29 | 14,4 | 6,59 | 1,76 | 219,1 |
| EM 0d/15t | ND | - | ND | - | ND | - | 21,5 | 6,26 | 21,5 | 7,56 | 10,0 | 284,0 |
| EM 0d/30t | ND | - | ND | - | ND | - | 21,7 | 5,03 | 21,7 | 11,0 | 6,60 | 197,0 |
| LP 0d/0t | ND | - | ND | - | ND | - | 16,0 | 12,8 | 16,0 | 6,17 | 5,04 | 259,0 |
| LP 0d/15t | ND | - | ND | - | ND | - | 15,8 | 4,58 | 15,8 | 5,14 | 4,65 | 307,5 |
| LP 0d/30t | ND | - | ND | - | ND | - | 16,0 | 0,758 | 16,0 | 4,87 | 0,684 | 329,0 |
| M 0d/0t | ND | - | ND | - | ND | - | 19,6 | 1,21 | 19,6 | 20,9 | 4,87 | 93,5 |
| M 0d/15t | ND | - | ND | - | ND | - | 18,2 | 4,10 | 18,2 | 19,0 | 2,17 | 95,8 |
| M 0d/30t | ND | - | ND | - | ND | - | 20,8 | 13,7 | 20,8 | 19,6 | 1,67 | 106,7 |
| BET2005 | 17,5 | 6,47 | 35,9 | 2,04 | 40,8 | 1,17 | 25,8 | 9,25 | 120,0 | 71,4 | 1,77 | 168,1 |

(DSR = Desv. Std. Relativa; ND = No detectado; 0t, 15t y 30t equivalen a suelo control, enmendado con 15 y 30 Mg·ha⁻¹, respectivamente)

Tabla 7.20 – Extracción secuencial BCR de Ni, aplicada a los suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de BET2005, incubados por 60 días en condiciones de humedad de campo, a 25°C.

| Muestra | Ni-CO ₃ | | Ni-(MnOx/FeOx) | | Ni-MO | | Ni Residual | | Total Fracc. | Ni Total | | Total Rec. |
|------------|--------------------|-----|----------------|-----|---------|-----|-------------|------|--------------|----------|-------|------------|
| | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | [mg/kg] | DSR | % |
| CB 60d/0t | ND | - | ND | - | ND | - | 20,9 | 2,85 | 20,9 | 9,07 | 0,317 | 230,2 |
| CB 60d/15t | ND | - | ND | - | ND | - | 20,6 | 11,3 | 20,6 | 10,9 | 13,7 | 189,0 |
| CB 60d/30t | ND | - | ND | - | ND | - | 18,9 | 6,92 | 18,9 | 12,6 | 8,27 | 149,5 |
| EM 60d/0t | ND | - | ND | - | ND | - | 17,3 | 12,3 | 17,3 | 8,88 | 16,3 | 194,4 |
| EM 60d/15t | ND | - | ND | - | ND | - | 22,0 | 10,4 | 22,0 | 10,2 | 4,07 | 215,2 |
| EM 60d/30t | ND | - | ND | - | ND | - | 15,4 | 8,48 | 15,4 | 12,6 | 17,0 | 122,1 |
| LP 60d/0t | ND | - | ND | - | ND | - | 15,7 | 4,87 | 15,7 | 6,97 | 0,735 | 226,0 |
| LP 60d/15t | ND | - | ND | - | ND | - | 16,1 | 3,56 | 16,1 | 6,29 | 7,50 | 255,6 |
| LP 60d/30t | ND | - | ND | - | ND | - | 17,4 | 6,04 | 17,4 | 6,99 | 10,3 | 252,1 |
| M 60d/0t | ND | - | ND | - | ND | - | 23,1 | 12,6 | 23,1 | 21,4 | 5,33 | 107,6 |
| M 60d/15t | ND | - | ND | - | ND | - | 20,4 | 19,5 | 20,4 | 21,9 | 1,64 | 93,1 |
| M 60d/30t | ND | - | ND | - | ND | - | 19,5 | 15,8 | 19,5 | 22,8 | 4,53 | 85,8 |

(DSR = Desv. Std. Relativa; ND = No detectado; 0t, 15t y 30t equivalen a suelo control, enmendado con 15 y 30 Mg·ha⁻¹, respectivamente)

Tabla 7.21 – Extracción secuencial BCR de Pb, aplicada a los suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de BET2004, y BET2004, sin incubar.

| Muestra | Pb-CO ₃ | | Pb-(MnOx/FeOx) | | Pb-MO | | Pb Residual | | Total Fracc. | Pb Total | | Total Rec. |
|-----------|--------------------|-----|----------------|------|---------|------|-------------|------|--------------|----------|-------|------------|
| | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | [mg/kg] | DSR | % |
| CB 0d/0t | ND | - | ND | - | ND | - | 10,8 | 5,52 | 10,8 | 10,2 | 5,69 | 105,7 |
| CB 0d/15t | ND | - | ND | - | ND | - | ND | - | ND | 8,86 | 8,89 | 0 |
| CB 0d/30t | ND | - | ND | - | ND | - | ND | - | ND | 9,88 | 6,42 | 0 |
| EM 0d/0t | ND | - | ND | - | ND | - | 10,6 | 5,73 | 10,6 | 8,35 | 11,1 | 127,1 |
| EM 0d/15t | ND | - | ND | - | ND | - | ND | - | ND | 9,93 | 0,274 | 0 |
| EM 0d/30t | ND | - | ND | - | ND | - | ND | - | ND | 10,4 | 8,24 | 0 |
| LP 0d/0t | ND | - | ND | - | ND | - | ND | - | ND | 6,77 | 16,1 | 0 |
| LP 0d/15t | ND | - | ND | - | ND | - | ND | - | ND | 6,25 | 5,69 | 0 |
| LP 0d/30t | ND | - | ND | - | ND | - | ND | - | ND | 4,90 | 13,6 | 0 |
| M 0d/0t | ND | - | 12,4 | 4,07 | ND | - | ND | - | 12,4 | 20,9 | 2,28 | 59,4 |
| M 0d/15t | ND | - | 10,8 | 6,34 | ND | - | ND | - | 10,8 | 23,3 | 5,38 | 46,2 |
| M 0d/30t | ND | - | 9,98 | 8,43 | ND | - | ND | - | 9,98 | 20,4 | 6,78 | 49,0 |
| BET2004 | ND | - | 45,6 | 1,31 | 27,3 | 15,1 | 61,8 | 3,84 | 134,6 | 97,9 | 1,65 | 137,6 |

(DSR = Desv. Std. Relativa; ND = No detectado; 0t, 15t y 30t equivalen a suelo control, enmendado con 15 y 30 Mg·ha⁻¹, respectivamente)

Tabla 7.22 – Extracción secuencial BCR de Pb, aplicada a los suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de BET2004, incubados por 60 días en condiciones de humedad de campo, a 25°C.

| Muestra | Pb-CO ₃ | | Pb-(MnOx/FeOx) | | Pb-MO | | Pb Residual | | Total Fracc. | Pb Total | | Total Rec. |
|------------|--------------------|-----|----------------|------|---------|------|-------------|-------|--------------|----------|------|------------|
| | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | [mg/kg] | DSR | % |
| CB 60d/0t | ND | - | ND | - | ND | - | 9,94 | 0,482 | 9,94 | 2,49 | 1,22 | 399,0 |
| CB 60d/15t | ND | - | 4,54 | 31,2 | 15,1 | 16,3 | 12,1 | 15,5 | 31,7 | 14,7 | 18,0 | 216,4 |
| CB 60d/30t | ND | - | 4,56 | 45,4 | 13,8 | 13,4 | 12,1 | 8,60 | 30,5 | 19,9 | 15,7 | 153,4 |
| EM 60d/0t | ND | - | ND | - | ND | - | 10,4 | 4,65 | 10,4 | 7,77 | 16,3 | 134,5 |
| EM 60d/15t | ND | - | 5,02 | 46,4 | 19,5 | 3,02 | ND | - | 24,6 | 18,1 | 3,82 | 135,4 |
| EM 60d/30t | ND | - | 8,25 | 15,7 | 16,9 | 1,07 | ND | - | 25,1 | 18,4 | 5,06 | 136,2 |
| LP 60d/0t | ND | - | ND | - | ND | - | ND | - | ND | ND | - | 0 |
| LP 60d/15t | ND | - | 3,56 | 48,4 | 15,9 | 9,19 | 11,3 | 2,86 | 30,7 | 7,88 | 24,7 | 389,8 |
| LP 60d/30t | ND | - | 5,19 | 24,2 | 14,0 | 2,71 | 11,4 | 7,37 | 30,6 | 12,9 | 1,88 | 236,5 |
| M 60d/0t | ND | - | 11,2 | 7,29 | ND | - | 12,4 | 14,2 | 23,6 | 11,8 | 5,33 | 199,6 |
| M 60d/15t | ND | - | 14,0 | 7,09 | 13,3 | 3,29 | 12,4 | 7,76 | 39,6 | 24,5 | 10,7 | 161,5 |
| M 60d/30t | ND | - | 13,1 | 14,4 | 14,3 | 6,12 | 12,6 | 11,3 | 40,0 | 33,9 | 1,66 | 118,1 |

(DSR = Desv. Std. Relativa; ND = No detectado; 0t, 15t y 30t equivalen a suelo control, enmendado con 15 y 30 Mg·ha⁻¹, respectivamente)

Tabla 7.23 – Extracción secuencial BCR de Pb, aplicada a los suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de BET2005, y BET2005, sin incubar.

| Muestra | Pb-CO ₃ | | Pb-(MnOx/FeOx) | | Pb-MO | | Pb Residual | | Total Fracc. | Pb Total | | Total Rec. |
|-----------|--------------------|-------|----------------|------|---------|------|-------------|------|--------------|----------|------|------------|
| | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | [mg/kg] | DSR | % |
| CB 0d/0t | ND | - | ND | - | ND | - | 10,8 | 5,52 | 10,8 | 10,2 | 5,69 | 105,7 |
| CB 0d/15t | ND | - | ND | - | ND | - | 11,0 | 13,8 | 11,0 | 18,0 | 2,86 | 61,3 |
| CB 0d/30t | ND | - | ND | - | ND | - | 10,4 | 4,96 | 10,4 | 16,6 | 5,30 | 63,0 |
| EM 0d/0t | ND | - | ND | - | ND | - | 10,6 | 5,73 | 10,6 | 8,35 | 11,1 | 127,2 |
| EM 0d/15t | 8,470 | - | ND | - | ND | - | 13,0 | 10,3 | 21,4 | 8,21 | 3,34 | 261,2 |
| EM 0d/30t | ND | - | ND | - | ND | - | 11,1 | 6,26 | 11,1 | 19,4 | 6,81 | 57,0 |
| LP 0d/0t | ND | - | ND | - | ND | - | ND | - | ND | 6,77 | 16,1 | 0 |
| LP 0d/15t | ND | - | ND | - | ND | - | ND | - | ND | 5,26 | 34,2 | 0 |
| LP 0d/30t | ND | - | ND | - | ND | - | ND | - | ND | 4,14 | 9,00 | 0 |
| M 0d/0t | ND | - | 12,4 | 4,07 | ND | - | ND | - | 12,4 | 20,9 | 2,28 | 59,4 |
| M 0d/15t | ND | - | 11,8 | 13,5 | ND | - | ND | - | 11,8 | 21,4 | 2,99 | 55,3 |
| M 0d/30t | ND | - | 11,1 | 5,83 | ND | - | ND | - | 11,1 | 29,4 | 4,21 | 37,4 |
| BET2005 | 8,61 | 0,356 | 37,8 | 2,29 | 25,9 | 7,38 | 30,2 | 11,7 | 102,5 | 66,7 | 3,32 | 153,8 |

(DSR = Desv. Std. Relativa; ND = No detectado; 0t, 15t y 30t equivalen a suelo control, enmendado con 15 y 30 Mg·ha⁻¹, respectivamente)

Tabla 7.24 – Extracción secuencial BCR de Pb, aplicada a los suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de BET2005, incubados por 60 días en condiciones de humedad de campo, a 25°C.

| Muestra | Pb-CO ₃ | | Pb-(MnOx/FeOx) | | Pb-MO | | Pb Residual | | Total Fracc. | Pb Total | | Total Rec. |
|------------|--------------------|------|----------------|------|---------|-----|-------------|-------|--------------|----------|-------|------------|
| | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | [mg/kg] | DSR | % |
| CB 60d/0t | ND | - | ND | - | ND | - | 9,94 | 0,482 | 9,94 | 2,49 | 1,22 | 399,0 |
| CB 60d/15t | ND | - | ND | - | ND | - | 10,3 | 5,78 | 10,3 | 4,44 | 30,6 | 231,5 |
| CB 60d/30t | ND | - | ND | - | ND | - | 10,1 | 3,32 | 10,1 | 6,47 | 1,53 | 156,3 |
| EM 60d/0t | ND | - | ND | - | ND | - | 10,4 | 4,65 | 10,4 | 7,77 | 16,3 | 134,5 |
| EM 60d/15t | 9,64 | 13,7 | ND | - | ND | - | 11,3 | 13,5 | 20,9 | 11,5 | 12,1 | 181,5 |
| EM 60d/30t | 9,09 | 18,1 | ND | - | ND | - | ND | - | 9,09 | 7,05 | 0,070 | 128,9 |
| LP 60d/0t | ND | - | ND | - | ND | - | ND | - | ND | ND | - | 0 |
| LP 60d/15t | ND | - | ND | - | ND | - | ND | - | ND | ND | - | 0 |
| LP 60d/30t | ND | - | ND | - | ND | - | ND | - | ND | 1,73 | 60,8 | 0 |
| M 60d/0t | ND | - | 11,2 | 7,29 | ND | - | 12,4 | 14,3 | 23,6 | 11,8 | 5,33 | 199,6 |
| M 60d/15t | ND | - | 11,1 | 14,5 | ND | - | ND | - | 11,1 | 10,4 | 7,04 | 106,9 |
| M 60d/30t | ND | - | 11,5 | 12,8 | ND | - | ND | - | 11,5 | 15,6 | 3,83 | 73,9 |

(DSR = Desv. Std. Relativa; ND = No detectado; 0t, 15t y 30t equivalen a suelo control, enmendado con 15 y 30 Mg·ha⁻¹, respectivamente)

Tabla 7.25 – Extracción secuencial BCR de Zn, aplicada a los suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de BET2004, y BET2004, sin incubar.

| Muestra | Zn-CO ₃ | | Zn-(MnOx/FeOx) | | Zn-MO | | Zn Residual | | Total Fracc. | Zn Total | | Total Rec. |
|-----------|--------------------|-------|----------------|--------|---------|--------|-------------|-------|--------------|----------|-------|------------|
| | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | [mg/kg] | DSR | % |
| CB 0d/0t | 2,83 | 0,211 | 6,818 | 3,691 | 5,92 | 7,51 | 40,2 | 9,37 | 55,8 | 60,9 | 3,63 | 91,6 |
| CB 0d/15t | 15,1 | 6,61 | 19,144 | 2,463 | 5,319 | 6,137 | 38,2 | 3,72 | 77,8 | 80,2 | 5,34 | 97,1 |
| CB 0d/30t | 12,1 | 0,028 | 17,3 | 3,74 | 6,437 | 5,365 | 34,3 | 10,4 | 70,2 | 76,9 | 7,90 | 91,2 |
| EM 0d/0t | ND | - | 15,329 | 8,817 | 6,887 | 4,751 | 43,9 | 3,32 | 66,1 | 67,4 | 10,3 | 98,1 |
| EM 0d/15t | 2,04 | 0,211 | 28,124 | 9,887 | 8,704 | 4,378 | 44,6 | 6,44 | 83,4 | 73,3 | 7,85 | 113,9 |
| EM 0d/30t | 2,64 | 10,8 | 32,709 | 4,812 | 7,651 | 8,379 | 40,0 | 6,79 | 83,0 | 82,2 | 10,8 | 100,9 |
| LP 0d/0t | 7,08 | 3,086 | 9,035 | 4,486 | 3,465 | 9,355 | 26,0 | 4,44 | 45,6 | 50,1 | 0,345 | 91,1 |
| LP 0d/15t | 12,1 | 8,43 | 10,113 | 9,451 | 5,414 | 1,359 | 26,4 | 5,91 | 54,1 | 48,2 | 13,2 | 112,1 |
| LP 0d/30t | 16,6 | 5,05 | 10,989 | 9,406 | 5,668 | 7,078 | 30,2 | 14,4 | 63,4 | 56,5 | 3,98 | 112,2 |
| M 0d/0t | 9,50 | 6,31 | 22,498 | 8,066 | 9,281 | 13,310 | 67,9 | 3,97 | 109,1 | 108,1 | 8,22 | 101,0 |
| M 0d/15t | 13,0 | 2,63 | 25,500 | 10,749 | 10,519 | 6,027 | 77,5 | 4,15 | 126,5 | 105,3 | 9,37 | 120,1 |
| M 0d/30t | 19,9 | 9,22 | 29,093 | 7,685 | 10,342 | 1,028 | 73,2 | 4,74 | 132,6 | 110,9 | 6,82 | 119,5 |
| BET2004 | 471,2 | 0,190 | 1643,607 | 15,535 | 109,429 | 9,831 | 105,6 | 0,837 | 2329,8 | 1723,6 | 10,9 | 135,2 |

(DSR = Desv. Std. Relativa; ND = No detectado; 0t, 15t y 30t equivalen a suelo control, enmendado con 15 y 30 Mg·ha⁻¹, respectivamente)

Tabla 7.26 – Extracción secuencial BCR de Zn, aplicada a los suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de BET2004, incubados por 60 días en condiciones de humedad de campo, a 25°C.

| Muestra | Zn-CO ₃ | | Zn-(MnOx/FeOx) | | Zn-MO | | Zn Residual | | Total Fracc. | Zn Total | | Total Rec. |
|------------|--------------------|-------|----------------|-------|---------|-------|-------------|------|--------------|----------|-----|------------|
| | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | [mg/kg] | DSR | % |
| CB 60d/0t | 2,95 | 8,13 | 6,42 | 5,16 | 4,91 | 15,7 | 36,2 | 1,48 | 50,5 | 52,5 | 4,0 | 96,1 |
| CB 60d/15t | 6,96 | 2,87 | 12,8 | 8,17 | 2,89 | 11,6 | 39,5 | 6,93 | 62,1 | 82,7 | 3,7 | 75,1 |
| CB 60d/30t | 11,6 | 5,17 | 15,1 | 4,10 | 3,46 | 12,0 | 38,0 | 6,39 | 68,1 | 96,5 | 6,5 | 70,6 |
| EM 60d/0t | ND | - | 14,2 | 0,324 | 7,31 | 7,90 | 37,8 | 3,78 | 59,4 | 60,7 | 4,4 | 97,8 |
| EM 60d/15t | 0,813 | 0,387 | 24,7 | 5,35 | 5,95 | 17,4 | 38,8 | 9,45 | 70,2 | 88,2 | 2,5 | 79,6 |
| EM 60d/30t | 2,03 | 0 | 36,2 | 7,34 | 5,76 | 9,70 | 38,7 | 5,40 | 82,7 | 96,9 | 5,6 | 85,4 |
| LP 60d/0t | 6,78 | 5,75 | 7,07 | 6,46 | 3,36 | 9,59 | 25,4 | 2,14 | 42,6 | 48,0 | 6,2 | 88,6 |
| LP 60d/15t | 11,4 | 4,34 | 8,20 | 5,62 | 3,51 | 9,47 | 24,7 | 6,28 | 47,8 | 62,6 | 5,0 | 76,4 |
| LP 60d/30t | 17,5 | 2,44 | 9,97 | 6,16 | 3,75 | 0,219 | 24,1 | 4,90 | 55,3 | 68,2 | 3,7 | 81,1 |
| M 60d/0t | 9,41 | 2,34 | 20,5 | 10,2 | 9,46 | 3,98 | 77,3 | 9,60 | 116,6 | 93,9 | 1,1 | 124,1 |
| M 60d/15t | 14,2 | 3,97 | 24,2 | 2,46 | 8,97 | 7,60 | 72,6 | 3,15 | 120,1 | 124,1 | 2,1 | 96,8 |
| M 60d/30t | 19,6 | 6,28 | 27,9 | 4,56 | 8,81 | 3,96 | 64,6 | 13,5 | 120,8 | 139,3 | 5,0 | 86,7 |

(DSR = Desv. Std. Relativa; ND = No detectado; 0t, 15t y 30t equivalen a suelo control, enmendado con 15 y 30 Mg·ha⁻¹, respectivamente)

Tabla 7.27 – Extracción secuencial BCR de Zn, aplicada a los suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de BET2005, y BET2005, sin incubar.

| Muestra | Zn-CO ₃ | | Zn-(MnOx/FeOx) | | Zn-MO | | Zn Residual | | Total Fracc. | Zn Total | | Total Rec. |
|-----------|--------------------|-------|----------------|------|---------|------|-------------|------|--------------|----------|------|------------|
| | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | [mg/kg] | DSR | % |
| CB 0d/0t | 3,11 | 15,0 | 6,82 | 3,69 | 5,92 | 7,51 | 40,3 | 9,37 | 56,1 | 60,9 | 3,6 | 92,1 |
| CB 0d/15t | 6,33 | 9,90 | 10,2 | 4,58 | 5,68 | 24,7 | 36,6 | 9,65 | 58,8 | 49,7 | 9,3 | 118,3 |
| CB 0d/30t | 9,09 | 3,35 | 12,9 | 7,36 | 5,08 | 2,16 | 36,3 | 8,42 | 63,4 | 48,6 | 3,7 | 130,5 |
| EM 0d/0t | ND | - | 15,3 | 8,82 | 6,89 | 4,75 | 43,9 | 3,32 | 66,1 | 67,4 | 10,3 | 98,1 |
| EM 0d/15t | 2,32 | 10,3 | 22,6 | 11,6 | 6,86 | 4,66 | 43,9 | 4,15 | 75,7 | 67,0 | 4,1 | 113,0 |
| EM 0d/30t | 2,45 | 0,260 | 26,6 | 3,53 | 7,11 | 1,25 | 43,5 | 3,71 | 79,7 | 66,9 | 14,5 | 119,0 |
| LP 0d/0t | 7,08 | 3,08 | 9,04 | 4,49 | 3,46 | 9,36 | 26,0 | 4,44 | 45,6 | 50,1 | 0,3 | 91,1 |
| LP 0d/15t | 11,4 | 4,15 | 8,95 | 12,8 | 4,60 | 8,37 | 27,7 | 3,50 | 52,6 | 53,9 | 4,4 | 97,7 |
| LP 0d/30t | 15,3 | 11,5 | 10,3 | 16,0 | 6,34 | 63,8 | 30,2 | 6,74 | 62,2 | 56,9 | 9,3 | 109,3 |
| M 0d/0t | 9,50 | 6,31 | 22,5 | 8,07 | 9,28 | 13,3 | 67,9 | 3,97 | 109,1 | 108,1 | 8,2 | 101,0 |
| M 0d/15t | 13,9 | 8,82 | 22,0 | 10,1 | 9,34 | 1,92 | 75,8 | 6,64 | 121,1 | 90,7 | 3,8 | 133,5 |
| M 0d/30t | 19,0 | 11,4 | 25,5 | 6,69 | 11,89 | 9,90 | 68,4 | 4,46 | 124,8 | 95,2 | 1,7 | 131,0 |
| BET2005 | 502,1 | 2,61 | 1210,8 | 3,93 | 76,5 | 2,13 | 87,4 | 9,62 | 1876,6 | 1545,5 | 5,2 | 121,4 |

(DSR = Desv. Std. Relativa; ND = No detectado; 0t, 15t y 30t equivalen a suelo control, enmendado con 15 y 30 Mg·ha⁻¹, respectivamente)

Tabla 7.28 – Extracción secuencial BCR de Zn, aplicada a los suelos control y enmendados con 15 y 30 Mg·ha⁻¹ de BET2005, incubados por 60 días en condiciones de humedad de campo, a 25°C.

| Muestra | Zn-CO ₃ | | Zn-(MnOx/FeOx) | | Zn-MO | | Zn Residual | | Total Fracc. | Zn Total | | Total Rec. |
|------------|--------------------|------|----------------|------|---------|------|-------------|------|--------------|----------|------|------------|
| | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | DSR | [mg/kg] | [mg/kg] | DSR | % |
| CB 60d/0t | 2,95 | 8,13 | 6,42 | 5,16 | 4,91 | 15,7 | 39,6 | 14,9 | 53,9 | 52,5 | 3,96 | 102,6 |
| CB 60d/15t | 7,10 | 3,11 | 13,2 | 13,2 | 3,94 | 8,13 | 35,7 | 9,02 | 59,9 | 69,1 | 3,71 | 86,7 |
| CB 60d/30t | 10,6 | 6,11 | 14,3 | 3,03 | 4,93 | 2,15 | 38,4 | 7,70 | 68,2 | 72,3 | 2,72 | 94,4 |
| EM 60d/0t | ND | - | 14,2 | 0,32 | 7,31 | 7,90 | 37,8 | 3,78 | 59,3 | 60,7 | 4,37 | 97,8 |
| EM 60d/15t | 2,65 | 10,6 | 20,8 | 7,18 | 7,08 | 11,5 | 44,2 | 4,74 | 74,8 | 67,4 | 3,91 | 110,9 |
| EM 60d/30t | 3,26 | 0,03 | 31,5 | 2,13 | 8,31 | 1,00 | 43,3 | 5,55 | 86,4 | 84,8 | 9,03 | 101,8 |
| LP 60d/0t | 6,78 | 5,75 | 7,07 | 6,47 | 3,91 | 11,6 | 25,4 | 2,14 | 43,1 | 48,0 | 6,20 | 89,8 |
| LP 60d/15t | 14,2 | 14,3 | 10,8 | 2,03 | 4,64 | 7,35 | 26,7 | 3,14 | 56,3 | 53,8 | 6,24 | 104,6 |
| LP 60d/30t | 16,8 | 4,25 | 11,1 | 7,52 | 4,67 | 7,46 | 25,5 | 10,3 | 58,1 | 58,4 | 3,61 | 99,4 |
| M 60d/0t | 9,41 | 2,34 | 20,5 | 10,2 | 9,46 | 3,98 | 77,3 | 9,60 | 116,6 | 94,0 | 1,10 | 124,1 |
| M 60d/15t | 13,2 | 1,69 | 24,5 | 9,14 | 9,34 | 9,94 | 76,0 | 6,81 | 123,0 | 97,9 | 6,16 | 125,6 |
| M 60d/30t | 17,3 | 2,21 | 24,9 | 4,41 | 10,6 | 8,31 | 64,4 | 11,7 | 117,2 | 120,4 | 5,73 | 97,3 |

(DSR = Desv. Std. Relativa; ND = No detectado; 0t, 15t y 30t equivalen a suelo control, enmendado con 15 y 30 Mg·ha⁻¹, respectivamente)