



# Análisis de fangos de depuración: una revisión sobre el tema

Rafael Marín Galvín  
Jefe de Control de Calidad

Empresa Municipal de Aguas de Córdoba (EMACSA) | [www.emacsa.es](http://www.emacsa.es)

## GENERALIDADES SOBRE FANGOS DE DEPURACIÓN

Cualquier proceso de depuración de aguas urbanas rinde dos productos: agua depurada y fango de depu-

ración. El fango seco engloba prácticamente toda la contaminación aportada por el agua residual de origen y podría ser reutilizado en prácticas agrícolas o en compostaje con otros residuos orgánicos, dado su impor-

tante contenido en N, P, y K, siempre que cumpla con dos normativas: el RD 1310/1990 y la Orden AAA 1072/2013. En ellas se fijan las características de un fango para poder ser usado en dos situaciones, suelos ácidos o básicos.



Figura 1. Fango de depuradora deshidratado y seco (fuente Internet)

Además, el RD 1310/1990 establece valores límite de metales pesados en suelos sometidos a la enmienda con fangos de depuración (Tabla 1). Por último, la Orden AAA 1072/2013 especifica recuentos microbianos en los fangos, pero sin fijar límites paramétricos aplicables.

En este sentido, y en el ámbito de la CA de Andalucía, debe destacarse la reciente Orden de 6 de agosto de 2018 de la Junta de Andalucía regulando la utilización de lodos tratados de depuradora en el sector agrario. La principal novedad de la misma es la obligación del tratamiento de los lodos, bien vía compostaje, bien vía digestión termófila o mesófila, estabilización aeróbica, estabilización con cal, o vía secado térmico para su empleo en prácticas agrícolas. Tales requerimientos adicionales no está claro que favorezcan la reutilización de un sustrato muy valioso en unos suelos como los andaluces, idóneos en la mayoría de meses del año para potenciar este recurso sólo con los condicionantes aplicados hasta ahora y que han dado satisfactorios resultados.

Como dato de interés, según el XV Estudio Nacional de AEAS sobre Suministro de Agua Potable y Saneamiento en España, durante 2016 se generaron en el país 701.751 T/m.s. de fango, estando el 85% del mismo destinado a aprovechamiento agrícola.

### CONTENIDO EN MATERIA SECA, MATERIAS ORGÁNICAS, pH Y CONDUCTIVIDAD

#### Materia seca

La materia seca de un fango no sometido a digestión oscila entre el 20% y el 30% en la mayoría de los fangos, y mide la proporción de sólido seco frente al contenido de agua de la muestra. Es un parámetro que afecta más al manejo práctico del sustrato que a sus propiedades fertilizantes (Figura 1). Su determinación se basa en una gravimetría tras someter la muestra a evaporación del agua presente a 105°C-110°C, en estufa, hasta lograr peso constante.

#### Materia orgánica

La "materia orgánica" mide la cantidad global de materiales carbonados del fango. Para su determinación se somete la muestra, tras el inicial secado a 105°C, a una posterior calcinación a 550°C durante un período de 30 min a 1 h, con lo cual se volatilizará toda la materia orgánica: la diferencia de pesada entre masa seca a 105°C y calcinada a 550°C será el dato buscado. Además, otros autores recomiendan calcinar a 600°C durante 2 h. Valores usuales del % de materia orgánica en fangos suelen estar entre el 40%

el 75% sobre materia seca.

Con respecto a la "materia orgánica oxidable" se mide por el Método de "Walkey-Black" de principios del siglo pasado, modificado posteriormente por diferentes investigadores. Se trata de someter la muestra a una oxidación con una mezcla de dicromato potásico y ácido sulfúrico (1:2) a 120-140°C, durante 1-2 h. El C se transforma así en CO<sub>2</sub> con una tasa media de recuperación de C del 77%, y un factor de 1,3 para expresión de los resultados obtenidos.

La valoración del dicromato no reaccionante se realiza con sulfato ferrosamónico (Sal de Mohr) y orto-fenantrolina como indicador de punto final. Como interferencias químicas importantes, citar cloruros, Fe<sub>2</sub><sup>+</sup> y nitratos. Los primeros pueden eliminarse vía precipitación previa con AgCl, mientras los nitratos sólo interferirían si se encuentran en más del 5%, y el Fe<sub>2</sub><sup>+</sup> se eliminaría secando la muestra al aire.

#### Contenido en nitrógeno y fósforo

En el caso del N solo una pequeña fracción se encuentra en forma asimilable, así los NO<sub>3</sub><sup>-</sup> y el NH<sub>4</sub><sup>+</sup> intercambiable. Para el análisis del N amoniacal se realiza una extracción de la muestra mediante disolución de KCl 2 M (que también sirve para la extracción de los

nitratos). Después la determinación definitiva se haría vía colorimétrica (método de Nessler) o mediante electrodo selectivo. La determinación de nitratos podría emplear cromatografía iónica o aplicar el método colorimétrico de la brucina en medio sulfúrico.

No obstante, la determinación más común del N de un fango corresponde a la del N-Kjeldahl. Para ello se procede a una digestión en medio sulfúrico en presencia de sulfato potásico y con catalizador de sulfato mercúrico. En estas condiciones el N presente genera NH<sub>3</sub> que se transforma en sulfato amónico no volátil: esta disolución se alcaliniza con NaOH y tiosulfato sódico, lo que genera nuevamente NH<sub>3</sub> el cual se fija sobre una disolución de ácido bórico. La valoración final del ácido bórico no reaccionante emplea una volumetría con ácido sulfúrico diluido y rojo de metilo como indicador de punto final. Alternativamente (si bien no se aconseja) también podría aplicarse la técnica de Nessler sin recoger el amonio en ácido bórico para cuantificar directamente amonio.

Según los últimos datos disponibles, el contenido en % de N-Kjeldahl de fangos de EDAR españolas oscila entre el 3% y el 7% sobre materia seca, con cantidades inferiores en algunos casos (≈1%) y en otros, más altas (≈8-9%) dependiendo del saneamiento concreto.

Con relación al P, el asimilable puede extraerse mediante dos técnicas:

- Método de Bray-Kurtz: que utiliza una solución mezcla de NH<sub>4</sub>F y HCl.
- Método de Olsen: que emplea NaHCO<sub>3</sub> a pH=8,5. Este método es el utilizado por el Centro de Estudios y Experimentación de Obras Públicas (CEDEX).

Tras la extracción, el análisis de P puede abordarse mediante ICP (con o sin Espectrometría de Masas) o vía colorimétrica, según el conocido método del molibdato amónico, que rinde áci-

**Tabla 1. Características de los fangos depuración para aprovechamiento agrícola (azul), y límites metales pesados en suelos con enmienda de fangos de depuración (verde)**

| Parámetros                                                     | Suelos pH<7 |       | Suelos pH>7 |             |
|----------------------------------------------------------------|-------------|-------|-------------|-------------|
| Parámetros agronómicos                                         |             |       |             |             |
| Materia seca %                                                 | -           | -     |             |             |
| Materia orgánica % ( sobre m.s.)                               | -           | -     |             |             |
| pH                                                             | -           | -     |             |             |
| C/N                                                            | -           | -     |             |             |
| Nitrógeno total (% N sobre m.s.)                               | -           | -     |             |             |
| Nitrógeno amoniacal (%NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> sobre m.s.) | -           | -     |             |             |
| Fósforo total (% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> /kg m.s.)       | -           | -     |             |             |
| Potasio total (% K <sub>2</sub> O/kg m.s.)                     | -           | -     |             |             |
| Calcio total (% CaO/kg m.s.)                                   | -           | -     |             |             |
| Magnesio total (% MgO/kg m.s.)                                 | -           | -     |             |             |
| Hierro total (% FeO/kg m.s.)                                   | -           | -     |             |             |
| Metales pesados                                                |             |       | Suelos pH<7 | Suelos pH>7 |
| Cadmio (mg/kg m.s.)                                            | 40          | 20    | 1           | 3           |
| Cobre (mg/kg m.s.)                                             | 1.750       | 1.000 | 50          | 210         |
| Níquel (mg/kg m.s.)                                            | 400         | 300   | 30          | 112         |
| Plomo (mg/kg m.s.)                                             | 1.200       | 750   | 50          | 300         |
| Zinc (mg/kg m.s.)                                              | 4.000       | 2.500 | 150         | 450         |
| Mercurio (mg/kg m.s.)                                          | 25          | 16    | 1           | 1,5         |
| Cromo (mg/kg m.s.)                                             | 1.500       | 1.000 | 100         | 150         |
| Parámetros microbiológicos                                     |             |       |             |             |
| Salmonella (ausencia o presencia /25 g)                        | -           | -     | -           | -           |
| Escherichia coli (u.f.c./g)                                    | -           | -     | -           | -           |

do fosfomolibdico; éste después es sometido a reducción con ácido ascórbico para generar un compuesto azul susceptible de medida a 880 nm.

El P total, por su parte, requiere digestión por microondas (Figura 2) o con persulfato amónico en placa calefactora. Con ello se obtiene la gran mayoría de P en compuestos orgánicos, polifosfatos, hexametrafosfatos y fosfitos inorgánicos.

Por último, el contenido habitual de P en fangos de EDAR españolas se sitúa entre el 1% y el 4% (sobre m.s.) expresado como P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, mientras los valores de P asimilable varían entre 500 y 3.000 mg/kg de materia seca (aproximadamente,

el 20-30% del P total como P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>).

### Determinación de pH y Conductividad

Ambas se llevan a cabo mediante medida directa con electrodos en pasta saturada, según la Norma UNE-EN-13038. El intervalo de valores de pH en fangos de depuradora se sitúa entre 5,5 y 12, mientras el de conductividad varía entre 2.000 y 12.000 µS/cm.

### CONTENIDO EN METALES

Podemos establecer dos grupos: en

primer lugar los siete metales pesados limitados en la normativa por su carácter toxicológico (Cd, Cu, Ni, Pb, Zn, Hg y Cr); en segundo lugar, metales con interés agronómico (calcio, potasio, magnesio y hierro) incluso algunos otros como sodio (de interés para evitar fenómenos de salinización del suelo) o boro.

Al igual que para el P, el contenido de metal puede corresponder a metal asimilable (fácilmente incorporable al sustrato) y metal total. Para el metal asimilable se emplean varias técnicas extractivas según el tipo de metal a analizar. La más universal usa la solución de Mehlich compuesta de ácido acético 0,2N, nitrato de amonio 0,25 N, fluoruro de amonio 0,015N, ácido nítrico 0,013N y EDTA 0,001M tamponada a pH=2,5: ésta se aplica para P, Ca,

Mg, K, Fe, Cu, Zn, Mn y S. Otros métodos más específicos son:

- Na, K, Mg y Ca: extrayendo con acetato amónico 1 N a pH=7, y filtrado previo al análisis.
- Fe y Mn: extracción con ácido dietilén triamino pentacético (DTPA) para formar un quelato en el caso del Fe, y en el segundo, tras la complejación se procede a un nuevo tratamiento con acetato amónico 1 N a pH=7. También otros autores citan la determinación directa, sin digestión, de Fe y Mn como indicativa del metal asimilable.
- Zn: se extrae con disolución de  $\text{CaCl}_2$  con DTPA a pH=7,3.
- Finalmente, el B se extrae con agua en fase acuosa a ebullición a reflujo.

Para el metal total, se digesta el fan-

go sólido vía microondas, o también con mezclas ácidas en placa calefactora, usando entonces ácidos fuertes, como  $\text{HNO}_3+\text{HCl}$  (1 mL+3 mL de ácido concentrado), y la introducción de la muestra en un digestor hermético de teflón, que suele ser lo más habitual.

Obtenida la disolución de metal (total o asimilable) la técnica más empleada actualmente de análisis es la ICP (inducción acoplada de plasma), que con espectrometría de masas mejora sus prestaciones (Figura 3). También se puede operar con absorción atómica, o en algunos casos, para metal asimilable, emplear técnicas colorimétricas: el método de la ditzona para el Zn o el de la quinalizarina para el B. Finalmente, el Hg podría determinarse por espectroscopía de fluorescencia de vapor frío.



# SUCCESS IS...GETTING OUT MORE TOGETHER

## SUS VENTAJAS UTILIZANDO LA SERIE FLOTTWEG X

- Xtra eficiencia de deshidratación
- Xtra ahorro de polímero
- Xtra ahorro de energía
- Xtra limpieza: rendimiento > 99 %
- Xtra capacidad: hasta el 15 % más capacidad



**Flottweg**

Engineered For Your Success



Figura 2. Digestor por microondas (Laboratorios EMACSA)



Figura 3. Equipo de ICP-EM (Laboratorios EMACSA)

Como información complementaria, la Tabla 2 presenta los intervalos de concentración de metales totales y asimilables en fangos de depuración españoles en los últimos cinco años. En saneamientos con elevadas tasas de vertidos industriales, se han superado puntualmente los máximos establecidos para Zn, Ni y Cr.

### CONTENIDO EN CONTAMINANTES ORGÁNICOS

Actualmente en España no se exige la determinación de compuestos orgánicos en fangos. No obstante, vamos a centrarnos en los que presumiblemente puedan plantearse en próximas Directivas Europeas sobre el tema: AOX (halógenos orgánicos), DEHP (Di(2-Ethilhexil)-Ftalato), NPE (Nonilfenol y nonilfenol etoxilados), PCB (bifenilos policlorados), Dioxinas y Furanos, PAH (Hidrocarburos aromáticos policíclicos), LAS (Sulfonatos de alquilbenceno lineales) y PBDE (Difenil-éteres bromados).

Tabla 2. Contenido de metal total y asimilable en fangos de EDAR urbanas españolas (intervalos)

|          | Metal total mg/kg m.s. | Metal asimilable mg/kg m.s. |
|----------|------------------------|-----------------------------|
| Potasio  | 1.000 – 10.000         | 1.500 – 6.000               |
| Calcio   | 10.000 – 120.000       | 100 – 30.000                |
| Magnesio | 500 – 4.000            | 2.000 – 13.000              |
| Sodio    | 1.000 – 5.000          | -                           |
| Hierro   | 5.000 – 70.000         | 7 – 34                      |
| Cadmio   | <1,0 – 5               | -                           |
| Cromo    | 10 – 1.000             | -                           |
| Cobre    | 150 – 750              | -                           |
| Mercurio | <1,0 – 3,5             | -                           |
| Níquel   | 20 – 200               | -                           |
| Plomo    | 50 – 200               | -                           |
| Zinc     | 300 – 2.000            | -                           |

Tabla 3. Contenido de compuestos orgánicos en fangos de EDAR urbanas españolas

| Compuestos | mg/kg m.s. | Compuestos       | mg/kg m.s.             |
|------------|------------|------------------|------------------------|
| AOX        | 150 – 400  | Dioxinas-furanos | 2,0 – 10               |
| DEHP       | 1 – 25     | PAH              | 0,5 – 3                |
| NPE        | 2 – 30     | LAS              | 70 – 10.000            |
| PCB        | 0,1 – 5    | PBDE             | 1x10 <sup>-3</sup> – 1 |

La cuantificación de AOX emplea una micro volumetría según las normas DIN 38409-H14 (1985) y UNE-EN 1485 (1977). Para los detergentes LAS se puede aplicar la técnica de la HPLC (cromatografía de líquidos de alta presión) con detector de flujo (Figura 4).

Para el resto de compuestos químicos se aplica cromatografía de gases con detección por espectrometría de masas (Figura 5). Más específicamente, Dioxinas y Furanos así como Difenil éteres bromados, suelen también determinarse mediante cromatografía de gases y espectrometría de masas de alta resolución.

Con relación a la situación en las EDAR españolas, la Tabla 3 presenta datos sobre las concentraciones de los compuestos orgánicos anteriormente reseñados en fangos procedentes de EDAR urbanas. Estos intervalos pueden variar en casos concretos: así, los AOX con más de 500 mg/kg m.s.; nonilfenoles con puntas de 45 mg/kg m.s., PCB con niveles de más de 100 mg/kg m.s. y PBDE con puntas de 5 mg/kg m.s.

### CONTENIDO MICROBIANO

Según la Orden AAA 1072/2013 se consideran dos tipos de microorganismos a controlar en fangos: *Salmonella*

y *Escherichia coli*, sin fijar en ningún caso limitación.

Para *Salmonella* puede aplicarse la norma UNE-EN ISO 6579:2003. También se podría proceder a la puesta en contacto de 25 g del fango con agua estéril durante un determinado tiempo, e incubar el agua resultante, tras filtración sobre membrana, a 37 °C y durante 48 h con caldo nutritivo de Wilson-Blair (agar bisulfito de bismuto). Hay varias modificaciones a la técnica aplicable.

Para *Escherichia coli* se pone en contacto 1 g de fango con agua estéril, y nuevamente tras filtración sobre membrana, se incuba a 44,5°C durante 48 h usando medio de cultivo cromogénico, u otros alternativos.

Como información al caso, en la gran práctica totalidad de los fangos de EDAR españoles se detectó la presencia de *Salmonella* en una muestra de 25 g, mientras los resultados de E. Coli en muestras de 1 g oscilaron entre 100 UFC y >10<sup>7</sup> UFC.

### CONCLUSIONES

Los fangos de depuración son un sustrato valioso para el abonado agrícola teniendo en cuenta la progresiva carencia de fuentes inorgánicas de P a escala mundial.

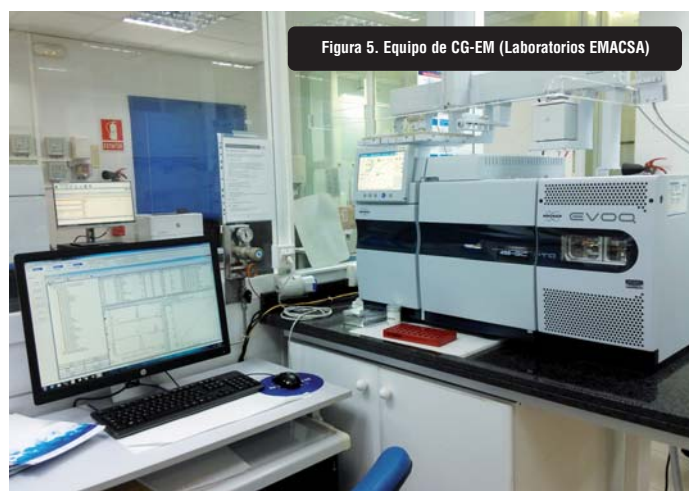
Un adecuado control de calidad,

aparte de ser exigido por la normativa vigente, garantiza su inocuidad una vez aplicado al terreno. Para ello se cuentan con las técnicas analíticas adecuadas.

Las normativas que incrementan los requerimientos para el uso de fangos de depuración en prácticas agrícolas pueden estar impidiendo la valorización de un subproducto de interés y contribuyendo en poca medida a la tan aireada estrategia de la economía circular del ciclo del agua.

### BIBLIOGRAFÍA

- AEAS (2018). Asociación Española de Abastecimientos de Aguas y Saneamiento. XV Estudio Nacional. Madrid.
- D. Carreira (2011). Cuantificación de la materia orgánica del suelo. Método de Walkley & Black. Actas Jornadas de actualización: Gestión de la calidad en los laboratorios de análisis de suelos agropecuarios. Rosario, Argentina.
- CEDEX (2009). Caracterización de los lodos de depuradoras generados en España. Ministerio de Medio Ambiente, Rural y Marino. Madrid.
- I. C. González Granados (2015). Generación, caracterización y tratamiento de lodos de EDAR. Tesis Doctoral, Universidad de Córdoba.
- R. Marín Galvín (2018). Físicoquímica y microbiología de los medios acuáticos. Tratamiento y control de calidad de aguas (2ª ed.). Madrid, Ed. Díaz de Santos, Madrid.



**32**  
AÑOS DE  
TRAYECTORIA  
1987 - 2019

# RETEMA

Revista Técnica de Medio Ambiente

[www.retema.es](http://www.retema.es)

N° 215 | MAYO/JUNIO 2019 | AGUAS



Opinión  
**Agua e Industria**

REPORTAJE  
**Planta de Tratamiento  
de Efluentes del Complejo  
de Repsol Puertollano**

INTEGROIL:  
**una solución integrada  
para la reutilización de  
agua en la industria**

REPORTAJE  
**Ampliación de la  
Depuradora de Adeje -  
Arona, Tenerife**

**Presencia y control de  
microplásticos en  
aguas residuales**