

**EVALUACIÓN DE LA REMOCIÓN DEL COLORANTE RB46 MEDIANTE
CARBÓN ACTIVADO PARTIENDO DE FIQUE A NIVEL LABORATORIO**

MARÍA FERNANDA CASTRO MURCIA

VALERIA SALAZAR ARROYO

FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA

FACULTAD DE INGENIERÍAS

PROGRAMA DE INGENIERÍA QUÍMICA

BOGOTÁ D.C.

2020

**EVALUACIÓN DE LA REMOCIÓN DEL COLORANTE RB46 MEDIANTE
CARBÓN ACTIVADO PARTIENDO DE FIQUE A NIVEL LABORATORIO**

MARÍA FERNANDA CASTRO MURCIA

VALERIA SALAZAR ARROYO

Proyecto integral de grado para optar al título de:

INGENIERO QUÍMICO

Director

HUGO RICARDO ZEA, PhD

Ingeniero Químico

FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA

FACULTAD DE INGENIERÍAS

PROGRAMA DE INGENIERÍA QUÍMICA

BOGOTÁ D.C.

2020

Nota de aceptación

Jurado 1

Jurado 2

DIRECTIVAS DE LA UNIVERSIDAD

Presidente Institucional y Rector de Claustro

Dr. MARIO POSADA GARCÍA-PEÑA

Consejero Institucional

Dr. LUIS JAIME GARCÍA PEÑA

Vicerrectora Académica y de Investigaciones

Dra. MARIA CLAUDIA APONTE GONZÁLEZ

Vicerrector Administrativo y Financiero

Dr. RICARDO ALFONSO PEÑARANDA CASTRO

Secretaria General

Dra. ALEXANDRA MEJÍA GUZMAN

Decano de Facultad de Ingeniería

Ing. JULIO CESAR CINFUENTES ARISMENDI

Director Programa de Ingeniería Química

Ing. IVÁN RAMÍREZ MARÍN

Las directivas de la Universidad de América, los jurados, calificadores y el cuerpo de docentes no son responsables por los criterios e ideas expuestas en el presente documento. Estos corresponden únicamente a los autores.

DEDICATORIA

Principalmente doy gracias a Dios por permitirme la culminación de esta etapa, que constituye el comienzo de mi proyecto de vida, sin lugar a duda, esto no hubiera sido posible con el apoyo de mi mamá, quien ha sido mi ejemplo, soporte y motor de vida, a mi abuela que dejó en mí ese deseo de salir adelante y luchar por mis sueños a pesar de lo difícil que pareciera, a una persona maravillosa que me colaboró en todo momento, me fortaleció en los momentos de debilidad y siempre confió en mí, a mis hermanos que se alegraron de mis logros y me apoyaron incondicionalmente. Agradezco a mis amigos que alegraron mis días y me aconsejaron siempre que fue necesario y, finalmente, quisiera agradecer a todos mis seres queridos, tíos y primos, que me guiaron en este largo camino, no me dejaron desfallecer jamás y me permitieron confiar en mí.

María Fernanda Castro Murcia

DEDICATORIA

Le doy las gracias a Dios por permitirme completar esta etapa en mi vida, por colocar las personas correctas en los momentos indicados que ayudaron en mi crecimiento ético y profesional. Dedico esto a mis padres, ya que sin su ejemplo y apoyo en cada paso esto no hubiese sido posible, porque sé que este logro también es de ellos. Agradezco a cada persona que hizo parte de esta experiencia, a mi familia por siempre mostrar su amor y ayuda en los momentos difíciles, a mis amigos por cada risa y ayuda cuando la necesité y a cada persona que con una palabra aportó en este trayecto, porque lo que soy hoy se debe en gran parte a los que me han acompañado.

"Y estoy seguro de que Dios, quien comenzó la buena obra en ustedes, la continuará hasta que quede completamente terminada el día que Cristo Jesús vuelva" Filipenses 1:6

Valeria Salazar Arroyo

AGRADECIMIENTOS

Agradecemos a la Universidad Nacional de Colombia, especialmente a nuestro director de tesis, Hugo Ricardo Zea Ramírez, por darnos la oportunidad de realizar este proyecto de grado bajo su constante acompañamiento y asesoría, y compartió con nosotras sus los conocimientos que permitieron llevar a cabo este proyecto.

A la Fundación Universidad de América por cada experiencia y aprendizaje adquirido, de igual manera, a los ingenieros Jaime Eduardo Arturo Calvache, Sandra Liliana Mesa Espitia y Luis Miguel Chaparro Hernández que nos colaboraron y asesoraron para poder superar las dificultades que se atravesaron en este proyecto.

CONTENIDO

	pág.
INTRODUCCIÓN	22
1. MARCO TEÓRICO	25
1.1 CONTEXTUALIZACIÓN DEL FIQUE	25
1.1.1 Clasificación taxonómica y morfología del fique	26
1.1.2 Estructura del fique	28
1.1.3 Producción y usos del fique en Colombia	31
1.2 CONTAMINACIÓN POR COLORANTES AZOICOS	32
1.2.1 Colorante RB46	33
1.2.2 Usos del RB46	33
1.3 CARBÓN ACTIVADO	34
1.3.1 Métodos de obtención del carbón activado	34
1.3.1.1 Activación química	34
1.3.1.2 Activación física	35
1.3.2 Agentes activantes	36
1.3.3 Usos del carbón activado	37
1.3.4 Propiedades fisicoquímicas	37
1.3.4.1 Área BET	38
1.3.4.2 Porosidad	39
2. MATERIALES Y MÉTODOS	40
2.1 ACONDICIONAMIENTO DE LA MATERIA PRIMA	40
2.2 CARACTERIZACIÓN DE LA MATERIA PRIMA	41
2.2.1 Contenido de humedad	41
2.2.2 Contenido de cenizas	42
2.3 CONDICIONES DE OBTENCIÓN DE CARBÓN ACTIVADO	43
2.3.1 Activación química	43
2.3.2 Carbonización	44
2.4 CARACTERIZACIÓN CARBÓN ACTIVADO	48
2.4.1 Material volátil	48
2.4.2 Carbono fijo	48
2.4.3 pH del extracto acuoso	49
2.4.4 Determinación del pH _{pzc}	49
2.4.5 Área superficial BET	51
2.4.6 Espectroscopia infrarroja (FTIR)	52
2.4.7 Difracción de rayos X (XRD)	53
2.4.8 Microscopía electrónica de barrido (SEM)	55
2.5 CUANTIFICACIÓN DE ADSORCIÓN	57
2.5.1 Espectroscopia UV-Vis	57

3. ANÁLISIS Y RESULTADOS	60
3.1 CARACTERIZACIÓN DE LA MATERIA PRIMA	63
3.2 Proceso de impregnación	63
3.3 Resultado de la carbonización	64
3.4 FACTORES QUE AFECTAN EL PROCESO DE ADSORCIÓN	64
3.4.1 Efecto del pH de la solución	65
3.4.2 Efecto de la temperatura	69
3.4.3 Efecto de la concentración de colorante	70
3.4.4 Efecto de la relación másica	71
3.4.5 Dependencia del tipo de ácido	72
3.5 CARACTERIZACIÓN DEL CARBÓN ACTIVADO	74
3.5.1 pH punto de carga cero	74
3.6 ANÁLISIS ESTADÍSTICO	75
3.7 CUANTIFICACIÓN DE ADSORCIÓN	76
3.7.1 Calibración	76
3.7.2 Isotermas de adsorción	79
4. EFICIENCIA DEL PROCESO DE PRODUCCIÓN DE CARBÓN ACTIVADO	94
4.1 ACTIVACIÓN	94
4.1.1 Balance de masa	94
4.1.2 Eficiencia	96
4.2 CARBONIZACIÓN	97
4.2.1 Balance de masa	97
4.2.2 Eficiencia	99
5. CONCLUSIONES	100
6. RECOMENDACIONES	101
BIBLIOGRAFÍA	102
ANEXOS	110

LISTA DE FIGURAS

	pág.
Figura 1 Esquema de extracción fibra de fique	29
Figura 2. Estructura del colorante RB46	33
Figura 3. Clasificación parcial del carbono	36
Figura 4. Grupos funcionales presentes en un carbón activado.	38
Figura 5. Esquema metodológico	40
Figura 6. Contenido de cenizas en el fique	43
Figura 7. Reacción de combustión en atmósfera con presencia de oxígeno.	45
Figura 8. Horno tubular marca Thermo scientific Lindberg blue M	47
Figura 9. Esquema de montaje proceso de carbonización	47
Figura 10. Montaje lavado al vacío	49
Figura 11. Montaje para hallar pH _{pzc}	50
Figura 12. Perfiles XRD para fibras crudas, pretratadas y funcionales	55
Figura 13 Imágenes SEM de la superficie de la fibra del fique luego de 2 días de impregnación a) 3000X, b) 10000X, c) 35000X, d) 70000X	56
Figura 14: Morfología del laurel a 500 X (a) aserrín tamaño > 2 mm; (b) aserrín tamaño 74 - 150 μm; (c) carbón activado tamaño > 2 mm; (d) carbón activado tamaño 74 - 150 μm	57
Figura 15. Pre-tratamiento de la fibra de fique. Tiempo 0h (a). Tiempo 4h (b).	64
Figura 16. Carbón activado con ácido fosfórico	64
Figura 17. Montaje para hallar el pH que favorece mejor la adsorción	66
Figura 18. Resultado adsorción. (a) Con lavado de ácido. (b) Sin lavado de ácido	68
Figura 19. Montaje de filtración para espectrofotómetro.	77
Figura 20. Resultados de remoción de RB46. Condiciones iniciales (a). Remoción carbonos (b).	79

LISTA DE TABLAS

	pág.
Tabla 1. Clasificación de las plantas de fique	27
Tabla 2. Clasificación taxonómica del fique	28
Tabla 3. Composición de la planta de fique	31
Tabla 4. Convenciones de montaje para carbonización	47
Tabla 5. Caracterización de materia prima	63
Tabla 6. Datos de absorbancia carbón activado con ácido fosfórico bajo condiciones de equilibrio.	79
Tabla 8. Concentración final de RB46 en la solución.	81
Tabla 9. Cantidad de RB46 adsorbida en el equilibrio en mg/g	82
Tabla 10. Linealización de Langmuir para el carbón 4	83
Tabla 11. Linealización de Freundlich para el carbón 4	90
Tabla 12. Resumen isotermas de adsorción	91
Tabla 13. Balance de masa para la activación química	96
Tabla 14. Rendimiento en la activación química	97
Tabla 15. Balance global de masa en el proceso de carbonización	98
Tabla 16. Rendimiento en el proceso de carbonización	99

LISTA DE GRÁFICAS

	pág.
Gráfica 1. Valor de TGA del fique a diferentes temperaturas	46
Gráfica 2 Regiones básicas de un espectro de Infrarrojo	52
Gráfica 4. Función del pH en el porcentaje de adsorción para el ácido fosfórico y el ácido cítrico.	67
Gráfica 5. Efecto de la temperatura y concentración del colorante RB46 en el proceso de adsorción	70
Gráfica 7. Efecto de la concentración de RB46 a 30°C	71
Gráfica 8. Efecto de la concentración y relación másica en el porcentaje de adsorción	72
Gráfica 9. Efecto de la temperatura y relación másica en el porcentaje de adsorción	72
Gráfica 10. Influencia del tipo de ácido en el porcentaje de adsorción	73
Gráfica 11. pH _{pzc} carbón activado obtenido con ácido fosfórico y ácido cítrico.o	74
Gráfica 13. Diagrama de Pareto en función de la temperatura y la relación másica	76
Gráfica 14. Calibración espectro UV-vis	77
Gráfica 15. Cambio en la concentración final en el tiempo	78
Gráfica 16. Linealización de isoterma de Langmuir	83
Gráfica 17. Linealización isoterma de Freundlich	90
Gráfica 18. Isoterma de Freundlich correspondiente a carbón 4	92
Gráfica 19. Isoterma de adsorción RB46	93
Gráfica 20. Balance de masa para la activación del fique	95
Gráfica 21. Balance de masa para el proceso de carbonización	98

LISTA DE ECUACIONES

	pág.
Ecuación 1. Contenido de humedad	42
Ecuación 2. Contenido de cenizas	42
Ecuación 3. Porcentaje de material volátil	48
Ecuación 4. Porcentaje de carbono fijo	49
Ecuación 5. Ecuación de Bragg	54
Ecuación 6 Ecuación para diluciones	59
Ecuación 7. Cantidad de colorante adsorbida	81
Ecuación 8. Linealización isoterma de Langmuir	82
Ecuación 9. Reacción de adsorción del RB46 en el carbón activado	84
Ecuación 10. Mecanismo de adsorción en sitios activos.	84
Ecuación 11. Reacción superficial del RB46.	85
Ecuación 12. Reacción de desorción del RB46.	85
Ecuación 13. Velocidad de adsorción del RB46.	85
Ecuación 14. Condiciones de equilibrio para la adsorción del RB46	86
Ecuación 15. Condiciones de equilibrio para la desorción del RB46	86
Ecuación 16. Concentración de RB46 en la superficie del carbón.	86
Ecuación 17. Concentración de RB46 en la solución.	86
Ecuación 18. Concentración de RB46 en la superficie del carbón despejada.	87
Ecuación 19. Concentración de RB46 en la solución despejada.	87
Ecuación 20. Balance general de los sitios totales activos.	87
Ecuación 21. Balance detallado de los sitios totales activos	87
Ecuación 22. Sitios totales del carbón activado	88
Ecuación 23. Sitios vacíos presentes en el carbón activado	88
Ecuación 24. Concentración total del RB46 en la superficie del carbón.	88
Ecuación 25. Velocidad de adsorción del RB46 en el carbón activado	88
Ecuación 26. Velocidad de adsorción de RB46 en el carbón activado resumida.	89
Ecuación 27. Linealización de Freundlich	89
Ecuación 28. Cantidad de adsorción en el equilibrio	92

Ecuación 29. Balance etapa de activación	95
Ecuación 30. Balance de masa etapa de carbonización	98

LISTA DE ANEXOS

	pág.
Anexo A. Tabla de calibración del espectro UV-vis a concentraciones entre 0.4-50 ppm de RB46	111
Anexo B. Linealización de Langmuir	112
Anexo C. Linealización de Freundlich	113
Anexo D. Datos para cálculo de la isoterma Freundlich carbón 4	114
Anexo E. pH _{pzc} carbón activado con ácido fosfórico y lavado previo	115
Anexo F. pH _{pzc} carbón activado con ácido cítrico	116
Anexo G. Dependencia del pH de solución y lavado del carbón activado con ácido fosfórico en el proceso de remoción	117
Anexo H. Efecto de no realizar el lavado del carbón activado con ácido fosfórico previamente a la etapa de carbonización.	118
Anexo I. Dependencia del pH de solución en el carbón activado con ácido cítrico	119
Anexo J. Datos para la isoterma de adsorción según Giles para el carbón 4	120
Anexo K. Datos de absorbancia para las condiciones de equilibrio	121

LISTA DE SÍMBOLOS

RB46	Colorante Rojo básico 46
ppm	Concentración en partes por millón
q_e	Capacidad de adsorción en el equilibrio (mg/g)
Q_{max}	Capacidad máxima de adsorción teórica (mg/g)
k_L	Constante de adsorción de Langmuir (L/mg)
n	Constante adimensional que explica la intensidad de adsorción
k_F	Constante de adsorción de Freundlich relativa a la capacidad de adsorción del adsorbente (L/g)
pHpzc	Punto de carga cero
pKa	Constante de disociación

ABREVIATURAS

%	Porcentaje
°C	Grados Celsius
nm	Nanómetro
%H	Humedad
%C	Cenizas
%MV	Material volátil
%CF	Carbono fijo
g	Gramos
m ²	Metros cuadrados

GLOSARIO

ADSORCIÓN: fenómeno fisicoquímico, donde las interacciones predominantes pueden ser de Van der Waals o de enlaces químicos¹. Se define como la tendencia de un componente del sistema a concentrarse en la interface. A diferencia de la absorción, en esta no existe una penetración física de una fase en la otra.²

ABSORCIÓN: es una operación unitaria de transferencia de materia, que consiste en poner en contacto a un gas con un líquido, para que este disuelva determinados componentes del gas, que quedan libres de los mismos.³

¹ TUBERT, Iván y TALANQUER, Vincente. Sobre adsorción. *Educación Química*. 2018, vol. 8, nro. 4. pp. 186. [Consultado en: 16, abril, 2020] [en línea] En: <http://www.revistas.unam.mx/index.php/req/article/view/66595>

² VIADES, Josefina. FENÓMENOS DE SUPERFICIE. ADSORCIÓN. *Fisicoquímica De Alimentos*. [Consultado en: 16, abril, 2020] [en línea] En: http://depa.fquim.unam.mx/amyd/archivero/Unidad3.Fenomenosuperficiales.Adsorcion_23226.pdf

³ RANGEL, Fabio. ABSORCIÓN DE GASES: MÉTODO DE CÁLCULO EN CONTACTO DISCONTINUO. Universidad Nacional de Callao. [Consultado en: 23, abril, 2020] [en línea] En: https://unac.edu.pe/images/documentos/organizacion/vri/cdcitra/Informes_Finales_Investigacion/2011/Febrero/IF_RANGEL_MORALES_FIQ.pdf

RESUMEN

Este trabajo de grado presenta la caracterización del carbón activado obtenido de fique proveniente de la empresa empaques S.A ubicado en Medellín, proceso realizado en la Universidad Nacional de Colombia a través del método químico utilizando dos tipos de ácido (fosfórico, cítrico). Para que el carbón sea capaz de adsorber el colorante es necesario que tenga alta porosidad en su superficie, por lo que el desarrollo experimental que se muestra tiene como fundamento analizar las variables que intervienen en la obtención del mejor carbón como lo son la relación másica y la temperatura. Por último, los resultados obtenidos en la adsorción se comparan con los análisis XFDR, SEM, y Área BET con el fin de establecer la relación entre la adsorción y el tamaño resultante de poro.

Palabras claves: Fique, carbón activado, activación química, adsorción.

ABSTRACT

This grade work presents the characterization of activated carbon obtained from fique from the company Empaques S.A located in Medellín, a process carried out in the National University of Colombia through the chemical method using two types of acid (phosphoric, citric). In order for the coal to be able to adsorb the dye, it is necessary that it has a high porosity on its surface, so that the experimental development shown is based on analyzing the variables involved in obtaining the best carbon, such as the mass ratio and temperature. Finally, the results obtained in the adsorption are compared with the XFDR, SEM, and BET Area analyzes in order to establish the relationship between the adsorption and the resulting pore size.

Keywords: Fique, activated carbon, chemical activation, adsorption.

INTRODUCCIÓN

El crecimiento en los niveles de contaminación a nivel industrial ha llevado a la creación de normas cada vez más exigentes que ayuden a regular las emisiones y vertimientos generados en los procesos de obtención de los diferentes productos comerciales. Dentro de las industrias más contaminantes se encuentra la textil debido a su alto consumo de agua, además de los residuos que se generan en diferentes efluentes, estos poseen fluctuaciones en parámetros como lo son el DQO, DBO, pH, color, entre otros, debido a los colorantes que se utilizan. Los colorantes de tipo azoico representan entre el 65-70% de la producción total, ya que ofrecen una gama amplia de colores, con una alta estabilidad y porcentaje de fijación superior al 98%⁴. Además, su estructura presenta grupos cromóforos de alto peso molecular que disminuyen los procesos fotosintéticos, disminuye el oxígeno disuelto y representa el 50% de la DQO de la industria textil, adicionalmente forma compuestos recalcitrantes que son difíciles de eliminar mediante métodos convencionales llegando a ser altamente tóxicos y cancerígenos. Dentro de estos colorantes (azoicos) se encuentra el rojo básico 46 (RB46) ampliamente usado en la industria..⁵

De acuerdo al tipo de colorante que se llegue a usar, se estima que del 2 al 50 % de los compuestos que se desechan no pueden removerse por métodos convencionales de tratamiento de aguas por su compleja estructura química (Kuhad *et al.*, 2004; Díaset *al.*, 2007 y Dos Santos *et al.*, 2007).⁶ Estos colorantes se caracterizan por estar formados por cromóforos, de los cuales cabe resalta los carbonilos, metilo, nitro y azo.

Teniendo en cuenta lo anterior las tecnologías que se han intentado implementar, buscan métodos que sean efectivos en la remoción de estas sustancias que afectan de manera directa el ecosistema, dentro de las cuales se destaca el carbón activado. Este busca por medio de una activación (química o física), lograr adherir a su superficie cierto tipo de sustancias con el fin de extraerlos del medio actual donde se encuentran, a pesar de que este método se ha intentado con diversos materiales en este trabajo se muestran los resultados obtenidos partiendo de un material que en Colombia es altamente producido y no posee un valor agregado significativo a nivel comercial.

⁴ ZULETA CORREA, Ana. Evaluación del proceso de degradación de un colorante sintético tipo azo mediante un sistema de fermentación en estado sólido. Tesis Magister en Medio Ambiente y Desarrollo, 2013. Universidad Nacional de Colombia. . [Consultado en: 23, mayo, 2020] [en línea] En: <http://bdigital.unal.edu.co/11615/1/1128444431.2014.pdf>

⁵ MARTÍNEZ CORTAZAR, Adriana. CORONEL Claudia. ESCALANTE Adelfo y GONZÁLEZ, César. *et al.* Contaminación generada por colorantes de la industria textil. *Revista Vida Científica Boletín Científico De La Escuela Preparatoria No. 4*, 2(3). p 1. [Consultado en: 23, mayo, 2020] [en línea] En: <https://repository.uaeh.edu.mx/revistas/index.php/prepa4/article/view/1862>

⁶ *Ibíd.*, p 2.

Es por ello que en este proyecto se evalúan las mejores condiciones para obtener un carbón activado a partir de fique por medio de dos diferentes ácidos, determinando su influencia en la remoción del colorante RB46.

La metodología descrita se divide en el acondicionamiento de la materia prima donde se determinan los factores iniciales que afectan el proceso, seguida de la activación química, donde se determina el tipo de agente precursor a emplear dependiendo del contaminante a eliminar y el tiempo de contacto necesario entre este y la materia prima. Se definen las condiciones de carbonización que garantizan la eliminación completa de la celulosa y se finaliza con el rendimiento del carbón activado, en términos de remoción y producto obtenido, el cual se evidencia en las isotermas de adsorción y los balances de masa.

OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL

Evaluar la remoción del colorante RB46 mediante carbón activado partiendo de fique a nivel laboratorio.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Establecer las condiciones de acondicionamiento del fique para la obtención del carbón activado.

Sintetizar el carbón activado partiendo de un desarrollo experimental.

Determinar el porcentaje de remoción del colorante RB46

1. MARCO TEÓRICO

A fin de establecer un panorama histórico del fique, su papel comercial, países productores, los distintos tipos de fique, modo de producción y consumo final, se pretende evaluar la importancia que tiene el uso de este material para producir carbón activado que tenga características deseadas para dar solución a una problemática mundial, generada por la contaminación de colorantes azoicos de la industria textil.

Además de comprender los distintos procesos por los cuáles se logra conseguir el material, cuáles son las propiedades superficiales que se precisan en el mismo, la importancia de estas y el modo de proceder a eliminar el contaminante.

1.1 CONTEXTUALIZACIÓN DEL FIQUE

El fique es una planta que hace parte de la familia agaváceas, es nativa de América Tropical, principalmente se encuentra en Colombia, Venezuela y Ecuador; su uso data por los años 1880 donde comenzaron a fabricarse sacos, lazos, alpargatas, artesanías y entre otros a partir de la fibra del fique en el departamento de Santander, Colombia, además de ello, se utilizaba el jugo de la hoja para medicamentos de veterinaria y blanquear la ropa.⁷

De esta manera, los cultivos de fique comenzaron a ampliarse a lo largo de la región de Santander, Antioquia, Cauca, Boyacá y Cundinamarca y la demanda de empaques y artesanía conllevaron a que se fundara la compañía de empaques en Medellín, por lo cual, se comenzaron los incentivos del gobierno para intensificar los cultivos de fique en el país.⁸

En el año 2004 se conforma la cadena Nacional del fique y su agroindustria bajo la Ley 811 del 2003, con el objetivo de mejorar las condiciones socioeconómicas de las regiones productoras, transformadoras y comercializadoras de fique en el país. Según el Ministerio de Agricultura⁹, 72 municipios del país dependen de esta

⁷ MORENO, Diana., BUSTAMANTE, Tatiana. El fique y su potencial en el diseño del vestuario, p.12. (Tesis pregrado) Universidad Pontificia Bolivariana, Medellín, Colombia. [Consultado en: 25, abril, 2020]. [en línea]. En:

<https://repository.upb.edu.co/bitstream/handle/20.500.11912/4579/EL%20FIQUE%20Y%20SU%20POTENCIAL%20EN%20EL%20DISE%20C3%91O%20DE%20VESTUARIO-.pdf?sequence=1>

⁸ SIERRA F., Pedro. El fique en Colombia. SENA, Colombia, 1979. 8 p. [Consultado en: 25, abril, 2020]. [en línea]. En: https://repositorio.sena.edu.co/bitstream/11404/5010/1/fique_colombia.PDF

⁹ COLOMBIA. MINISTERIO DE AGRICULTURA Y DESARROLLO RURAL. La Cadena del Fique y su Agroindustria. [en línea]. Agronet MinAgricultura. (May 17) <https://www.agronet.gov.co/Noticias/Paginas/Noticia117.aspx>

actividad económica con un total de 13966 productores, donde actualmente hay una oferta de 16716 ton y una demanda de 24290 ton.

1.1.1 Clasificación taxonómica y morfología del fique El fique (*Furcraea bedinghausii*) es una fibra natural dura, que posee características que la ponen en ventaja frente a otras fibras, esta se clasifica en dos tipos:

Fibra dura: Extraída de las hojas de la planta

Fibra blanda: Extraída del tallo de la planta

En Colombia hay 5 especies de plantas de fique en diferentes regiones del país como se muestra en tabla 1 donde la mayoría de ellas presenta un periodo de vida útil de 10-20 años. Las plantas jóvenes se conforman por un rosetón de plantas carnosas y gruesas de color verde azulado, usualmente posee entre 72-100 hojas con longitud de 1.5-2m y 15-20cm de ancho, con un espesor de 6-8cm.¹⁰

¹⁰ MORENO, BUSTAMANTE, Op. cit., p. 23

Tabla 1. Clasificación de las plantas de fique

Especie	Origen	Generalidades
Furcraea Macrophylla	Colombia	Crece en climas de 1200 a 2000 msndm Sus hojas miden 100-200 cm de largo y 8-14cm de ancho Escapo floral de 7-10m de alto
Furcraea Gigantea	Brasil	Crece en suelos porbes de nutrientes. Requiere condiciones de semihumedad Espinas Cafés en los bordes
Furcraea Cabuya	Colombia, Costa Rica y Panamá	Mide 2-7m de altura Crece en climas a 1500-2000 msndm Las hojas miden de 150-300cm de largo Tiene fibra fuerte y Cabuya liviana Crece en climas de 100-1600 msndm Tiene 15-20 años de vida útil
Fucraea Castilla	Colombia	Tiene 15-20 años de vida útil Requiere un suelo rico en nutrientes
Fucraea Andina	Colombia, Perú y Ecuador	Hojas de 120-170 cm de largo El escapo floral mode de 5-9m Produce 1 kg de fibra al año

Fuente: COLOMBIA. CADENA PRODUCTIVA NACIONAL DE FIQUE. Acuerdo sectorial de competitividad del fique 2010 – 2025, 2012. Consultado en: 27 de junio de 2020. [Disponible en <https://sioc.minagricultura.gov.co/Fique/Normatividad/Acuerdo%20Sectorial%20Competitividad%202012.pdf>].

En la tabla 2 se presenta la clasificación taxonómica del fique

Tabla 2. Clasificación taxonómica del fique

Nombre común	Fique
Reino	Vegetal
Filo	Spermatophyta
Clase	Angiospermae
Subclase	Monocotyledonea
Orden	Liliflorae
Familia	Agavaceae
Género	Furcraea

Fuente: COLOMBIA. MINISTERIO DE AMBIENTE, VIVIENDA Y DESARROLLO TERRITORIAL. Guía Ambiental Del Subsector Fiquero, 2006. [Consultado en: 03, mayo, 2020] [en línea] En: <http://bibliotecadigital.agronet.gov.co/handle/11348/6697>

1.1.2 Estructura del fique La fibra extraída deriva de un proceso que de manera general involucra cortar las hojas de la planta llevándolas por una máquina desfibradora que las raspa y de paso quita tanto los residuos como el bagazo, obteniendo la fibra natural. Como parte final del proceso, se lleva la fibra a un lavado y secado que tiene como fin darle el tono claro característico a la superficie¹¹.

En la figura 1 se aprecia con más detalle los pasos involucrados en la obtención de la fibra natural.

¹¹ ECHEVERRI, Rubén. FRANCO, Luz y RIGUEY, María. Fique en Colombia. Medellín: Fondo editorial ITM, 2015, 50 p. [Consultado en: 20, Junio, 2020] [en línea]. En: <https://books.google.com.co/books>

Figura 1 Esquema de extracción fibra de fique



Fuente: ECHEVERRI, Rubén. FRANCO, Luz y RIGUEY, María. Fique en Colombia. Medellín: Fondo editorial ITM, 2015, 50 p. [Consultado en: 20, Junio, 2020] [en línea]. En: <https://books.google.com.co/books>

En la operación que involucra el corte, se extrae un número determinado de hojas o pencas que se encuentren en una etapa de madurez realizando un corte liso y uniforme lo más cerca al tallo para evitar la invasión de microorganismos, de esta manera se procede al desfibrado que debe ser dentro de las 24 horas posteriores al corte. Con la cabuya obtenida de la máquina desfibradora se procede a lavar y

fermentar para finalmente secar el producto y disponerlo al uso ya sea industrial o artesanal.¹²

Dentro de las propiedades del fique resultante (cabuya), se encuentra que puede soportar hasta una temperatura de 220°C sin degradarse, de igual manera posee una densidad aparente de 0.870 g/cm³. Por otro lado, las propiedades mecánicas obtenidas por Gañan *et al*, y mencionadas por Navarro y Vargas el fique obtuvo una resistencia a la tracción de 237 MPa así como un módulo de elasticidad de 8.01 GPa¹³

La fibra presente en la hoja del fique representa aproximadamente un 4% del peso total de la hoja, esta se caracteriza principalmente por constituir la estructura principal de las paredes celulares del tejido vegetal. Cada filamento compuesto de lignina se une para formar la fibra¹⁴

La composición del fique, así como sus características físicas dependen de la planta y del cultivo, no obstante, de manera general la estructura física de la planta del fique se muestra en la Tabla 3.

¹² Ibid., p. 55

¹³ NAVARRO, P. y VARGAS, C. Efecto de las propiedades físicas del carbón activado en la adsorción de oro desde medio cianuro. *Revista de Metalurgia*. 2010, vol. 46, nro. 3. pp. 227-239 [Consultado en: 10, mayo, 2020] [en línea] En: <http://revistademetalurgia.revistas.csic.es/index.php/revistademetalurgia/article/view/826>

¹⁴ MINISTERIO DE AMBIENTE., Op. Cit., p.1

Tabla 3. Composición de la planta de fique

Nombre de la planta	Fique (<i>Furcraea bedinghausii</i>)
Tamaño	Son plantas grandes. Su altura varía entre 2m y 7m
Tallo	Erguido
Hojas	Hojas de color verde. Canosas-Dentadas. Espinosas-Acanaladas-Puntiagudas. (Algunas variedades presentan estrías tenues de 3mm de largo) Forma Radial. Tamaño de Hojas largas 1m - 3m. Tamaño de Hojas Angostas 10 cm- 20 cm
Flor	Se nombran como magüey o escapo. Color Blanco Verdoso. Florece solo 1 vez en el ciclo de vida de la planta y posteriormente muere (maguecida)
Semillas	Germinan en la misma planta se forman y sus bulbos caen al suelo, esto es propicio de una planta vivípara
Raíz	Posee una cantidad de raíces, se expanden y se entrelazan haciendola una planta antierosiva

Fuente: COLOMBIA. CADENA PRODUCTIVA NACIONAL DE FIQUE. Acuerdo sectorial de competitividad del fique 2010 – 2025, 2012. Consultado en: 27 de junio de 2020. [Disponible en <https://sioc.minagricultura.gov.co/Fique/Normatividad/Acuerdo%20Sectorial%20Competitividad%202012.pdf>].

1.1.3 Producción y usos del fique en Colombia En la actualidad el fique se emplea en diversos campos de la sociedad, comúnmente es utilizado en la fabricación de artesanías, donde en el departamento de Santander se puede observar un desarrollo de las artesanías más formalizado y organizado (particularmente en el municipio de Curití), se puede encontrar una asociación de tejedores del fique. Dentro de los productos que se encuentran en su mayoría en el mercado se encuentran bolsos, sillas, tapetes, jarrones, manillas. La Fundación del Área Andina ha encontrado gran aplicabilidad del fique en el diseño de modas, así como en la inmersión para la industria.

La producción industrial se representa mediante cuatro empresas principales que se encargan de la obtención de empaques, cordeles, felpas y demás productos, distribuidos entre los siguientes departamentos: Antioquia (Compañía de Empaques S.A), Cauca (Empaques de Cauca S.A), Santander (Coohilados del Fonce Ltda) y Nariño (Hilanderías de Colombia).La producción de fique se emplea para distintos

fines entre los cuales se destacan los empaques, felpa de mota, fibra corta para mampostería. Así mismo las empresas que mayor demanda representan en este sector corresponden a Fedepapa, Fedearroz, Fenalce y Fedecafeteros.¹⁵

Los departamentos con mayor área de fique en Colombia son Cauca y Nariño, figurando el 41% y 30% del área sembrada y un 37% y 38% de la producción nacional respectivamente, con un rendimiento de 1.18 ton/ha/año. Actualmente se cuenta con un total de 13966 productores en el país (40% población envejecida, 25% mano de obra infantil y 35% restante corresponde a la población económicamente activa) con un área de 17000 Ha para el año 2018. No obstante, en este momento, no se cuenta con procesos avanzados para extraer la fibra de la planta del fique, de ello depende que tan sólo entre el 4-6% de la hoja de fique logre ser transformada, lo que lleva a que se tenga una baja competitividad. Por lo anteriormente mencionado, es necesario generar nuevos productos y procesos que le permitan generar un valor agregado.

Debido a que la fibra de fique es una materia prima económica, es posible generar un material con la finalidad de remover contaminantes que se encuentren presentes en el agua; como resultado del proceso de producción de otro tipo de industria, disminuyendo de este modo, los costos relacionados con el proceso de producción del mismo, y buscando el proceso adecuado que permita conceder las características deseadas y que se adapte de mejor manera a remover el contaminante requerido.

1.2 CONTAMINACIÓN POR COLORANTES AZOICOS

La industria textil emplea colorantes sintéticos en sus procesos de producción, de los cuales cerca del 30-50% es descargado en cuerpos de agua, los cuales afectan parámetros como DQO, DBO, pH, color y salinidad. Unos de los principales son los colorantes azoicos que se caracterizan por tener en su estructura el grupo azo - N=N-, estos se obtienen a partir de las sales de diazonio en procesos de copulación en los que se mantienen el grupo diazonio en su molécula¹⁶. Estos son ampliamente utilizados debido a las características de fijación que tienen en las prendas y a su amplia gama de colores, sin embargo, debido a que presentan grupos cromóforos en su estructura, su eliminación no es posible mediante métodos convencionales de tratamientos de aguas residuales.¹⁷

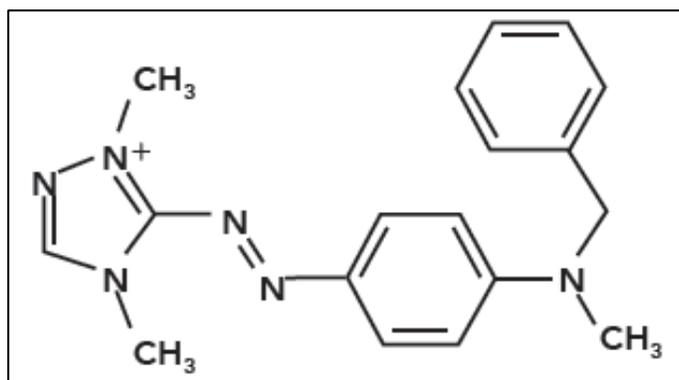
¹⁵ CRUZ, Daniel y MEDINA, Rodolfo. CADENA AGROINDUSTRIAL DEL FIQUE. Bogotá, 2013. [Consultado en: 23, mayo, 2020] [en línea] En: http://bibliotecadigital.agronet.gov.co/bitstream/11348/5260/1/2008519105246_BULLETS_CADEFI_QUE_20_08.pdf

¹⁶ REAL, U. C. (s.f.). FUNDAMENTOS QUÍMICOS DE LA INGENIERÍA. [Consultado en: 23, mayo, 2020] [en línea] En: <https://info.uned.es/ca-valdepeñas/pdf/laboratorio/Fundamentos%20Quimicos%20de%20la%20Ing%20enieria.pdf>

¹⁷ MARTÍNEZ CORTAZAR, Adriana. CORONEL Claudia. ESCALANTE Adolfo y GONZÁLEZ, César. Op. cit. p 21.

1.2.1 Colorante RB46. El colorante RB46 es un colorante azoico catiónico empleado en la industria textil debido a las características de alta solubilidad en agua, brillo y su sencilla fijación en los tejidos¹⁸. Este tipo de colorantes se consideran la base de la mayoría de los rangos comerciales de colorantes. Los colores que proporcionan los colorantes azoicos (ya sea amarillo, rojo, verde y negro) se centran en derivados ya sea de benceno y naftaleno facilitando la impregnación en todos los sustratos principales como lo son el poliéster, celulosa, nylon, poliacrilonitrilo y cuero¹⁴. La figura 2 presenta la estructura del colorante RB46.

Figura 2. Estructura del colorante RB46



Fuente: ZULUAGA DIAZ, Benjamín. HORMAZA ANAGUANO, Angelina. BELTRAN PEREZ, Óscar Darío y CARDONA GALLO, Santiago Alonso. DISEÑO ESTADÍSTICO PARA LA REMOCIÓN DE ROJO BÁSICO 46 UTILIZANDO TIERRA FULLER REGENERADA COMO MATERIAL ALTERNATIVO. *Rev.EIA.Esc.Ing.Antioq*, 2014, , pp.93-102. [Consultado en 24, mayo, 2020] [En línea] En: http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1794-12372014000200008

1.2.2 Usos del RB46. El RB46 se emplea en industrias como la de papel, plásticos, ceras, tinción de algodón, cuero y fibras sintéticas de poliacrilonitrilo, cabe destacar que esta última es la que posee mayor actividad en el mercado.¹⁹

¹⁸ ÁLVAREZ HERAZO, Merly., ALEMÁN ROMERO, Arnulfo., y HORMAZA ANAGUANO, Angelina., 2011. Remoción de rojo básico de un efluente textil simulado: un caso de aplicación de la cascarilla de arroz. [Consultado en: 24, mayo 2020] [en línea] En: <http://repository.lasallista.edu.co:8080/ojs/index.php/pl/article/view/103/53>

¹⁹ ZULUAGA DIAZ, Benjamín. HORMAZA ANAGUANO, Angelina. BELTRAN PEREZ, Óscar Darío y CARDONA GALLO, Santiago Alonso. DISEÑO ESTADÍSTICO PARA LA REMOCIÓN DE

1.3 CARBÓN ACTIVADO

El carbón activado es un material, el cual cuenta con una estructura cristalina reticular similar a la de un grafito, pero ésta es más desordenada; cuenta con estructuras altamente porosas y con áreas superficiales cerca de los 500-1500 m²/g, la cual depende principalmente de la materia prima con la que se va a obtener y del proceso de activación del carbón (Temperatura, atmósfera y la inyección de vapor)²⁰.

El carbón activado es capaz de atraer otras moléculas que causen color, olor o sabores del medio mediante las fuerzas de Van Der Waals. La activación del carbón logra multiplicar la estructura porosa del mismo lo que aumenta el área de contacto y permite incrementar el rendimiento.

1.3.1 Métodos de obtención del carbón activado. El carbón activado es obtenido a partir de materiales orgánicos ricos en carbono, tales como el carbón mineral, madera, cáscaras de frutas, entre otros. Este puede ser obtenido mediante activación térmica o química. La diferencia entre ambos métodos está en el procedimiento y en la acción de los agentes utilizados.

1.3.1.1 Activación química. La etapa inicial que determina la estructura porosa en el carbón es el método de activación y las condiciones experimentales donde se tienen en cuenta funciones y variables utilizadas. Teniendo en cuenta lo anterior, el objetivo de la activación es aumentar el número de poros y de igual modo maximizar el tamaño de los existentes, lo que aporta características únicas que ayudan a tener una alta capacidad de adsorción²¹. La activación química sólo se emplea para materiales celulósicos y consiste en adicionar un agente reactivo para que ocurra una deshidratación y se carboniza el material a temperatura más bajas que en la física, donde ocurre la desintegración de la celulosa y hemicelulosa del material y

ROJO BÁSICO 46 UTILIZANDO TIERRA FULLER REGENERADA COMO MATERIAL ALTERNATIVO. *Rev.EIA.Esc.Ing.Antioq*, 2014, , pp.93-102. [Consultado en 24, mayo, 2020] [En línea] En: http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1794-12372014000200008

²⁰ MARTÍNEZ, Alicia. Desarrollo de carbones activados a partir de residuos lignocelulósicos para la adsorción y recuperación de tolueno y N-hexano (Tesis doctoral). Instituto de carboquímica, 2012. [Consultado en: 30, mayo, 2020] [En línea] En: http://digital.csic.es/bitstream/10261/74991/1/Tesis%20Martinez%20de%20Yuso_A_repositorio%20CSIC.pdf

²¹ GANDIA, Luis M. ARZAMEDI, Gurutze DIEGUEZ, Pedro M. (2013). Renewable Hydrogen Technologies - Production, Purification, Storage, Applications and Safety - 12.2.2 Activated Carbons and Activated Carbon Fibers. Elsevier. [Consultado en: 30, mayo, 2020] [en línea] <https://app.knovel.com/hotlink/pdf/id:kt00C607GG/renewable-hydrogen-technologies/activated-carbons-activated>

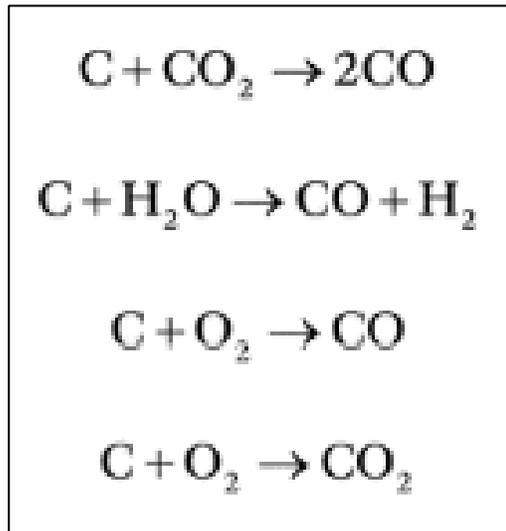
Posteriormente, el carbón se debe lavar hasta dejar libre de solubles y si es posible hacer la recuperación del ácido para aumentar la eficiencia del proceso.

Durante el proceso el precursor se impregna con un agente activante, luego de que el precursor se activa se carboniza bajo una atmósfera inerte (ya sea N₂ ó Ar). A diferencia de la activación física, esta necesita una temperatura más baja así como menor tiempo de activación, por ello se espera un mejor resultado de área superficial y distribución en el tamaño de poro.²²

1.3.1.2 Activación física. Este proceso consiste en carbonizar el material orgánico a baja temperatura para que no ocurra la grafitación, Consiste en la gasificación parcial del carbono, ya sea con CO₂, vapor, aire o una combinación de ellos a una alta temperatura (700 a 1200°C) como se puede observar en la figura3. Los rendimientos obtenidos en esta etapa son bajos y dependen de la temperatura de activación, composición de los gases, tiempo de residencia y el flujo volumétrico del vapor²⁰.

²² ZHOU, Jin. WANG Xuang. XING, Wei. *Post-Combustion Carbon Dioxide Capture Materials - 1.2.2.1 CO₂ as an Activating Agent*, 2019. Royal Society of Chemistry. [Consultado en: 03, Junio, 2020] [en línea] En: [https://app.knovel.com/hotlink/pdf/id:kt011TW3MA/post-combustion-carbon/CO₂-an-activating-agent](https://app.knovel.com/hotlink/pdf/id:kt011TW3MA/post-combustion-carbon/CO2-an-activating-agent)

Figura 3. Clasificación parcial del carbono



Fuente: WANG, Qiang. (2019). *Post-Combustion Carbon Dioxide Capture Materials - 1.2.2.1 CO₂ as an Activating Agent*. Royal Society of Chemistry. Retrieved from [https://app.knovel.com/hotlink/pdf/id:kt011TW3MA/post-combustion-carbon/CO₂-an-activating-agent](https://app.knovel.com/hotlink/pdf/id:kt011TW3MA/post-combustion-carbon/CO2-an-activating-agent)

No requiere agentes químicos ni procedimientos de lavado repetidos para eliminar los residuos inorgánicos después de la activación. Dentro de las variables a las que se debe prestar consideración, se encuentran los agentes activantes, la relación de la combustión final y las impurezas inorgánicas. Rodríguez y Molina, encontraron que en la etapa inicial de activación con CO₂, el volumen que encontraron tanto de microporos como de macroporos aumentó de manera considerable en relación directa con el proceso de combustión. Al analizar el comportamiento del carbón con una activación con vapor, Rodríguez y Molina encontraron que este tipo de activación produjo un ataque más selectivo y apertura uniforme de la porosidad, así mismo se observó una gran cantidad de microporos, aunque menos macroporos en contraste con la activación mediante CO₂.

1.3.2 Agentes activantes. Dentro de los agentes activantes se encuentra vapor, CO₂, N₂, entre otros. Si se utiliza CO₂, es necesario realizar una pre-carbonización y seguidamente la activación. Este método arroja como resultado diámetro de poro que varían desde los 200 hasta los 420 nm, así como un área superficial que puede encontrarse en un rango de 730 a 2930 m²g⁻¹.

Por otro lado, se ha utilizado vapor como agente activante, permitiendo estudiar el efecto que tiene el incrementar la temperatura de activación, donde se observa que

el área superficial también aumenta (el rango de aumento puede encontrarse entre 382 a 1439 m²g⁻¹. Si lo que se busca es adsorber CO₂, a una temperatura de activación de 850°C, se podría adsorber hasta 6.71 mmol g⁻¹ CO₂ a una temperatura de 0°C. Un ejemplo de lo anterior se encuentra en el proceso de activación realizado por Young-Jung Heo y Doo-Jin Park, donde el objetivo era preparar fibras basadas en celulosa por medio de carbón ultramircoporoso activación mediante vapor, con mejores resultados al aumentar la temperatura de carbonización, aunque aplicando esto también se obtenían mayores pérdidas.²³

1.3.3 Usos del carbón activado. El carbón activado posee una extensa área superficial, lo que le otorga excelentes capacidades adsorbentes, es por ello, que es empleado para purificar, decolorizar, desodorizar, descolonizar, desintoxicar, filtrar, separar, concentrar y catalizar reacciones químicas²⁴. Usualmente es empleado en un 80% en fase líquida para el tratamiento de aguas potables, residual y subterránea, además de la remoción de colorantes orgánicos y recuperación de solventes. El 20% restante es utilizado en fase gaseosa para la purificación del aire, recuperación del oro y producción de filtros de cigarrillo.

A lo largo de los años también se le han encontrado aplicaciones en las industrias farmacéutica (purificación de antibióticos, vitaminas), alimenticia (tratamientos de aguas, tratamiento de bebidas alcohólicas), petrolera (clarificación del curdo, remoción de contaminantes hidrocarbúricos), hidrometalúrgica (Recuperación de oro para CIP, en lecho y columna), nuclear (prevención de liberación de vapores radioactivos), medicina (remoción de toxinas bacterianas, tratamiento de gastritis) y automovilística.²⁵

1.3.4 Propiedades fisicoquímicas. Dentro de las propiedades químicas es importante resaltar que, el carbón activado tiene un comportamiento aproximadamente puro, tal como el diamante, grafito junto con otros minerales, es por esta razón que posee la propiedad de adsorbe.

Se llama adsorción al fenómeno fisicoquímico donde un sólido (adsorbente) retiene en su superficie a un tipo de moléculas (adsorbato) las cuales se encuentran inmersas en un líquido o gas.

Para la activación del carbón se requiere de la desaparición de carbono que se encuentra en los espacios de formaciones cristalográficas. Las propiedades adsorbentes pueden verse por la naturaleza química, resultado de cantidades de

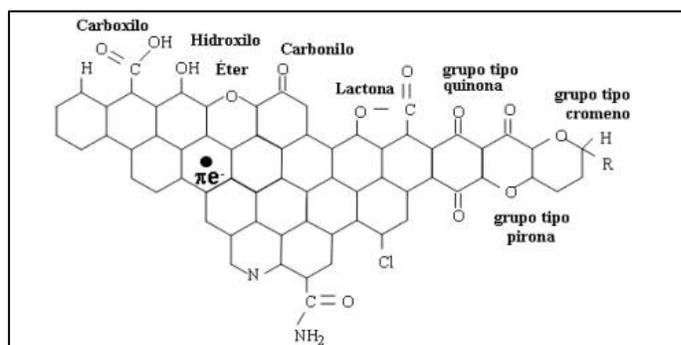
²³ MARTÍNEZ, Op. cit., p. 15

²⁴ CHANEY, N. The properties of activated carbon which determine its industrial applications, *J. Ind. Eng. Chem.*, Vol. 15, No 12, pp. 1244-1255. [Consultado en: 03, Junio, 2020] [en línea] En: <https://pubs.acs.org/doi/10.1021/ie50168a013>

²⁵ Ibid., p. 1250

heteroátomos (oxígeno, hidrógeno, nitrógeno)²⁶. Los grupos funcionales presentes en la superficie del carbón pueden observarse en la figura 4.

Figura 4. Grupos funcionales presentes en un carbón activado.



Fuente: MARTÍNEZ, Alicia. Desarrollo de carbones activados a partir de residuos lignocelulósicos para la adsorción y recuperación de tolueno y N-hexano (Tesis doctoral). Instituto de carboquímica, 2012. [Consultado en: 30, mayo, 2020] [En línea] En: http://digital.csic.es/bitstream/10261/74991/1/Tesis%20Martinez%20de%20Yuso_A_repositorio%20CSIC.pdf

El carbón activado está compuesto de carbono entre un 75-80%, 5-10% en cenizas, 60% en oxígeno y 0.5% en hidrógeno. Si se observan las propiedades físicas, se encuentra que posee una estructura microcristalina semejante en parte al grafito, lo que da lugar a lo que se conoce como poros.

1.3.4.1 Área BET. Esta ecuación se utiliza para determinar el área de superficie de los sólidos, lo cual se logra a partir de las isotermas de adsorción de nitrógeno. La adsorción puede darse a partir de dos mecanismos ya sea por fisisorción, o quimisorción donde la primera se refiere a una interacción física mientras que el segundo interactúa a través de químicos.

La ecuación BET es la más utilizada para determinar la monocapa y los valores de área específica, sólo se usa para dar una superficie aparente de área relacionada con la capacidad de adsorción que posea el sólido.²⁷

²⁶ MARTÍNEZ, Op. cit., p. 8

²⁷ NADERI, Majid. Chapter Fourteen—Surface Area: Brunauer–Emmett–Teller (BET). *Progress in Filtration and Separation*, edited by: Tarleton, S., Academic Press, Oxford, 2015, p. 585-608. [Consultado en: 10, Junio, 2020] [en línea] En: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780123847461000148>

1.3.4.2 Porosidad. La estructura porosa del carbón activado es de vital importancia para dar valores de superficie específica elevada, del orden de 1000-3000 m²/g, lo cual es útil para que este sea capaz de remover mediante adsorción diferentes sustancias de interés.

La clasificación según la IUPAC para los poros está en micro poros ($\leq 2\text{nm}$), macro poros ($\geq 50\text{ nm}$) y meso poros ($2\text{nm} \leq \text{poro} \leq 50\text{nm}$). En los micro poros es donde se lleva a cabo el proceso de adsorción y su volumen generalmente es de 0.2 cm³/g, mientras que la función de los macro poros es el transporte del adsorbato a través de los meso poros hasta los micro poros para ser adsorbidos. Todos los carbones poseen poros de diferentes tamaños que son clasificados de acuerdo a su tamaño y su función. Los micro poros consisten en espacios entre placas gráficas con una separación de cinco veces el diámetro de la molécula que va a retenerse, entre cada una, por lo cual poseen la suficiente fuerza de atracción sobre el adsorbato y lo retiene, además estos son útiles para retener compuestos más volátiles que el agua, como olores, sabores y solventes; mientras que los macro poros adsorben moléculas grandes²⁸.

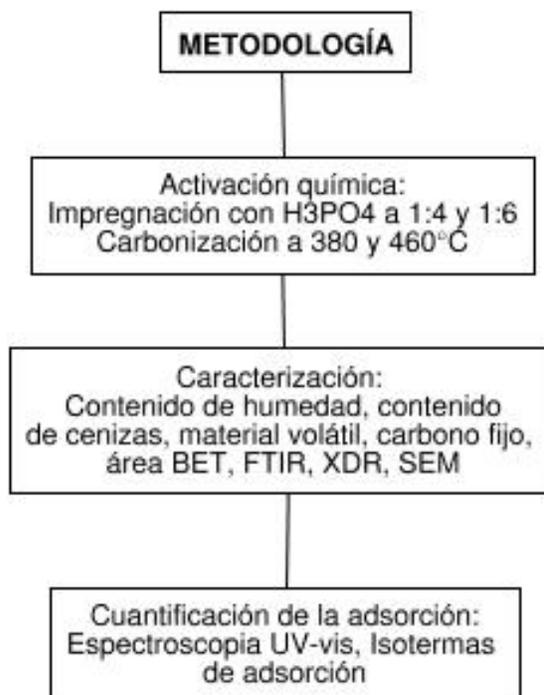
²⁸ CAPÍTULO I. El carbón activado y sus propiedades. [Consultado en: 12 Julio de 2020][Disponible en: <http://tesis.uson.mx/digital/tesis/docs/20980/capitulo1.pdf>].

2. MATERIALES Y MÉTODOS

Al momento de plantear la metodología es de gran importancia tener clara la estructura del colorante RB46 así como las características principales del fique (en términos de la fibra), ya que esto determina condiciones iniciales al momento de realizar tanto el acondicionamiento como la carbonización. Al conocer particularidades del colorante como el tipo (azoico), se llega a determinaciones en el tipo de ácido que se escoge para la activación de la materia prima llegando a mejores resultados experimentales, del mismo modo la estructura del fique proporciona información que ayuda a determinar cómo las variables empleadas se pueden adaptar mejor al proceso.

Teniendo en cuenta lo anterior, la metodología implementada parte de un acondicionamiento inicial de la materia prima seguido de la fase experimental que busca obtener un material poroso (carbón activado) capaz de adsorber el colorante (RB46), partiendo del fique como fibra natural tal como se observa en la figura 5.

Figura 5. Esquema metodológico



Fuente: elaboración propia

2.1 ACONDICIONAMIENTO DE LA MATERIA PRIMA

El fique suministrado por compañía de empaques S.A es la materia prima empleada para la producción del carbón activado, esta, viene con impurezas las cuales deben ser retiradas mediante un lavado sucesivo con agua destilada caliente hasta obtener

eliminarlas en su totalidad, además, debe reducirse su tamaño de partícula hasta alcanzar los 2 mm de largo y lograr la uniformidad del fique. Cabe aclarar que este procedimiento se lleva a cabo manualmente, debido a que la textura del fique no permite que se realice un proceso de molienda.

Según los resultados obtenidos en la elaboración de carbón activado a partir de Residuos Lignocelulósicos de Canelo, Laurel y Eucalipto presentado por Asimbaya²⁹, se presentaron mejores rendimientos de los carbones activados producidos a partir de tamaños de partícula en la materia prima de 2mm o más. Específicamente se obtuvo un 29.3% de rendimiento en residuos de Laurel en tamaños de partícula de 2 mm en comparación con tamaños entre 150 μm donde el rendimiento fue de 20.6%. Por esta razón, escoger un tamaño inicial en el fique es de gran relevancia para llegar a obtener mejores rendimientos. Y siguiendo los pasos establecidos para el acondicionamiento de la materia prima, los residuos lignocelulósicos son sometidos a un lavado con agua destilada y posteriormente a un secado a una temperatura de $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ durante 12 horas, por lo que la temperatura que se escoge inicialmente es $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante un tiempo de 12 horas que permita eliminar el contenido inicial de agua en el fique.

2.2 CARACTERIZACIÓN DE LA MATERIA PRIMA

La caracterización del fique se va a realizar con base en la norma ASTM como se explica a continuación y se pretende determinar cuáles son las condiciones iniciales de trabajo de la materia prima.

2.2.1 Contenido de humedad. El contenido de humedad se va a realizar con base en la norma ASTM D 2867-17, la cual establece que se debe tomar 1 g de carbón y se debe colocar en un crisol de peso conocido debidamente limpio. Posteriormente, se ingresa al horno a una temperatura de $145\text{-}155^{\circ}\text{C}$ durante 3 horas, finalmente se saca la muestra del horno y se lleva al desecador hasta que alcance la temperatura ambiente y se pesa. La ecuación 1 muestra el cálculo de porcentaje de humedad.³⁰

²⁹ ASIMBAYA, Christopher, *et al.* Obtención de Carbón Activado a partir de Residuos Lignocelulósicos de Canelo, Laurel y Eucalipto. *Revista Politécnica (Quito)*. 2015, vol. 36, nro. 3. pp. 24. [Consultado en: 31, Julio, 2020][en línea] En: <https://revistapolitecnica.epn.edu.ec/images/revista/volumen36/tomo3/ObtenciondeCarbonActivadoapartirdeResiduos.pdf>

³⁰ ASTM 2867–17. Standard Test Methods for Moisture in Activated Carbon. ASTM International, West Conshohocken, PA, 2014.[Consultado en]: 31 de Julio de 2020[En línea en]: www.astm.org

Ecuación 1. Contenido de humedad

$$\%H = \frac{C - D}{C - B} * 100\%$$

Fuente: ASTM 2867-17. Standard Test Methods for Moisture in Activated Carbon. ASTM International, West Conshohocken, PA, 2014.[Consultado en]: 31 de Julio de 2020.[en línea] En: www.astm.org

Donde

B = Masa de crisol vacía (g)

C = Peso del crisol con la muestra sin secar (g)

D = Peso del crisol con la muestra secada (g)

2.2.2 Contenido de cenizas. El contenido de cenizas se va a realizar con base en la norma ASTM D 2866-11, en el cual se debe pesar 0.1 mg de carbón y se debe llevar a cabo la ignición en una mufla a $650 \pm 25^{\circ}\text{C}$ durante un tiempo de 1 hora. Luego, se debe llevar la muestra al desecador hasta llegar a la temperatura ambiente y se calcula el porcentaje de contenido de ceniza con base en la ecuación 2.³¹

Ecuación 2. Contenido de cenizas

$$\%C = \frac{D - B}{C - B} * 100\%$$

Fuente: ASTM D4607-14, Standard Test Method for Moisture in Activated Carbon, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2014. [Consultado en: 10, Junio, 2020] [en línea] En: www.astm.org .

Donde,

³¹ Íbid., p 34

B = Peso del crisol vacío (g)

C = Peso del crisol con la muestra sin incinerar (g)

D = Peso del crisol con la muestra incinerada (g)

En la figura 6, se presenta la materia prima antes de realizar el contenido de cenizas y luego de realizar el proceso a la temperatura de ignición.

Figura 6. Contenido de cenizas en el fique



Fuente: elaboración propia

2.3 CONDICIONES DE OBTENCIÓN DE CARBÓN ACTIVADO

El carbón activado se va a realizar mediante dos diseños de experimentos 2^2 , teniendo en cuenta que la variable fija de cada uno es el tipo de ácido (Fosfórico y cítrico), cada uno cuenta con 2 variables independientes tales como la relación másica de materia prima:promotor y la temperatura de carbonización, cada una con 2 niveles, con el fin de observar el efecto de estas en el proceso de adsorción y determinar cuáles son las condiciones óptimas para obtenerlo.

2.3.1 Activación química. La fase de activación química permite a mejorar en la etapa de carbonización, el esqueleto del carbón, dado que permite eliminar por volatilización el material alquitranoso lo cual, de no ser realizado, genera una disminución de la eficiencia del proceso de adsorción por el taponamiento de la estructura porosa con residuos de este material. Además de esto, se utiliza para generar una base de la formación de la estructura porosa primaria que aumentará en la etapa de carbonización y ayuda a la distribución de poros superficial del carbón mediante la oxidación de la estructura del mismo, dependiendo del tiempo y la temperatura a la que se realiza esta etapa, principalmente se requiere la formación de microporos (diámetro menor a 2 nm) para aumentar la eficiencia del proceso de adsorción.

Esta fase se va a realizar con dos precursores químicos diferentes, en los cuales se busca que tengan propiedades deshidratantes para facilitar la volatilización del material alquitranoso en la superficie del carbón; con el objetivo de evaluar el desempeño de cada uno en el proceso de obtención de carbón activado, así pues, el proceso consiste en impregnar la materia prima acondicionada con ácido fosfórico o cítrico al 85% en dos relaciones másicas diferentes, 1:4 y 1:6.; la cual se va a dejar por un tiempo de impregnación de 4 horas, en el que se debe asegurar que todo el material lignocelulósico quede completamente impregnado y de manera uniforme. Pasado el tiempo de impregnación, se observaba un cambio en la coloración de la materia prima, esto se debe a que se generan reacciones que descomponen la celulosa y otros compuestos como la hemicelulosa y la lignina, sin embargo, el remanente de estas que no se fragmenta puede generar reacciones de oxidación y afectan la coloración y las propiedades mecánicas de la fibra por despolimerización³²

Posterior a esto, se realiza un lavado con 500 mL de agua destilada caliente, mediante un sistema de vacío, asegurando que se retira la mayor cantidad de ácido y el pH del agua de lavado es neutro. Esta etapa es de vital importancia debido a que, si no se realiza esto, se ve afectado el proceso de adsorción debido a que los solubles de los precursores ácidos afectan el pH de la solución.

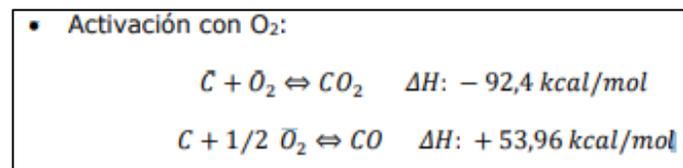
2.3.2 Carbonización. El proceso de carbonización es una etapa crítica a la hora de realizar un carbón activado, puesto que, permite romper las uniones entre los átomos de carbones, lo que deshidrata el material y elimina los compuestos más volátiles, dando paso a la formación del esqueleto poroso del material ³³este, se lleva a cabo en hornos con atmósferas inertes o al vacío, principalmente se realiza bajo estas condiciones, con el fin de evitar que se generen reacciones de combustión con el oxígeno presente en el aire, dado que las temperaturas son altas y pueden generar que el material se incinere, tal como se muestra en la figura 7, en la cual, se observa que la reacción es exotérmica, y al trabajar a condiciones de temperatura elevadas, esta se vuelve difícil de controlar, afectando tanto en la oxidación de poros, como la superficie de los granos, por lo que se produce una pérdida de masa excesiva y el producto resultante no tiene una estructura uniforme, debido a que la descomposición del material es más agresiva y rápida en atmósferas oxidantes, en comparación con la carbonización en ausencia de oxígeno, que permite controlar la eliminación de los grupos funcionales en función

³² CARVAJAL BERNAL, Ana María. Modificación Química De Carbones Activados Y Su Efecto En La Adsorción De Compuestos Fenólicos. Modificación Química De Carbones Activados Y Su Efecto En La Adsorción De Compuestos Fenólicos. 2014.[Consultado en]: 27 de Julio de 2020.

³³ MUI, Edward LK; KO, Danny CK; MCKAY, Gordon. Production of active carbons from waste tyres— a review. *Carbon*, 2004, vol. 42, no 14, p. 2794. [Consultado en]: 29 Julio de 2020, [En línea] en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0008622304004245>

de su estabilidad térmica,³⁴ de igual forma, trabajar en atmósfera inerte, evita que el ácido fosfórico empleado en la etapa de activación reaccione con el aire generando contaminantes y obtienen un rendimiento mayor.

Figura 7. Reacción de combustión en atmósfera con presencia de oxígeno.



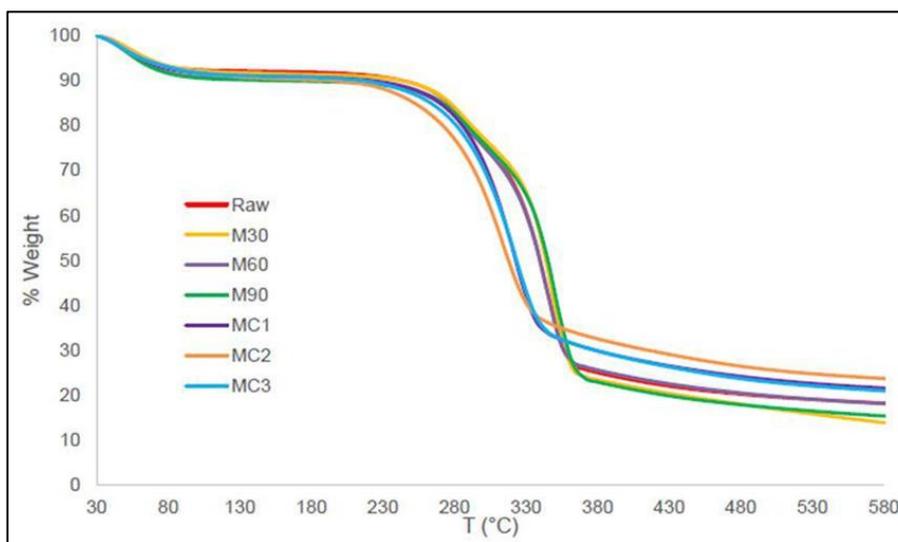
Fuente: GONZÁLEZ NAVARRETE, Bárbara Daniela. Desarrollo de carbón activado a partir de desechos agroindustriales con aplicación en adsorción de arsénico [Consultado en]: 27 de Julio de 2020 [en línea]Universidad de Chile, Disponible en: <http://repositorio.uchile.cl/handle/2250/147405>

Por lo anterior, la selección del rango de temperatura para realizar la carbonización es fundamental, ya que, debe asegurar que se eliminen los compuestos volátiles del carbón para que permanezca en este el carbono fijo del compuesto, gracias a ello, el carbón forma placas aromáticas planas que se distribuyen de manera aleatoria a lo largo de la estructura, lo que permite que se formen los poros del carbón³⁵. Debido a lo anterior, la selección del rango de temperaturas se realizó con la información otorgada por el análisis termogravimétrico TGA del fique realizado en un rango de temperaturas desde 25 hasta 580 °C a una tasa de calentamiento de 5°C/min en una atmósfera inerte (N₂, a un flujo de 50 mL.min⁻¹), como se muestra a continuación.

³⁴ Ibid., p. 2800

³⁵ Carbotecnia. ¿Qué es el carbón activado? [Consultado en: 02, abril, 2020] [en línea]. Disponible en: <https://www.carbotecnia.info/aprendizaje/carbon-activado/que-es-el-carbon-activado/>

Gráfica 1. Valor de TGA del fique a diferentes temperaturas



Fuente: BASTIDAS, Karen. Wastewater treatment using an iron nanocatalyst supported on Fique fibers. Tesis Magister en Ingeniería química, Universidad Nacional de Colombia, 2016. [Consultado es: 23, abril, 2020] [en línea] En: <http://bdigital.unal.edu.co/55903/7/karengiovannabastidasgomez.2016.pdf>

Donde:

30-100°C: Ocurre la evaporación de los volátiles

260-310°C: La hemicelulosa de la fibra del fique se despolimeriza, y tiene una pérdida de masa cercana a 18%.

310-370°C: La celulosa del fique comienza su descomposición en carbón y residuos de lignina y tiene un porcentaje de pérdida de masa de 40%

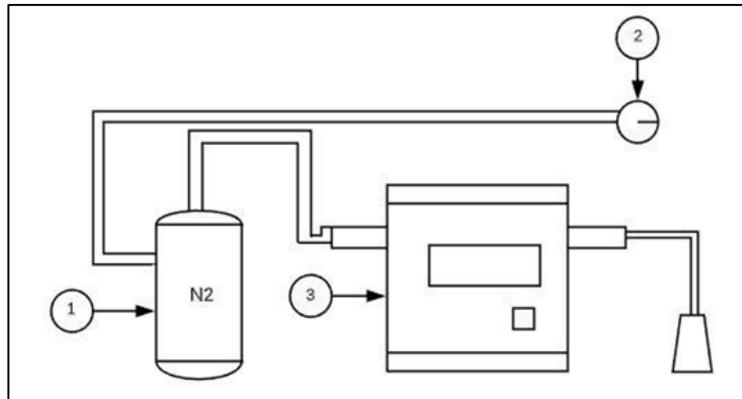
Teniendo en cuenta lo anterior se trabaja con temperaturas superiores a 370°C para asegurar que toda la celulosa se degrade completamente y la lignina residual aporte el carbono fijo necesario para la formación del carbón activado, de tal manera, el proceso de carbonización se va a realizar a 380°C y 460°C, en un horno tubular marca thermo scientific Lindberg blue M, en atmósfera inerte con N₂ grado de pureza 99.9% suministrado por cryogas para evitar que ocurra reacción durante la carbonización, esto se realiza durante 1 hora a una tasa de flujo de 155 mL/min, que se regula mediante un regulador de flujo, el esquema del proceso se muestra en la figura 9, junto con la tabla de convenciones mostrada en la tabla 4, el horno tubular empleado es el que se encuentra en la figura 8.

Figura 8. Horno tubular marca Thermo scientific Lindberg blue M



Fuente: elaboración propia

Figura 9. Esquema de montaje proceso de carbonización



Fuente: elaboración propia

Tabla 4. Convenciones de montaje para carbonización

Ítem	Convención
1	Bala de nitrógeno suministrado por Cryogas
2	Medidor de caudal
3	Horno tubular marca thermo scientific Lindberg blue M

Fuente: elaboración propia

2.4 CARACTERIZACIÓN CARBÓN ACTIVADO

El contenido de humedad, ceniza, material volátil y carbono fijo se van a realizar con base en la norma ASTM descrita anteriormente para la caracterización de la materia prima. Adicionalmente, se va a realizar las siguientes caracterizaciones

2.4.1 Material volátil. El material volátil se va a realizar con base en la norma ASTM D 5832-98 (D 3175), el método consiste en incinerar 1 g de carbón activado a $950 \pm 25^\circ\text{C}$ durante 7 min en una mufla, luego de ello, se retira la muestra y se deja enfriar en el desecador hasta alcanzar la temperatura ambiente y se realiza el cálculo de pérdida de masa mediante la ecuación 3.

Ecuación 3. Porcentaje de material volátil

$$\%MV = E - F$$

Fuente: ASTM D5832-98, Standard Test Method for Volatile Matter Content of Activated Carbon Samples, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2014. [Consultado en: 10, Junio, 2020] [en línea] En: www.astm.org .

Donde,

E = Porcentaje de pérdida de masa

F = Porcentaje de humedad

2.4.2 Carbono fijo El carbono fijo es el residuo del carbón activado que no se volatiliza y se expresa mediante la ecuación 4.

Ecuación 4. Porcentaje de carbono fijo

$$\%CF = 100 - \%H - \%MV - \%C$$

Fuente: ASTM D3172-13, Standard Test Method for Volatile Matter Content of Activated Carbon Samples, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2014. [Consultado en: 10, Junio, 2020] [en línea] En: www.astm.org .

2.4.3 pH del extracto acuoso. El pH es un parámetro que modifica e impacta de manera significativa la carga superficial que se presenta en el carbón activado. Por lo cual, es primordial garantizar que el pH inicial del carbón sea neutro o trabajar a pH similar al pH de la solución, esto con el fin de que el proceso de adsorción no se vea afectado por los solubles del promotor empleado en la etapa de activación. Para asegurar que se cumple con dicha condición, es necesario realizar un lavado posterior a la etapa de pre-tratamiento, para que remuevan los fosfatos aportados por el ácido fosfórico, la cual modifica el pH (disminuye) en la solución acuosa, este lavado se realiza con agua desionizada a vacío, el montaje empleado se presenta en la figura 10. Al lavar a vacío, se recoge el agua con el que se realiza el lavado del fique impregnado con ácido y se mide inmediatamente su pH, este proceso se hace las veces necesarias hasta alcanzar el pH requerido, empleando aproximadamente 5 L de agua.

Figura 10. Montaje lavado al vacío



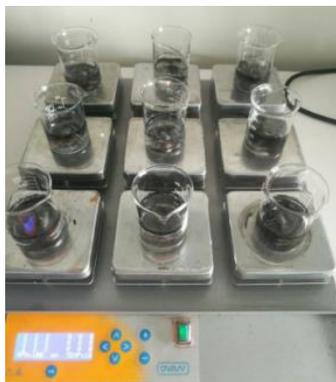
Fuente: elaboración propia

2.4.4 Determinación del pH_{pzc}. El pH_{pzc} es el pH en el cual las cargas de la superficie del carbón activado son cero, cuando el pH presente en la solución es menor que el pH_{pzc} que tiene el carbón activado la carga presente será positiva, si

por el contrario el pH_{pzc} es mayor que el pH presente en la solución la superficie se encontrará cargada negativamente, a causa de la ionización de algunos grupos funcionales oxigenados³⁶. Si lo que se busca es adsorber cationes lo ideal es que la carga predominante en la superficie sea negativa, y si se busca adsorber aniones la carga predominante debe ser positiva. En este caso la sustancia de interés que se busca adsorber es el colorante RB46, que posee como característica principal un carácter catiónico, por lo que la carga predominante en la superficie del carbón debe ser negativa para que pueda ser removido con mayor efectividad. El resultado obtenido para el pH_{pzc} determina un rango de sensibilidad lineal al pH que permite suponer además tipos de superficies, centros activos, así como capacidades de adsorción de superficies.³⁷

Para ello, se deben pesar 0.1 g de carbón activado y adicionarlos a una solución de 50 mL de agua destilada, a la cual, previamente se le debe modificar el pH en un rango diferente de pH; desde 3 hasta 11 con ayuda de NaOH y HCl a una concentración de 0.1 M en agitación constante de 900 rpm a una temperatura de 30°C durante 12 horas. Posterior a esto, se observa el mejor pH de trabajo dependiendo del resultado obtenido al graficar el pH inicial vs el pH final de la solución acuosa, el montaje necesario para realizar esta etapa, se muestra en la figura 11.

Figura 11. Montaje para hallar pH_{pzc}



Fuente: elaboración propia

³⁶ NAVARRETE, Luisa Fernanda; GIRADO, Liliana y MORENO, Juan Carlos. Influencia de la química superficial en la entalpía de inmersión de carbones activados en soluciones acuosas de fenol y 4-nitro fenol. *Revista Colombiana de Química*. 2006, vol. 35, nro. 2. pp. 215-224. [Consultado en: 15, Junio, 2020][en línea] En: <https://revistas.unal.edu.co/index.php/rcolquim/article/view/860>

³⁷ POGHOSSIAN, A. A. Determination of the pH_{pzc} of insulators surface from capacitance-voltage characteristics of MIS and EIS structures. *Sensors and Actuators B: Chemical*. 1997, vol. 44, nro. 1-3. pp. 551-553. [Consultado en: 20, Junio, 2020][en línea] En: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0925400597001561>

2.4.5 Área superficial BET. El análisis del área superficial BET se va a realizar bajo la norma ASTM D-3037 donde se observa la monocapa formada en la superficie del sólido luego de la carbonización, el resultado se expresa en m^2/g . Para una adsorción notable esta debe encontrarse en un intervalo mínimo de $500 \text{ m}^2/\text{g}$ a $1200 \text{ m}^2/\text{g}$.

En consecuencia, se somete la muestra de carbón al vacío a una temperatura aproximada de 200°C durante 24 horas (con esto se busca evaporar cualquier gas o sustancia volátil de la superficie del carbón) para luego colocarlo en contacto con nitrógeno. El nitrógeno ocupará los espacios de los gases evaporados y con ello se cuantificará el área superficial total.

De acuerdo con Mejía³⁸, en su revisión de los residuos agroindustriales y su potencial en la síntesis de carbón activado, la activación química mejora de una forma significativa el porcentaje de adsorción y además trae beneficios en sus propiedades como materiales adsorbentes hasta en un 1214% (datos basados en la adsorción de metales). En este caso se utilizó como precursor activante NaCl y KCl, aunque también se consideró a posibilidad de utilizar ácido fosfórico. Dentro de los resultados obtenidos se comprobó que un tratamiento químico asegura un área superficial mayor a $500 \text{ m}^2/\text{g}$ que es lo que establece la norma.

También Vargas, Giraldo y Moreno³⁹ nos muestran la relación entre parámetros texturales y energéticos de monolitos de carbón activado a partir de cáscara de coco (escogido por su alta cantidad de celulosa al igual que el fique) y activados con ácido fosfórico, obteniendo luego de la carbonización microporos, y un área Bet de $1320 \text{ m}^2/\text{g}$, que ayudó a evidenciar la concentración del activante sobre la capacidad de adsorción de las muestras. Por ello les fue posible determinar una relación directa entre la relación del agente activante con respecto al área obtenida, sin embargo, el aumento del área se llegó hasta cierto punto y luego de allí al aumentar la cantidad de agente activante solo se comenzó a disminuir el área.

Es por esta razón, que se contempla un área Bet para el carbón obtenido a partir de fibra de fique entre $500 \text{ m}^2/\text{g}$ a $1200 \text{ m}^2/\text{g}$ que respalde los resultados experimentales obtenidos y ayude a garantizar la fiabilidad de las pruebas, tomando como base que la activación química dota al material de mejores resultados en el proceso de adsorción.

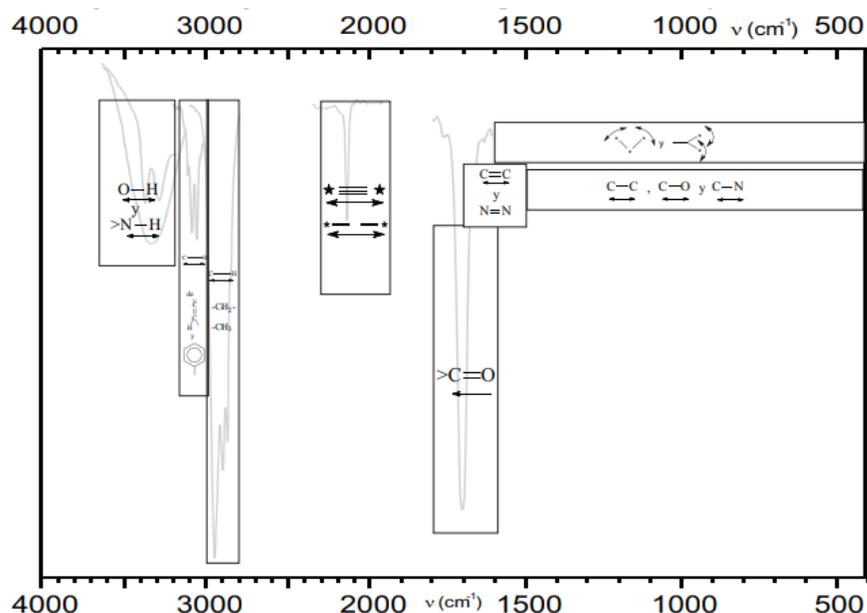
³⁸ MEJIA, Mari Victoria Vidal. Potencial de residuos agroindustriales para la síntesis de Carbón Activado: una revisión. *Scientia et Technica*, 2018, vol. 23, no 3, p. 411-419. [Consultado en: 29 de Julio de 2020][En línea] En: <https://dialnet.unirioja.es/servlet/articulo?codigo=6760221>

³⁹ VARGAS, Diana Paola; GIRALDO, Liliana; MORENO, Juan C. Relación entre parámetros texturales y energéticos de monolitos de carbón activado a partir de cáscara de coco. *Revista Colombiana de Química*, 2009, vol. 38, no 2, p. 280. [Consultado en: 29 de Julio de 2020][En línea] En: <https://www.redalyc.org/pdf/3090/309026681007.pdf>

2.4.6 Espectroscopia infrarroja (FTIR). Esta metodología permite conocer cuáles son los grupos funcionales que se encuentran presentes en la superficie del carbón, para lo cual, se utiliza un espectrofotómetro. Los resultados ayudan a determinar la tendencia del carbón a capturar diferentes sustancias.

En la gráfica 2 se observa un esquema general que ayuda a identificar diferentes grupos funcionales dependiendo la longitud de onda a la que se encuentren los picos de la función así como la tendencia visible en cada región, donde cada doblete o fracción es el resultado de la interacción entre la radiación infrarroja y la muestra analizada, y da cuenta de un tipo específico de vibración.⁴⁰

Gráfica 2 Regiones básicas de un espectro de Infrarrojo



Fuente: ROJO CALLEJAS, Francisco. Tablas de Espectroscopía Infrarroja. [En línea] [Consultado en: 23, Abril, 2020]. Disponible en: http://depa.fquim.unam.mx/amyd/archivero/TablasIR_34338.pdf

En la gráfica 3 podemos observar el espectrograma resultante del carbón obtenido a partir de canelo en un rango de 400 a 4000 cm^{-1} . Según Asimbaya⁴¹, el pico que se encuentra en la frecuencia 3524 cm^{-1} corresponde a estiramientos característicos del grupo (-OH) presentes en los grupos fenol de la celulosa, también se encuentran

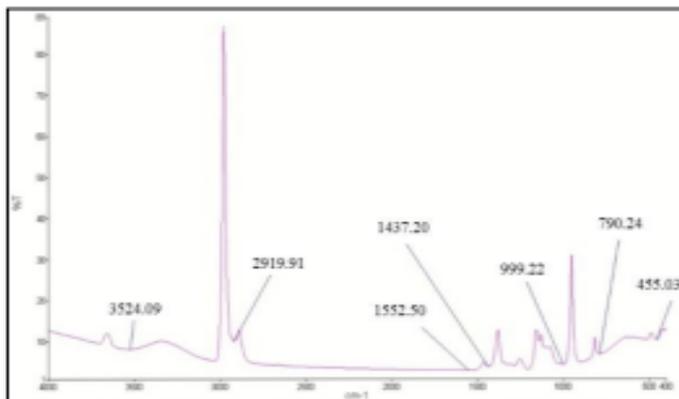
⁴⁰ MONDRAGÓN CORTEZ, Pedro. ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO PARA TODOS. Centro de Investigación y Asistencia en Tecnología y Diseño del Estado de Jalisco, A. C, 2017, 17p. [Consultado en: 23 abril, 2020] [En línea]. En: https://ciatej.mx/files/divulgacion/divulgacion_5a43b7c09fdc1.pdf

⁴¹ ASIMBAYA, Op. cit., p. 28

grupos (C-H) de moléculas alifáticas (cadena abierta), en la frecuencia 2919.91 cm^{-1} . Los grupos esperados de carboxilo y carbonilo son los picos representados en el rango de os 1552.59 cm^{-1} , también se encuentran representadas flexiones del grupo (-OH) en el rango de 455 cm^{-1} .

Es de esperar obtener resultados similares con el fique en relación al espectograma del canelo luego de la carbonización debido a que en el tratamiento de activación química el precursor utilizado en ambos casos es ácido fosfórico, que le da las características funcionales a la superficie del carbón, así como la presencia de grupos carboxilos. Por otro lado, el fique es una fibra perteneciente a materiales lignocelulósicos que lo hacen susceptible a resultados similares a los que se observan en la gráfica 4

Gráfica 3 Espectro FTIR del carbón activado obtenido a partir de aserrín de canelo



Fuente: ASIMBAYA, Cristopher, *et al.* Obtención de Carbón Activado a partir de Residuos Lignocelulósicos de Canelo, Laurel y Eucalipto. *Revista Politécnica (Quito)*. 2015, vol. 36, nro. 3. pp. 24. [Consultado en: 31, Julio, 2020][en línea] En: <https://revistapolitecnica.epn.edu.ec/images/revista/volumen36/tomo3/ObtenciondeCarbonActivadoapartirdeResiduos.pdf>

2.4.7 Difracción de rayos X (XRD). El método XRD permite observar el distanciamiento entre cada capa del carbón activado, realizándose de esta manera según lo descrito por Prahaz et al. a 30 kV y 15 mA con pasos desde 0,01°, este distanciamiento se determina con ayuda de la ley de Bragg que se ve en la ecuación 5.⁴²

⁴² HERNÁEZ, Josefina Perles. Del cristal al átomo: un siglo de difracción de rayos X. *CIENCIA Y TÉCNICA*, 2016, p. 987. [Consultado en: 22, Junio, 2020] [en línea] En: researchgate.net/profile/Josefina_Perles/publication/309723401_DEL_CRISTAL_AL_ATOMO_UN_

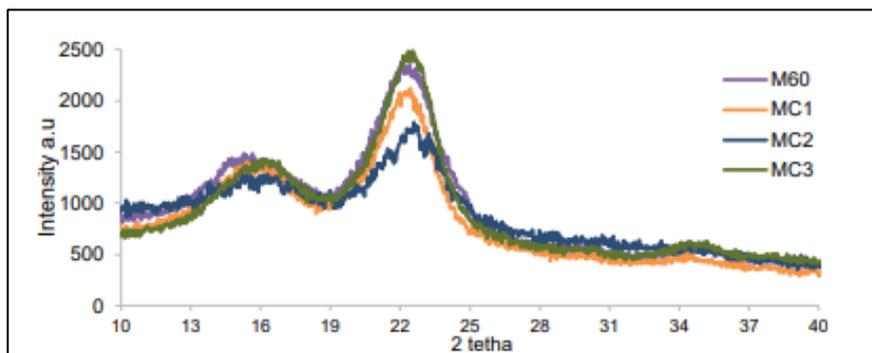
Ecuación 5. Ecuación de Bragg

$$n\lambda = 2d * \text{sen}\theta$$

Fuente: UNIVERSIDAD DE ATACAMA, Departamento de metalurgia. DIFRACCIÓN DE RAYOS X. [En línea]. Disponible en: <http://www.dicis.ugto.mx/profesores/balvantin/documentos/Ciencia%20de%20Materiales%20para%20Ingenieria/Tema%207%20-%20RayosX.pdf>

A continuación, la figura 12 es un ejemplo de un perfil XRD para fibra de fique que ilustra los diferentes picos posibles dentro de esta estructura luego de un pretratamiento con nanopartículas.

Figura 12. Perfiles XRD para fibras crudas, pretratadas y funcionales



Fuente: BASTIDAS, Karen. Wastewater treatment using an iron nanocatalyst supported on Fique fibers . Tesis Magister en Ingeniería química, Universidad Nacional de Colombia, 2016. 70p [Consultado es: 23, abril, 2020] [en línea] En: <http://bdigital.unal.edu.co/55903/7/karengiovannabastidasgomez.2016.pdf>

Los picos amplios dados en la figura indican carácter de celulosa policristalina (alrededor de 22.6°). Cada pico posee una singularidad que determina la caracterización del material, en la zona de los 16° el pico se asocia con una celulosa amorfa.⁴³

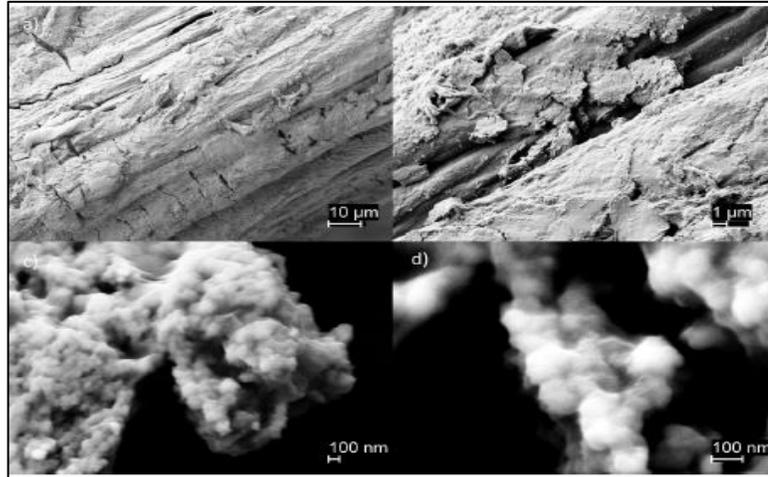
2.4.8 Microscopía electrónica de barrido (SEM). Con la microscopía electrónica de barrido se busca identificar el tamaño del poro presente en el carbón activado. Para el procedimiento se pasa un haz de electrones por medio de un ánodo para acelerar los e⁻ para posteriormente llegar a un campo magnético y finalmente se detectan los electrones (secundarios y retrodispersos). Los electrones secundarios, que proporcionan información topográfica de la superficie debido a su baja energía, mientras que los electrones retro dispersos, permiten tener información de la profundidad de la muestra.

En la figura 13, se muestran los resultados obtenidos por Karen Bastidas para las imágenes SEM de la superficie de la fibra de fique luego de la impregnación con nanopartículas de hierro, hecho que se espera para el tratamiento fibras de fique con ácido fosfórico. Se puede observar que cada imagen muestra una parte de la superficie a diferente aumento.⁴⁴

⁴³ BASTIDAS, Op. cit., p. 90

⁴⁴ BASTIDAS, Op. cit., p. 71

Figura 13 Imágenes SEM de la superficie de la fibra del fique luego de 2 días de impregnación a) 3000X, b) 10000X, c) 35000X, d) 70000X 24



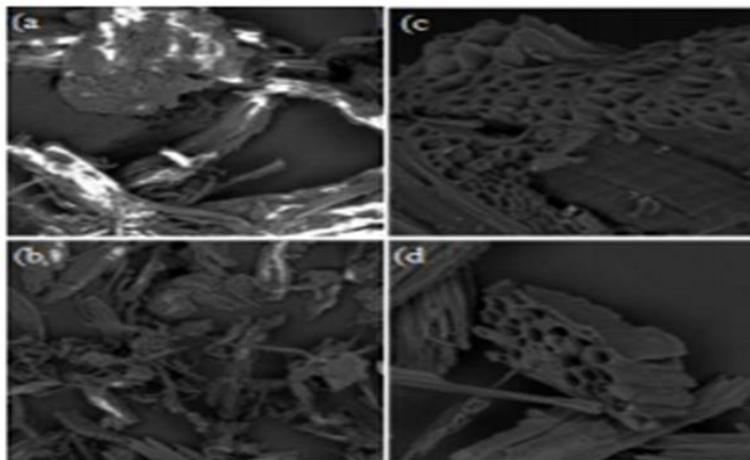
Fuente: BASTIDAS, Karen. Wastewater treatment using an iron nanocatalyst supported on Fique fibers . Tesis Magister en Ingeniería química, Universidad Nacional de Colombia, 2016. [Consultado es: 23, abril, 2020] [en línea] En: <http://bdigital.unal.edu.co/55903/7/karengiovannabastidasgomez.2016.pdf>

De esta manera, se puede apreciar que, en tanto que transcurre el tiempo se produce una absorción atómica producto del tiempo de residencia del ácido en la superficie, que es el resultado que se busca en mayor medida, ya que entre más fuerza de impregnación tenga el ácido con la superficie de la fibra va a ser más difícil que éste se desprenda y pueda cumplir su función aún luego del lavado.

Luego de realizar la carbonización a las fibras de fique, se espera que la estructura observada en la figura 14a-b cambie de manera significativa debido a la formación de poros que se espera obtener en la superficie, dando como resultado, lo que se observa en la figura 14c-d, en donde se aprecia la morfología del laurel antes y luego de la carbonización, respectivamente, así mismo Asimbaya⁴⁵ describe la formación de estructuras porosas como el resultado del proceso de activación, específicamente luego de que el ácido se evapora, o una reacción entre el carbón y el agente activante.

⁴⁵ ASIMBAYA, Op. cit., p. 27

Figura 14: Morfología del laurel a 500 X (a) aserrín tamaño > 2 mm; (b) aserrín tamaño 74 - 150 μm ; (c) carbón activado tamaño > 2 mm; (d) carbón activado tamaño 74 - 150 μm



Fuente: ASIMBAYA, Cristopher, *et al.* Obtención de Carbón Activado a partir de Residuos Lignocelulósicos de Canelo, Laurel y Eucalipto. *Revista Politécnica (Quito)*. 2015, vol. 36, nro. 3. pp. 24. [Consultado en: 31, Julio, 2020][en línea] En: <https://revistapolitecnica.epn.edu.ec/images/revista/volumen36/tomo3/ObtenciondeCarbonActivadoapartirdeResiduos.pdf>

2.5 CUANTIFICACIÓN DE ADSORCIÓN

La cuantificación de la adsorción determina en teoría la cantidad de sustancia que ha sido adherida a la superficie del material preparado con anticipación para realizar dicha labor. La importancia de este procedimiento radica en la comprobación del cumplimiento de los objetivos expuestos de remover el colorante de un cuerpo de agua, además proporciona un panorama que ayuda a verificar en qué medida son mejores o no las condiciones sobre las cuales se experimenta.

2.5.1 Espectroscopia UV-Vis. La espectrofotometría UV-VIS es un método que permite identificar la concentración de un compuesto determinado en una solución, su fundamento consiste en que las moléculas del compuesto absorben la radiación electromagnética dentro del espectro UV-visible, las cuales dependen de la estructura del compuesto y las condiciones del medio, la cual depende de forma lineal de la concentración.

El procedimiento consiste en calibrar el equipo a diferentes concentraciones (0.4-50 mg/L), lo anterior se realiza a una longitud de onda de 532 nm. Luego de tener la curva de calibración se procede a insertar como blanco agua destilada, y luego se añade en la otra celda la solución final a medir. El equipo proporciona datos de absorbancia y transmitancia dependiendo del color de la muestra.

La fase experimental consiste entonces en realizar el acondicionamiento a la materia prima (fibra de fique) por medio de activación química con el agente precursor que en este caso es H_3PO_4 durante un lapso de tiempo no mayor a cuatro horas siguiendo el diseño de experimentos. Transcurrido ese tiempo, el material se lava a vacío hasta obtener un pH neutro (pH=7). Para la carbonización, es necesario contar con una bala de nitrógeno que suministre un flujo constante a medida que se aumenta la temperatura en el horno tubular (la temperatura depende del diseño de experimentos), al sacar el material se obtiene el carbón activado. Para determinar el porcentaje de adsorción se emplean soluciones a diferentes concentraciones de colorante desde 20 ppm hasta 40 ppm con el fin de establecer inicialmente una curva de calibración que sirva como referente para el espectro UV-VIS al momento de tener todas las adsorbancias.

Seguidamente se inserta 0.1 g de carbón activado en cada beaker a concentraciones de 20, 40, 60, 80 y 100 ppm bajo agitación constante de 500 rpm durante 48 horas a una temperatura de 30°C, como última parte, se filtra cada solución y se mide la absorbancia resultante. Con la curva de calibración obtenida se mide la concentración final a la que se llegó bajo cada concentración y a las diferentes condiciones establecidas.

Para escoger el rango de concentraciones al momento de realizar las adsorciones se toma como base el estudio realizado por GUZMÁN ⁴⁶. sobre carbón activado, obtenido a partir de la especie vegetal *Larrea tridentata* para adsorber colorante azoico Rojo 40. En el estudio se establecen rangos de adsorción de 2, 5, 7.5, y 10 ppm del colorante, donde los rendimientos obtenidos son bajos. Por lo cual, se efectúa una primera prueba de experimentación a 10 ppm, donde se observa una remoción total del colorante básico RB46, por lo que no es posible una lectura en el espectrofotómetro, Por ello, se observa el estudio de la adsorción de colorante amarillo anaranjado (que al igual que el RB46 es un colorante de tipo azoico con anillos de benceno y dobles enlaces con nitrógeno⁴⁷) por medio de carbón activado procedente de desechos agrícolas, estudiado por Ensuncho⁴⁸, donde establecen

⁴⁶ GUZMÁN MUÑOZ, Karina, *et al.* Caracterización y capacidad de adsorción de la especie vegetal *Larrea tridentata* como adsorbente de color. *CULCyT: Cultura Científica y Tecnológica*. 2014, vol. 11, nro. 54

⁴⁷ ENSUNCHO, Adolfo E.; LÓPEZ, Jesús M.; ROBLES, Juana. Reactividad química de los azo colorantes amarillo anaranjado y rojo allura mediante descriptores globales y la función de Fukui. *Información tecnológica*, 2012, vol. 23, no 6, p. 3-12. [Consultado en]: 26 de Julio de 2020, [en línea] En: [https://scielo.conicyt.cl/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0718-07642012000600002#:~:text=Los%20colorantes%20azoicos%20de%20origen,otros%20\(Ustun%20C%202004\).](https://scielo.conicyt.cl/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0718-07642012000600002#:~:text=Los%20colorantes%20azoicos%20de%20origen,otros%20(Ustun%20C%202004).)

⁴⁸ ENSUNCHO⁴⁸, Adolfo E.; ROBLES, Juana R. y CARRIAZO, José G. Adsorción del colorante amarillo anaranjado en solución acuosa utilizando carbones activados obtenidos a partir de desechos agrícolas. *Revista de la Sociedad Química del Perú*. 2015, vol. 81, nro. 2. pp. 135-147. [Consultado en: 31, Julio, 2020] [en Línea] En: <http://www.scielo.org.pe/pdf/rsqp/v81n2/a06v81n2.pdf>

concentraciones de adsorción desde 2ppm hasta 100 ppm, logrando alta eficiencia en el porcentaje de adsorción, por este motivo el rango de concentraciones que se establece es de 20, 40, 60 80, y 100 ppm que permitan una lectura de la capacidad de adsorción del carbón.

La ecuación que se utilizó para hallar la concentración y volumen de cada solución a adsorber fue la 6

Ecuación 6 Ecuación para diluciones

$$C_1V_1 = C_2V_2$$

Fuente: GUZMÁN MUÑOZ, Karina, *et al.* Caracterización y capacidad de adsorción de la especie vegetal *Larrea tridentata* como adsorbente de color. *CULCyT: Cultura Científica y Tecnológica*. 2014, vol. 11, nro. 54.

Donde

C1: Concentración inicial

C2: Concentración final

V1: Volumen deseado

V2: Volumen a afora

3. ANÁLISIS Y RESULTADOS

Se realizó un diseño experimental para observar si el carbón activado partiendo de fique, es capaz de remover el colorante RB46 con el fin de remediar efluentes contaminados de la industria textil, el material que se seleccionó para la obtención del carbón es la fibra de fique, debido a que, como se explica en el numeral (1.1.3), un estudio realizado por el Ministerio de Agricultura⁴⁹ explica que en Colombia, los principales departamentos fiqueros del país son Cauca y Nariño con un 41 y 30% del área total sembrada y con un 37 y 38% de la producción nacional, respectivamente, de la cual el 70% es destinado a la producción de empaques agrícolas, sin embargo, Colombia tiene una participación de producción de fibra de tan sólo el 1% a nivel mundial y exporta como materia prima 125 ton de fibra al año, y en los últimos se ha observado un déficit de producción debido a los altos costos de producción contra el precio de esta, estos costos aumentan debido a que no se cuentan con procesos rigurosos y sólo el 4-6% de esta es aprovechada, por estas razones, el empleo de esta fibra disminuirá los costos asociados a la obtención del carbón y permitirá dar valor agregado al fique, al poder realizar exportaciones de materiales modificados, más no de materia prima y desaprovechar su uso mayoritario en la fabricación de artesanías y empaques. Para lo cual, se obtienen dos diseños de experimentos para cada tipo de ácido, bajo un diseño factorial de 2^2 (uno para cada ácido), los ácidos seleccionados muestran características deshidratantes que permiten reducir la formación de material volátil y alquitranoso en el esqueleto del mismo además de realizar una réplica con el fin de sustentar la confiabilidad del proceso, este se lleva a cabo, con la finalidad de establecer el efecto que tienen la temperatura de carbonización, relación másica materia prima: precursor químico y tipo de ácido en la obtención de carbón activado a base de fique para remover el colorante RB46 del agua. El diseño trabaja con 2 variables dependientes, las cuales se escogieron debido a la influencia que tienen en el proceso de obtención del carbón activado, dichas variables son la la relación másica de la materia prima: precursor químico en el proceso de activación dado que según Sevilla⁵⁰, las variables a controlar en esta etapa son, la relación másica, la temperatura y el tiempo de residencia, estos últimos dos, se van a determinar y se van a fijar, pero no se va a estudiar el efecto que tiene a diferentes niveles y en la etapa de carbonización es importante controlar la temperatura de carbonización y el tiempo de residencia; ambas variables (temperatura y relación másica) se trabajaron con dos niveles, los cuales se determinaron de manera bibliográfica y se

⁴⁹ MINISTERIO DE AGRICULTURA. CADENA DEL FIQUE Y SU AGROINDUSTRIA, Indicadores e Instrumentos. [en línea]. Agronet MinAgricultura. (May 17) <https://sioc.minagricultura.gov.co/Fique/Documentos/2018-06-30%20Cifras%20Sectoriales.pdf>

⁵⁰ SEVILLA, U. Manual del carbón activo. *Aula. aguapedia.org*, 2011, p. 1-89. [Consultado en : 31 de Julio de 2020][en línea] En: www.aguapedia.net

comprobaron de manera experimental. A continuación, se explica detalladamente los valores escogidos para cada variable.

La metodología empleada es la activación química, dado que, como lo explica Achury⁵¹, esta metodología permite obtener menores temperaturas de carbonización sin afectar el rendimiento, puesto que aporta grupos funcionales deseados en la superficie del carbón, además de mejorar la estructura porosa del carbón activado gracias a que retira material que puede generar taponamiento en los poros del carbón. Es por ello, que la temperatura a la que se realiza el proceso de carbonización, se encuentra en un rango entre 300-500 °C, el cual se seleccionó con base en el gráfico de TGA aportado Bastidas⁵², con el fin de observar el límite en el que se degrada completamente la celulosa y se permite la obtención del carbono fijo, dando como resultado que esta se degrada completamente a 370°C, basado en esto y en el estudio aportado por Barragán⁵³ en el cual se obtuvo carbón activado a partir de *guadua angustifolia kunth* (Bambú), que es un material lignocelulósico con 60% de celulosa, como lo sugiere Estrada⁵⁴, en el que se estudió la influencia de la temperatura de carbonización, trabajando con temperaturas de 300, 500 y 700°C. Así mismo, la otra temperatura seleccionada, la cual será superior a la anterior, con la finalidad de asegurar la descomposición total de la celulosa, y dado en la información soportada por Barragán⁵⁵, incrementar la temperatura permite incrementar el contenido fijo del carbón activado, aun así, si la temperatura es muy elevada, va a predominar la formación de cenizas en el carbón activado, disminuyendo de esta manera el área superficial, la estructura porosa del carbón y el rendimiento de la etapa, por lo cual se fija en 460°C, temperaturas superiores a esta, disminuirá el rendimiento del proceso de carbonización además de generar cenizas, disminuyendo de esta forma el área superficial.

La relación másica es una variable importante en la obtención del carbón activado debido a que facilita la formación de micro poros en la estructura del carbón activado, además, esta variable genera una reacción de oxidación que permite la

⁵¹ ACHURY, Carlos Alberto. Obtención de Carbón Activado a partir de Cáscara de Coco: Obtención por medio de Activación física y Química. Trabajo de grado Ingeniería Química. Bogotá D.C: Universidad de los Andes. Facultad de Ingeniería. Departamento de Ingeniería Química, 2008, 6p. [Consultado en]: 24 de Julio de 2020. [En línea en]: <https://repositorio.uniandes.edu.co/bitstream/handle/1992/23588/u303042.pdf?sequence=1>

⁵² BASTIDAS, Op. cit., p. 74

⁵³ PRÍAS BARRAGÁN, Jhon Jairo, et al. Identificación de las variables óptimas para la obtención de carbón activado a partir del precursor *guadua angustifolia kunth*. Revista de la Academia Colombiana de Ciencias Exactas, Físicas y Naturales, 2011, vol. 35, no 135, p. 160. [Consultado en: 22 de Junio de 2020][En línea]: http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0370-39082011000200004

⁵⁴ ROMERO, Andrea del Pilar Maldonado. Extracción y caracterización mecánica de las fibras de bambú (*Guadua angustifolia*) para su uso potencial como refuerzo de materiales compuestos. 2010. Tesis Doctoral. Universidad de los Andes. p. 32. [Consultado en: 28 de Julio de 2020] [En línea] En: <https://repositorio.uniandes.edu.co/bitstream/handle/1992/11158/u402361.pdf?sequence=1>

⁵⁵ BARRAGÁN, Op. cit., p. 163

desvolatilización del material alquitranoso que puede obstruir los poros de la estructura del carbón activado, es por ello que se espera estudiar la influencia que tiene esta variable en el proceso de adsorción, tal como lo explica Menendez,⁵⁶ el cual sugiere que esta, es una de las variables que permiten la obtención de materiales con diferentes propiedades y es importante encontrar una que permita obtener las propiedades deseadas, usualmente se encuentran relación desde 1:1 hasta 1:5, es por ello, que se realizó la activación con dos niveles diferentes para esta variables, para lo cual, se fijaron inicialmente como 1:1 según lo estudiado por Asimbaya⁵⁷ donde se obtiene carbón activado a partir de materiales lignocelulósicos para la remediación de efluentes contaminados, sin embargo, no se generó una impregnación uniforme de la materia prima y este puede afectar el proceso de adsorción, por lo cual, se decidió comenzar la impregnación tal como se realiza con el aserrín de madera para la obtención de carbón activado, en un estudio realizado por García⁵⁸, el cual es un material lignocelulósico con cerca de 40% de celulosa tal como lo reporta Rodríguez⁵⁹, permite compararlo con la fibra de fique, que, según Bastidas⁶⁰ es cercana al 37%; donde, como mínimo se emplea una relación másica de materia prima: agente oxidante de 1:4 y con el fin de observar el efecto en las propiedades y características del carbón, se realizó la impregnación con una relación másica de 1:6. No solo la relación másica influye en la magnitud de la estructura porosa del carbón, Según López⁶¹, el tiempo de impregnación en la etapa de activación y la temperatura a la que se realiza, afectan la estructura porosa, por lo cual, es importante determinar el tiempo necesario de impregnación, que permita obtener mejores características adsorbentes en el carbón, para lo cual, se realizó una impregnación por un tiempo de 24 h, según lo reportado por Asimbaya⁶² en el

⁵⁶ MENÉNDEZ DÍAZ, José Ángel. Residuos de biomasa para la producción de carbones activos y otros materiales de interés tecnológico. 2008. p. 2, [Consultado en: 29 de Julio de 2020] [En línea en]:https://www.researchgate.net/publication/39389470_Residuos_de_biomasa_para_la_produccion_de_carbones_activos_y_otros_materiales_de_interes_tecnologico/link/02e7e5329564ca19430000/download

⁵⁷ ASIMBAYA, Op. cit., p. 32

⁵⁸ GARCÍA ÚBEDA, Fernando. PLANTA DE PRODUCCIÓN DE CARBÓN ACTIVO. Proyecto Fin de Carrera. Universidad de Zaragoza. Departamento de Ingeniería Química y tecnologías del medio ambiente. Especialidad en química industrial. Septiembre, 2013. [Consultado en: 29 de Julio de 2020] [En línea] En: <http://zaguan.unizar.es/record/12157/files/TAZ-PFC-2013-575.pdf>

⁵⁹ RODRÍGUEZ, María Daniela, et al. Obtención de azúcares fermentables a partir de aserrín de pino pretratado secuencialmente con ácido-base. Revista internacional de contaminación ambiental, 2017, vol. 33, no 2, p. 324. [Consultado en: 30 de Julio de 2020][En línea] en: <http://www.scielo.org.mx/pdf/rica/v33n2/0188-4999-rica-33-02-00317.pdf>

⁶⁰ ASIMBAYA, Op. cit., p. 32

⁶¹ LÓPEZ CHALARCA, Liliana Trinidad, et al. Activación de carbones para aplicación en almacenamiento de gas natural vehicular (metano). Escuela de Procesos y Energía, 2013. [Consultado en: 29 de Julio de 2020] [En línea] En: <http://www.bdigital.unal.edu.co/9552/1/1020401768.2013.pdf>.

⁶² ASIMBAYA, Op. cit., p. 160

cual se obtuvo un carbón activado a partir de residuos lignocelulósicos como canelo, laurel y eucalipto, sin embargo, se observó que este tiempo generó una reacción de desvolatilización de la materia orgánica lo que disminuyó el rendimiento de la etapa, por lo cual, se disminuyó el tiempo de impregnación a 12h donde se presentó el mismo inconveniente, por lo cual se decidió impregnar por un tiempo de 6 y 4h, en donde la etapa incrementó el rendimiento y en los dos tiempo analizados, no se presentaron disminuciones en cuanto al rendimiento del material obtenido ni al proceso de remoción, dado a esto, el tiempo establecido para esta etapa es de 4 horas.

Finalmente, se establece que la hipótesis nula del diseño experimental se denomina: El carbón activado obtenido partiendo de fique no permite la remoción del colorante RB46

3.1 CARACTERIZACIÓN DE LA MATERIA PRIMA

Como primera medida, se realiza una caracterización inicial de la materia prima que permita establecer condiciones iniciales del fique, de ello se obtienen los resultados mostrados en la tabla 5:

Tabla 5. Caracterización de materia prima

Humedad	Cenizas
0.13%	9.19%

Fuente: elaboración propia

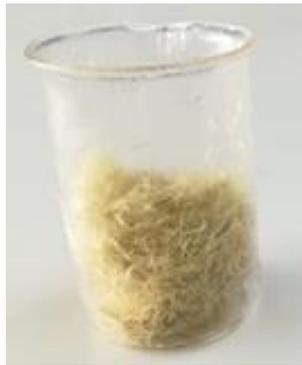
La caracterización permite determinar que la fibra de fique es apta para el proceso de obtención de carbón activado, dado a que posee bajo contenido de humedad, permitiendo incrementar el rendimiento del carbón y el contenido de cenizas es consistente con base en el TGA a temperatura de 650 °C (cerca de un 85% es degradado), lo que permite establecer que a elevadas temperaturas va a predominar la formación de cenizas en el carbón, disminuyendo el área BET y por ende, la remoción del RB46.

3.2 PROCESO DE IMPREGNACIÓN

Durante el proceso de impregnación, transcurrido un tiempo de 4 horas se percibe un cambio de color que pasa de amarillo claro (Figura 15a) a marrón (Figura 15b), siendo una indicación primaria de efecto del proceso de impregnación, este cambio en la coloración de la materia prima, está asociado a la oxidación de la lignina

remanente en el material. Para la impregnación fue de vital importancia asegurar el contacto de todo el material con el ácido, por ello se optó por introducir el ácido por gotas y a medida que se insertaban se aseguraba el mayor contacto posible.

Figura 15. Pre-tratamiento de la fibra de fique. Tiempo 0h (a). Tiempo 4h (b).



(a)



(b)

Fuente: elaboración propia

3.3 RESULTADO DE LA CARBONIZACIÓN

En la figura 16 se observa que el resultado de la carbonización es un material color negro, con una superficie frágil al tacto. Se evidencia una reducción sustancial de la masa producto de la elevada temperatura, tal como indicó el TGA. Al momento de colocarlo en solución se hace necesario pulverizar el material; mediante la agitación constante de 500 rpm, en pro de fomentar mayor área de contacto con la solución.

Figura 16. Carbón activado con ácido fosfórico



Fuente: elaboración propia

3.4 FACTORES QUE AFECTAN EL PROCESO DE ADSORCIÓN

El proceso de adsorción depende de las condiciones de operación y obtención del carbón activado, debido a que en estas se formará la química superficial del carbón activado, además de propiciar que este obtenga las propiedades necesarias para realizar el proceso de remoción de las moléculas deseadas. Con el objetivo de

determinar cuáles son las variables críticas, se realizaron los experimentos descritos a continuación. Para determinar el efecto que tenía el pH de la solución y el tipo de ácido, se estableció la concentración de colorante RB46 en la solución en 100 ppm, para establecer cuál era la cantidad máxima adsorbida del contaminante al cambiar una de las dos variables, esta concentración se determinó con base en el estudio de Achury⁶³ en el cual se ponen 0.5 g de carbón activado en una solución de 100 ppm de contaminante y observar la cantidad removida por un carbón activado con materiales lignocelulósicos tales como cuesco de palma africana y coco. Cabe aclarar que no se realizó por duplicado las gráficas mostradas en este apartado, sólo se realizaron con base en el carbón original, más no se realizaron para los duplicados obtenidos.

3.4.1 Efecto del pH de la solución. El pH de la solución es una variable decisiva en el proceso de adsorción, esto se debe a que afecta las interacciones de los grupos funcionales de la superficie del carbón con el adsorbato⁶⁴. Estas interacciones surgen debido a un intercambio iónico de los grupos ácidos al momento de liberar protones en especial en medio ácido, así mismo ocurre en medio básico donde la tendencia es captarlos, generando las cargas positivas o negativas en la superficie del carbón.

Con el objetivo de encontrar el pH que favorece la remoción del colorante catiónico, se realizó la adsorción del colorante RB46 a pH superiores al pH_{pzc} del carbón obtenido a temperatura de carbonización de 460°C y relación másica de 1:6 para el ácido cítrico y fosfórico, , en la cual se deja constante la concentración del colorante y la masa de adsorbente en 100 ppm y 0.1 g, respectivamente, bajo agitación constante de 500 RPM y temperatura de 30°C, posterior a este tiempo se realiza la filtración y se procede a leer las concentraciones finales de RB46 en la solución con ayuda del espectrofotómetro, en los anexos del G-I se presentan los resultados arrojados por el equipo y las concentraciones finales del azocolorante RB46, con el cual se determinó el porcentaje de remoción. Los resultados de la dependencia del pH en el proceso de remoción se muestran en la gráfica 4 donde adicionalmente se muestra el efecto que tiene no realizar el lavado de la fibra previamente de la carbonización, para el carbón activado con ácido fosfórico; en la figura 17 se muestra el montaje empleado para poder realizar el proceso, el cual se realiza en una plancha que permite ajustar la temperatura y la agitación mediante un agitador magnético.

⁶³ ACHURY, Op. cit., p. 14

⁶⁴ CASTELAR ORTEGA, Grey Cecilia, *et al.* Evaluación de un carbón activado comercial en la remoción del colorante DB2. Revista Colombiana de Ciencia Animal - RECIA. 2017, vol. 9, nro. 2. pp. 164-170. [Consultado en: 22, Junio, 2020] [en línea] En: <https://revistas.unisucre.edu.co/index.php/recia/article/view/512>

Figura 17. Montaje para hallar el pH que favorece mejor la adsorción



Fuente: elaboración propia

En la gráfica 4, podemos observar que el proceso de remoción incrementó al aumentar el pH de la solución, esto se debe a que este parámetro afecta la estructura del colorante y el grado de ionización del mismo disminuyendo el color del mismo en la solución⁶⁵, de este modo, el colorante RB46, posee un cromóforo (resultado de su alta densidad en algunos grupos funcionales presentes en su estructura) que forma además parte de un ión positivo (generalmente una sal de amina o un grupo amino ionizado) que lo hace soluble en agua, dado el hecho de que la acción impartida por el colorante está a cargo del catión (el anión no tiene esa propiedad)⁶⁶.

El aumento en la concentración de electrones en este colorante se relaciona con los anillos aromáticos que se encuentran en su estructura que ocasionan alteraciones en el espectro visible más específicamente en el rango de los 530 nm, dando como resultado un color rojo intenso a la vista natural. La intensidad en el color se relaciona con el número de enlaces conjugados, donde la cantidad de dobles enlaces que posea la estructura determina el rango de la longitud de onda absorbida⁶⁷. Además, dado el hecho que posee dobles enlaces con nitrógeno en sus grupos aromáticos mejor se va a comportar como un cromóforo ya que las transiciones electrónicas se facilitan en atención a la diferencia en los niveles de energía.

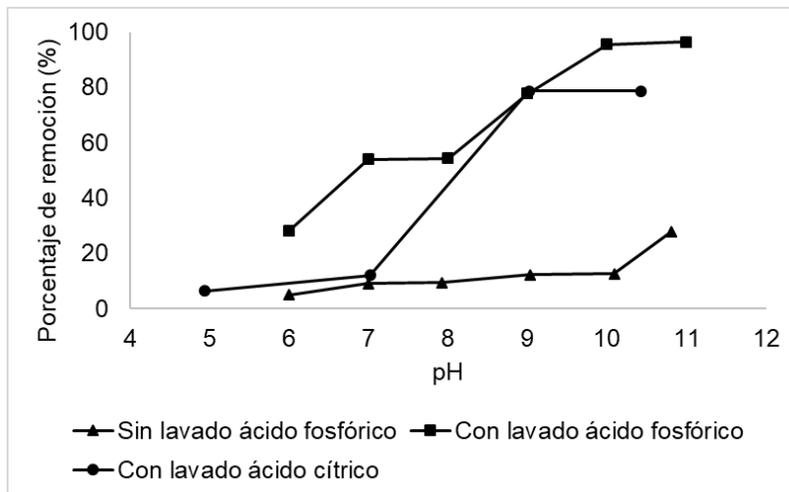
⁶⁵ ENSUNCHO, Adolfo E.; ROBLES, Juana R. y CARRIAZO, José G. Adsorción del colorante amarillo anaranjado, Op. cit. p 142.

⁶⁶ RAMÍREZ, Lucía Constanza Corrales; LOZANO, Liliana Caycedo. Principios fisico-químicos de los colorantes utilizados en microbiología. *Nova*, 2020, vol. 18, no 33, p. 75.[Consultado en]: 27 de Julio, 2020. [En línea]: <https://revistas.unicolmayor.edu.co/index.php/nova/article/view/1093>

⁶⁷ *Ibid.*, p. 78

Además de esto, la carga de la superficie del carbón, depende de varios factores, entre ellos el tipo de iones presentes en la solución, las características superficiales, la naturaleza del sólido y el pH de la solución. En solución acuosa, estas características dependen de las interacciones entre los complejos superficiales y el agua, y a medida que el pH de la solución cambia, los diferentes grupos funcionales presentes en la superficie del sólido ceden o aceptan protones⁶⁸.

Gráfica 3. Función del pH en el porcentaje de adsorción para el ácido fosfórico y el ácido cítrico.



Fuente: elaboración propia

Teniendo en cuenta los resultados se comprueba que al incrementar el pH de la solución por encima del pH_{pzc} se favorece la remoción, alcanzando un pH de 10 para el ácido fosfórico y de 9 para el ácido cítrico, en los cuales se obtuvo mejores rendimientos, por encima de este pH no se presenta un cambio significativo en el proceso de remoción esto se debe a que el adsorbente genera una carga superficial negativa resultante de las interacciones entre los grupos funcionales presentes en este; formados por en la etapa de activación, y los iones de la solución acuosa.

En la gráfica 4, también podemos observar el efecto que tiene en la adsorción el hecho de no realizar el lavado posterior a la impregnación, en el cual, se obtuvo una disminución significativa en el proceso, esto fue debido a que los fosfatos del ácido

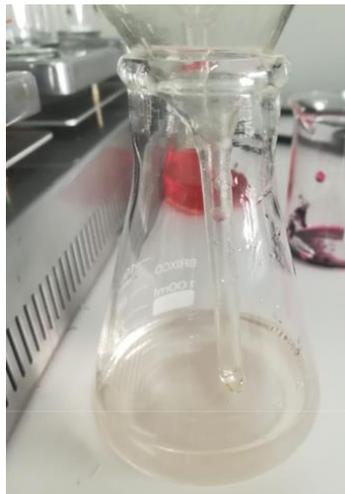
⁶⁸ LEYVA RAMOS, Roberto IMPORTANCIA Y APLICACIONES DE LA ADSORCION EN FASE LIQUIDA. Universidad Autónoma de San Luis Potosí. Facultad de Ciencias Químicas. [Consultado en]: 27 de Junio de 2020. [En línea]: https://www.researchgate.net/profile/Roberto_Ramos2/publication/320407302_Importancia_y_Aplicaciones_de_la_Adsorcion_en_Fase_Liquida/links/59e2e029a6fdcc7154d8204a/Importancia-y-Aplicaciones-de-la-Adsorcion-en-Fase-Liquida.pdf

fosfórico se disolvieron en la solución acuosa, los cuales están relacionados con las constantes de disociación del ácido (pKa).

Debido a que el ácido fosfórico es un ácido poliprótico, tiene tres constantes de disociación, las cuales dependen del pH de la solución para disociarse, (pKa1=2.2, pKa2=7.2 pKa3=12.7), por ello, a pH de solución por encima de 3, el primer hidrógeno del ácido estará completamente liberado, dando como resultado la formación de H_2PO_4^- , el cual tendrá un efecto importante en la disminución del pH de la solución, de igual forma, a pH de solución entre 6-8, se disocia el segundo H^+ del ácido, liberando el fosfato HPO_4^{2-} , y a pH entre 11-13 se disociará el último H^+ , dando como resultado la liberación del tercer fosfato PO_4^{3-} .

En vista de lo anteriormente explicado, al disociarse los fosfatos del ácido fosfórico, los cuales se liberarán ± 1 unidad de pH del valor de pKa, se tendrá una disminución significativa del valor del pH de la solución, debido a la concentración de H_3O^+ en la misma.⁶⁹ En la figura 18, se muestra la diferencia entre las muestras de carbón a las que se les realizó el lavado y las que no tienen lavado, en el proceso de remoción.

Figura 18. Resultado adsorción. (a) Con lavado de ácido. (b) Sin lavado de ácido



(a)



(b)

Fuente: elaboración propia

⁶⁹ BioROM 2010. Ayudas al aprendizaje de bioquímica, biotecnología y biología molecular. [Consultado en: 25, Junio, 2020] [en línea] En: <https://www.sebbm.es/web/es/>

3.4.2 Efecto de la temperatura. La temperatura es una variable que afecta directamente el proceso de adsorción del carbón activado, debido al cambio en la composición del carbón activado con respecto a la temperatura en el proceso de carbonización, adicionalmente, el aumento de la temperatura de carbonización está relacionado con el aumento del área superficial BET y la distribución de los poros, por lo cual, es importante elegir la temperatura que favorezca las características superficiales del carbón activado y la degradación de la celulosa que tiene el material lignocelulósico en su estructura, de igual forma, la temperatura a la que se realiza el proceso de carbonización, puede generar reacciones de combustión del material (ignición) en atmósferas oxidantes (con oxígeno), y de esta forma, se produce una quema del material, tal como lo explica Campello,⁷⁰ de igual forma, la reacción de carbonización en presencia de oxígeno, presenta un $\Delta H = -92.4$ kcal/mol, lo que evidencia un comportamiento exotérmico y vuelve a la reacción inestable, obteniendo poca uniformidad en la estructura porosa y bajo rendimiento en la producción del carbón, por ello, trabajar en atmósfera inerte permite tener mejor estructura porosa y controla la eliminación de los grupos funcionales de la superficie del material y permite tener una estabilidad en la reacción es por ello, que el proceso se debe realizar en un atmósfera inerte o al vacío. Según Sevilla⁷¹, esta etapa está relacionada con la capacidad de adsorción del material carbonoso, y la pérdida por combustión “burn off”, es un indicativo porcentual del rendimiento de la etapa.

De este modo, en la gráfica 5, se presenta el gráfico de superficie, el cual se presenta para el carbón activado obtenido a temperatura de carbonización de 460°C y relación másica de 1:6, dado que fue el que obtuvo los mejores resultados de carbonización, para observar el efecto que tiene la temperatura y la concentración de colorante RB46 en el proceso de adsorción, a pH y temperatura constante, donde se observa que, independientemente de la concentración, al incrementar la temperatura de carbonización, se presenta un aumento del porcentaje de remoción, de esta manera, es evidente que el proceso de remoción tiene una relación directa con la temperatura.

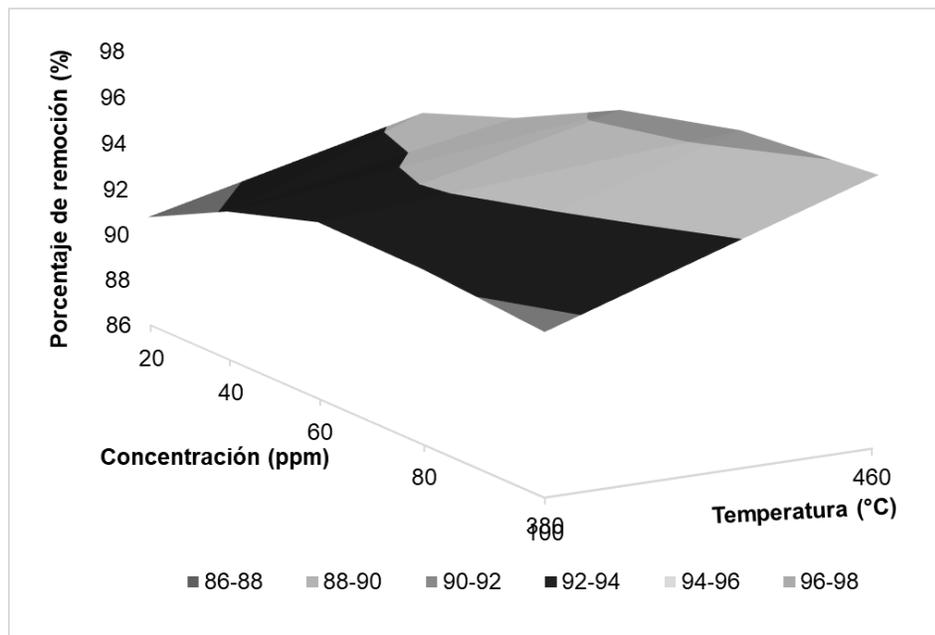
Lo anterior se puede explicar ya que la degradación de la celulosa del fique termina aproximadamente en los 370°C, trabajar por temperaturas cercanas a esta, puede suponer que no se ha degradado completamente para obtener carbón y presenta mayor proporción de material volátil, a diferencia del carbón activado obtenido a 460°C, en el cual se puede asegurar que la celulosa se degradó completamente,

⁷⁰ CAMPELLO GÓMEZ, Ignacio. Estudio de los mecanismos de activación y aplicabilidad de materiales carbonosos derivados de espumas de poliuretano en procesos de adsorción, separación de gases y biomedicina. 2019. Tesis de grado. Doctor en química orgánica. Universidad de Alicante, Instituto Universitario de Materiales. Facultad de ciencias. Departamento de Química inorgánica p. 105.

⁷¹ SEVILLA, U., Op cit. p 32

favoreciendo la obtención del carbón, además de mejorar las estructuras superficiales del carbón activado obtenido.

Gráfica 4. Efecto de la temperatura y concentración del colorante RB46 en el proceso de adsorción

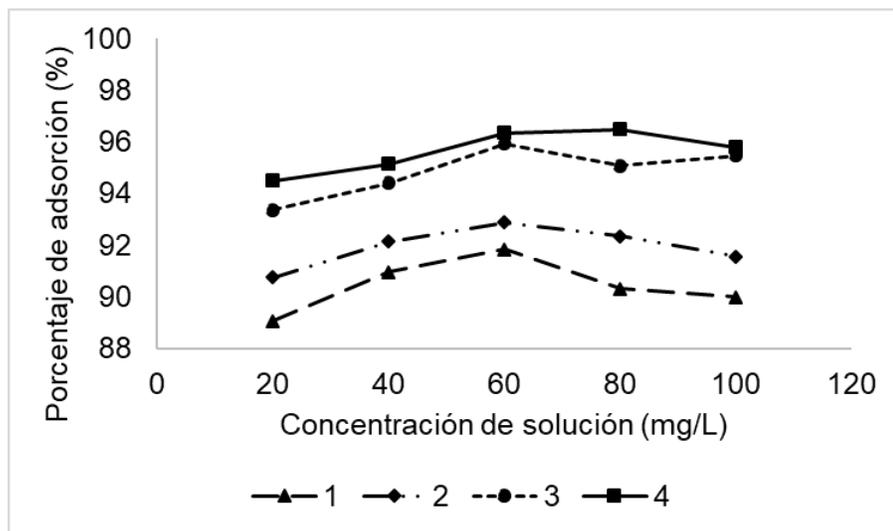


Fuente: elaboración propia

3.4.3 Efecto de la concentración de colorante. El estudio de la concentración se realizó a temperatura y pH constante de 30°C y 10 respectivamente, se realizó para los carbones obtenidos mediante activación con ácido fosfórico, para cada uno de los niveles del diseño experimental, el rango seleccionado para el estudio de la concentración es de 20-100 ppm lo cual permite medir la resistencia de la adsorción entre la solución acuosa del colorante y la superficie del carbón; se observa, que todos los carbones activados tienen tendencia creciente en el proceso de remoción hasta la concentración de 60 ppm de RB46 e la solución acuosa. Posterior a ésta, el proceso de remoción disminuye entre un 0.48% y 2.04%, lo cual no es un cambio significativo en el proceso.

Se observa en el gráfico 7, que a concentraciones de 100 ppm el carbón aún no se encuentra saturado y tiene rendimientos superiores al 90%, sin embargo, los rendimientos disminuyen al aumentar la concentración del colorante, lo cual se debe a la capacidad máxima de adsorción de cada carbón activado ($q_{m\acute{a}x}$), no obstante, cuando se trabaja con concentraciones superiores a 60 ppm, el carbón disminuye su rendimiento, debido a que dispone de menos sitios activos que sean capaces de adsorber el colorante, lo que acerca al carbón a la saturación.

Gráfica 5. Efecto de la concentración de RB46 a 30°C

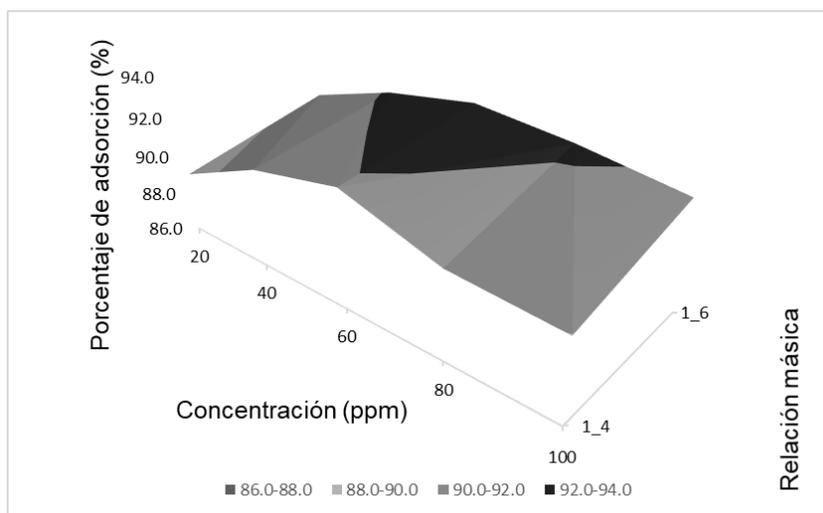


Fuente: elaboración propia

3.4.4 Efecto de la relación másica. La relación y la concentración del reactivo químico, tienen una incidencia significativa en la química superficial del carbón activado, al incrementar alguna de estas en la etapa de activación, la superficie del carbón activado tiende a tomar el carácter del precursor mediante la introducción de grupos oxigenados, aumentando la concentración de sitios ácidos aportados por los grupos funcionales ácidos carboxílicos, lactónicos y fenólicos, gracias a estos ácidos aportados se generan reacciones de donación de protones. Debido a esto, es posible adsorber cationes por la atracción electrostática entre los sitios ácidos cargados negativamente y los cationes cargados positivamente del RB46. Adicionalmente, el proceso de activación tiene un rol importante en el proceso de carbonización e incide en el área BET y poros del carbón, sin embargo, es necesario encontrar un óptimo para esta variable, evitando que se genere una reacción de volatilización de la materia orgánica y disminuya el rendimiento de la etapa.

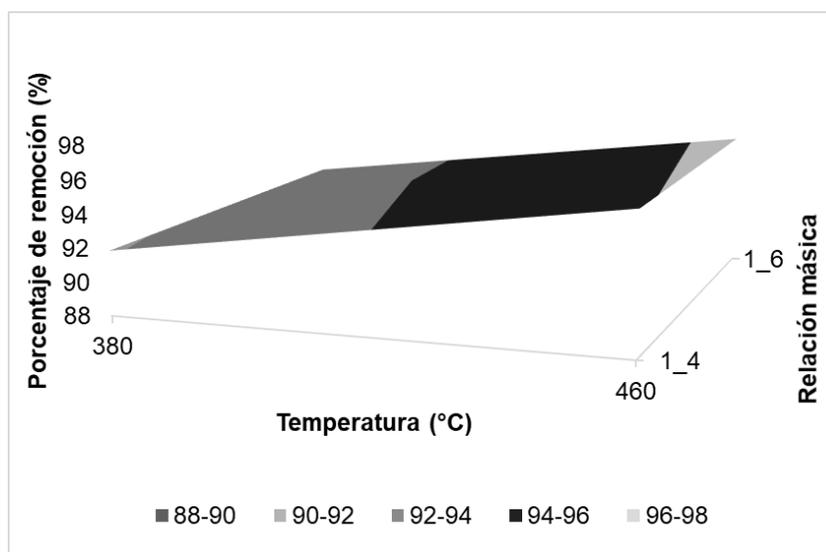
En las gráficas 8 y 9, se presentan el gráfico de superficie de la relación másica de precursor y la concentración inicial de la solución y la temperatura y la relación másica; en el proceso de remoción, los cuales se hallaron para el carbón obtenido con ácido fosfórico a temperatura de carbonización de 460°C y relación másica de 1:6 dado que fue el que obtuvo los mejores resultados. Donde se observa que el efecto que tiene aumentar la relación másica es despreciable independientemente de la concentración y la temperatura (aumento del porcentaje de remoción de 0.84%), es decir, que el proceso de adsorción del colorante RB46 con carbón activado, no se ve afectado significativamente por el proceso de activación al incrementar la relación másica. Sin embargo, incrementar la relación másica presupone aumentar los ingresos necesarios para obtener el carbón, por lo cual, se decide trabajar con la menor relación másica de 1:4.

Gráfica 6. Efecto de la concentración y relación másica en el porcentaje de adsorción



Fuente: elaboración propia

Gráfica 7. Efecto de la temperatura y relación másica en el porcentaje de adsorción



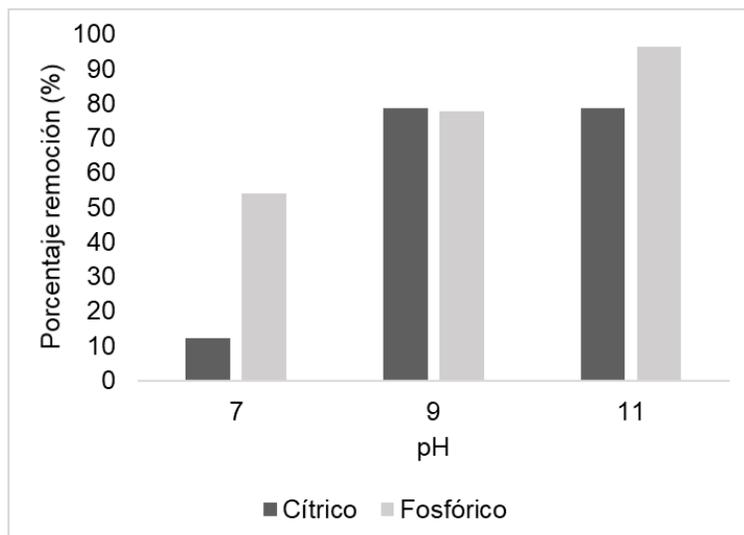
Fuente: elaboración propia

3.4.5 Dependencia del tipo de ácido. El carbón activado se obtuvo a partir de dos ácidos diferentes a la misma concentración (85%), ácido cítrico y ácido fosfórico; para observar la influencia de cada uno en el proceso de adsorción del RB46 en el tratamiento de aguas residuales de la industria textil se realizó un proceso de adsorción a concentración de 100 ppm con el carbón activado obtenido a

temperatura de carbonización de 460°C y relación másica 1:4, variando únicamente el tipo del ácido en la etapa de activación, como se muestra en la gráfica 10, se observa que el carbón activado con ácido fosfórico obtuvo mejor rendimiento en el proceso. Los pH a los que se realizó la adsorción fueron por encima del pH_{pzc} dado que como se estudió anteriormente, los pH básicos permitieron obtener mejores resultados de adsorción para los dos tipos de carbones activados.

Comparando los resultados obtenidos, la influencia que tiene el ácido en el proceso de remoción, depende del pH de cada uno, siendo el ácido fosfórico el más ácido de los dos (pH 1.0), lo cual tiene una influencia sobre la química superficial y la formación de grupos funcionales ácidos en la superficie del carbón activado, lo que permite una mejor capacidad de adsorción de compuestos catiónicos, además de esto, el ácido empleado en la etapa de activación genera un proceso de oxidación lo que permite que la polaridad de la superficie del carbón aumente, y debido a la formación de grupos funcionales, tales como ácidos carboxílicos, lactónicos y fenólicos, en la etapa de activación, los cuales, al encontrarse ionizados por el pH de la solución, permiten la formación de puentes de hidrógeno y favorecen las interacciones del adsorbato-adsorbente⁷².

Gráfica 8. Influencia del tipo de ácido en el porcentaje de adsorción



Fuente: elaboración propia

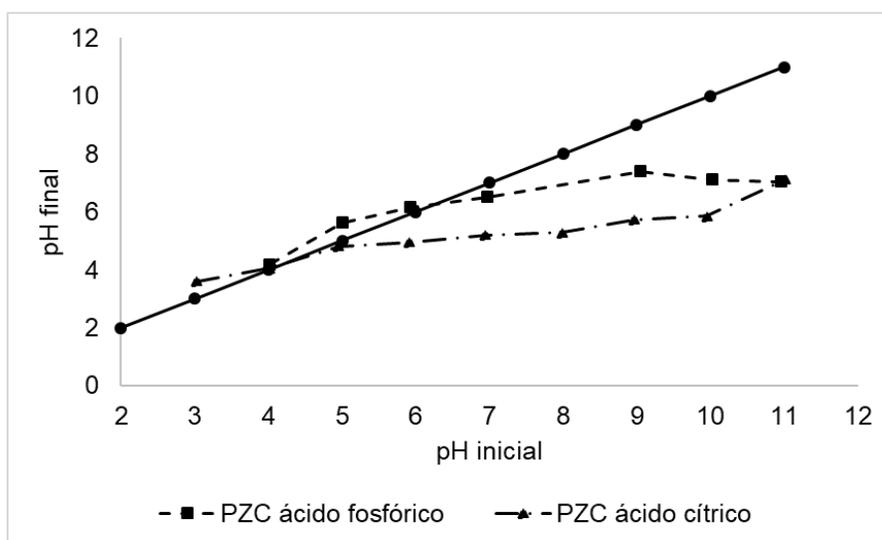
⁷² BERNAL, V.; GIRALDO, L. y MORENO-PIRAJÁN, J. C. Adsorción de compuestos fenólicos sobre carbones activados modificados químicamente: efecto del sustituyente en el anillo aromático en las interacciones carbón activado-adsorbato. 2017, vol. 74, nro. 579. [Consultado en]: 26 de Julio de 2020]

3.5 CARACTERIZACIÓN DEL CARBÓN ACTIVADO

Con el fin de comprobar que se obtuvo carbón activado comercial, se realizaron las pruebas de adsorción del colorante RB46 en solución acuosa, a partir de los cuales se realizaron las gráficas de isoterma de adsorción y el punto de carga cero pH_{pzc}.

3.5.1 pH punto de carga cero. En la gráfica 11 se muestra el pH_{pzc} para el carbón con ácido fosfórico y cítrico, respectivamente, para determinarlo se realiza la gráfica de pH final vs pH inicial y el punto de carga cero, será el punto en el cual se corte con la línea que tiene pendiente de 45°, esto se realiza con el fin de identificar el comportamiento de la carga superficial en función del pH. El parámetro del pH_{pzc} permite comprender la química superficial del carbón activado, más no permite determinar cuáles grupos funcionales se encuentran en la superficie del carbón, en el pH punto de carga cero, la concentración de H⁺ y OH⁻ es igual, debido a esto, la superficie del carbón es neutra.

Gráfica 9. pH_{pzc} carbón activado obtenido con ácido fosfórico y ácido cítrico.



Fuente: elaboración propia

Para obtener la gráfica 11 se realizó el proceso de adsorción del carbón activado obtenido a temperatura de carbonización de 460°C y relación másica de 1:6, para los carbonos activados mediante los dos ácidos estudiados. En este caso, se observa que el pH_{pzc} es 6.3 para el ácido fosfórico y 4.2 para el ácido cítrico, por lo cual, para mejorar el proceso de adsorción, es preferible trabajar con pH de solución superior al pH_{pzc} de cada carbón, con el objetivo de cargar su superficie forma negativa y sea capaz de adsorber al colorante catiónico RB46, esto se debe a que cuando el pH > pH_{pzc} se generan procesos de atracción electrostática entre el

adsorbato-adsorbente. En los anexos F y G se muestran los datos empleados para la obtención de la gráfica 11.

3.6 ANÁLISIS ESTADÍSTICO

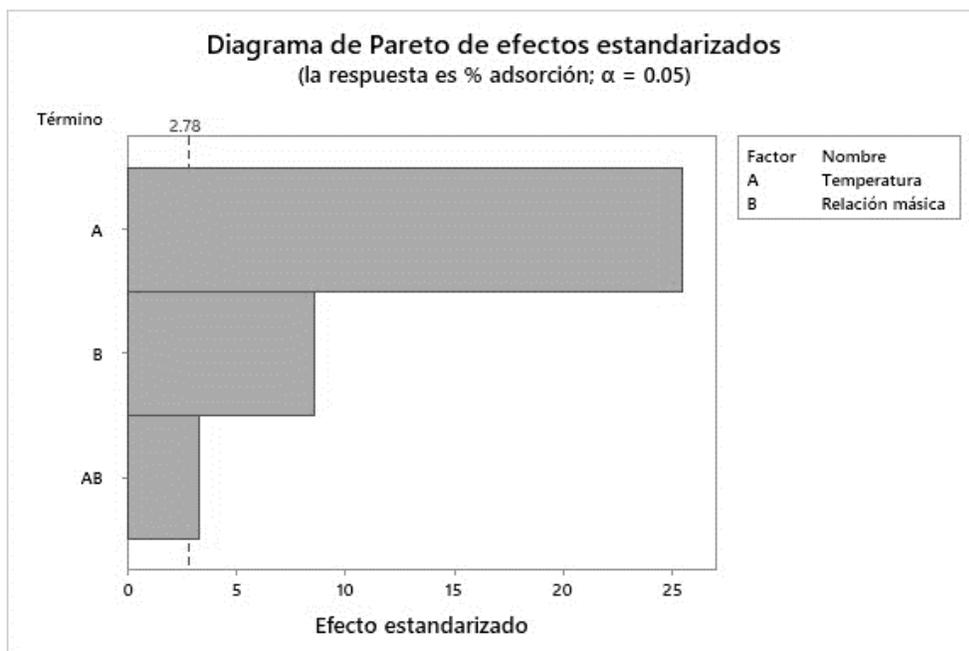
Se realizó en MINITAB el análisis del diseño de experimentos, con el objetivo de identificar las variables que tienen influencia significativa en el proceso de remoción del RB46, bajo las condiciones de temperatura, relación másica y pH expuestos anteriormente, teniendo en cuenta las réplicas del proceso de producción.

En el diagrama de Pareto mostrado en la gráfica 13, se observa que en el proceso de obtención del carbón activado, las variables temperatura y relación másica del promotor ácido en la etapa de activación, tienen efectos significativos en el proceso de adsorción, por lo cual, un cambio en alguna de las dos variables, representará un cambio en la variable respuesta (adsorción), lo cual se comprueba con el valor de $p < 0.05$ arrojado por el modelo. Sin embargo, la temperatura presenta mayor magnitud respecto a la relación másica, es decir, que es la variable que mayor relevancia tiene en el proceso, con el fin de observar si el efecto es positivo o negativo, es necesario observar los coeficientes de cada variable.

El modelo arroja resultados de coeficientes para cada variable y nivel, los cuales son positivos para la temperatura de 460°C y relación másica de 4, esto nos permite afirmar que estas condiciones, tienen un efecto positivo en el proceso de remoción, mientras que al disminuir la temperatura de carbonización y aumentar la relación másica en el proceso de activación, el coeficiente tiene signo negativo, lo cual, indica que estas condiciones disminuyen la variable respuesta. Sin embargo, el valor del coeficiente es ± 1.9633 y ± 0.6598 , para la temperatura y la relación másica, respectivamente, lo que denota que la temperatura de carbonización tiene una mayor significancia en la variable de adsorción, adicionalmente, la relación entre ambas variables es de ± 0.2550 , por lo cual, su relación es despreciable. El error del cálculo de este coeficiente es de 0.0771, por lo cual, la precisión del mismo es elevada.

El modelo resultante, obtuvo una desviación estándar de 0.2182, lo que permite afirmar que el modelo describe precisamente la variable de respuesta, con un ajuste del modelo de 99.46%. Dado a ello, se rechaza la hipótesis nula y se acepta la hipótesis alternativa, la cual asegura que el carbón activado obtenido partiendo de fique permite remover el colorante RB46 del agua.

Gráfica 10. Diagrama de Pareto en función de la temperatura y la relación másica



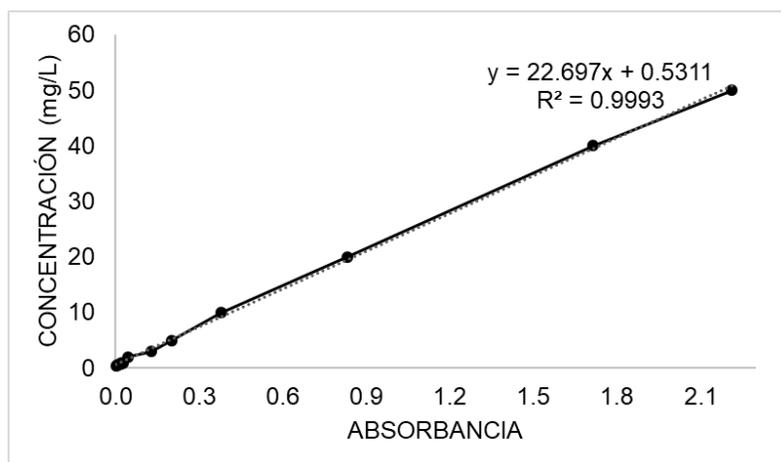
Fuente: elaboración propia

3.7 CUANTIFICACIÓN DE ADSORCIÓN

3.7.1 Calibración Para determinar el porcentaje de adsorción se realizó la calibración del espectro UV-vis en el equipo llamado Thermo Scientific espectrofotómetro UV-Vis GENESYS 10 s, el cual se calibró con un blanco de agua destilada y se realizó la lectura a concentraciones entre 0.4-50 ppm de RB46, donde se obtuvo la gráfica 14, la cual permite leer la concentración final con base en un dato de absorbancia, los datos empleados se encuentran en el anexo A.

El rango de luz visible se encuentra entre 780-380 nm, el valor de longitud de onda en el cual se observa el colorante RB46 es de 532 nm, El espectrofotómetro incide con un haz de luz, el colorante absorbe parcialmente esta radiación, lo que hace que se produzca una transición entre los niveles energéticos de la sustancia, hasta alcanzar un estado de excitación, finalmente la radiación restante se transmite en función de la cantidad de la sustancia que se encuentra presente.

Gráfica 11. Calibración espectro UV-vis



Fuente: elaboración propia

Para poder realizar la lectura en el espectrofotómetro se debe realizar el proceso de filtración, con el fin de evitar que la muestra presente partículas de carbón activado que afectan la lectura realizada por el equipo, a continuación, se presenta el montaje empleado para este en la figura 19.

Figura 19. Montaje de filtración para espectrofotómetro.

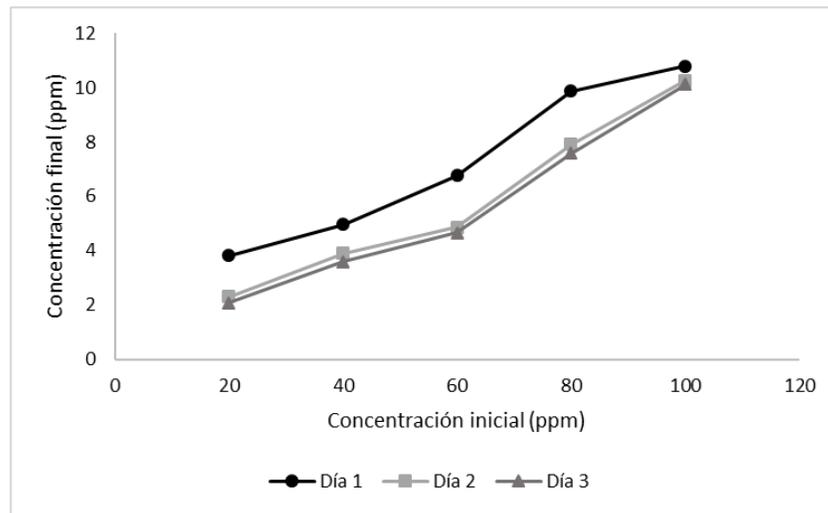


Fuente: elaboración propia.

Para llevar a cabo el proceso de adsorción, es importante determinar las condiciones de equilibrio, para lo cual fue necesario observar el comportamiento del carbón en el proceso de adsorción con el paso del tiempo, hasta observar que no se presentaran cambios significativos en las concentraciones finales, el cual se va a evidenciar cuando el cambio en la concentración final no sea superior al 5%, bajo condiciones de pH de 10 (obtenido experimentalmente) y agitación constante de

500 RPM, asegurando además que la temperatura a la que se lleva el proceso permanece constante en el tiempo y que estas son iguales para todos los experimentos realizados, pasando el primer día, se filtra la solución y se realiza la lectura de la absorbancia, de igual forma en los días 2 y 3 hasta observar que no se presentan variaciones en la concentración final. A continuación, se presenta la gráfica 15 en la cual se muestra el cambio en la concentración para los tiempos estudiados del carbón activado obtenido bajo a relación másica 1:4 y temperatura de carbonización de 380°C entre los días 1,2 y 3. En el anexo K se presentan los datos de absorbancia arrojados por el equipo para cada día.

Gráfica 12. Cambio en la concentración final en el tiempo



Fuente: elaboración propia.

Una vez se encuentra el tiempo necesario para que el carbón alcance las condiciones de equilibrio, se lleva a cabo el proceso de adsorción para todos los carbones establecidos en el diseño de experimentos, con un tiempo establecido de 2 días, dado que se observa que no se presenta cambios en la concentración final entre los días 2 y 3. Dando como resultado la tabla 6 en la que se presentan los datos de absorbancia para cada carbón y su réplica; gracias a los datos arrojados por el espectrofotómetro se puede hallar la concentración final en equilibrio de las soluciones problema mediante la calibración realizada anteriormente.

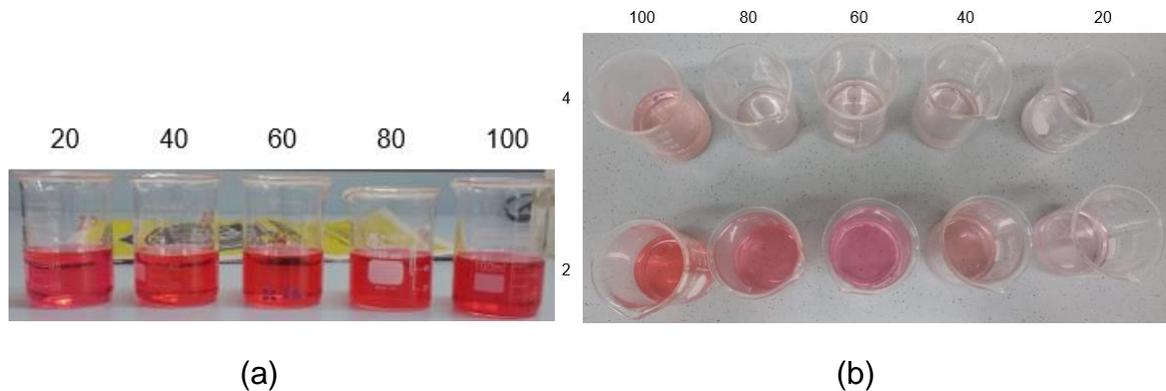
Tabla 6. Datos de absorbancia carbón activado con ácido fosfórico bajo condiciones de equilibrio.

CARBÓN/Ci	ABSORBANCIA				
	20	40	60	80	100
1	0.073	0.136	0.192	0.318	0.418
2	0.058	0.115	0.165	0.246	0.348
3	0.035	0.075	0.084	0.151	0.176
4	0.025	0.062	0.073	0.102	0.162
5	0.081	0.125	0.212	0.301	0.402
6	0.050	0.095	0.142	0.260	0.323
7	0.026	0.068	0.078	0.230	0.148
8	0.023	0.059	0.070	0.120	0.157

Fuente: elaboración propia

La figura 20 presenta los resultados cualitativos resultantes del carbón activado, en concentraciones de 100 a 20 ppm del carbón 4 y 2. Donde se observa una mejor remoción por parte del carbón 4. Con el objetivo de determinar las concentraciones finales del colorante en la solución, se empleó el método de espectroscopia UV-VIS, mediante la calibración obtenida presentada en la gráfica 14.

Figura 20. Resultados de remoción de RB46. Condiciones iniciales (a). Remoción carbonos (b).



Fuente: elaboración propia

3.7.2 Isotermas de adsorción. Las isotermas de adsorción representan el equilibrio termodinámico entre el soluto adsorbido y el soluto en solución, por lo que es dependiente de la temperatura y se debe asegurar que esta es constante en todo el proceso de adsorción. Esta variable afecta el equilibrio porque las interacciones entre los grupos funcionales de la superficie y la molécula del contaminante depende de la temperatura, por lo tanto, un incremento o disminución de esta, pueden impactar positivamente debido a que los iones en la solución poseen mayor energía, permitiendo que mayor cantidad de iones puedan intercambiarse sobre la superficie del sólido; o negativamente en el proceso debido a que la energía

vibracional de las moléculas de RB46 aumenta con la temperatura, lo que a su vez genera un incremento en la energía para que estas sean capaces de vencer las fuerzas de atracción de van der Waals y se desorban de la superficie, también se pueden presentar casos, donde el un cambio en esta variable no presuponga un efecto en el proceso.

El proceso de adsorción se presenta desde el macrotransporte y microtransporte hasta llegar a la adsorción, donde el colorante se adhiere a los mesoporos y microporos del carbón activado.⁷³ Las isotermas se utilizan para determinar la capacidad teórica de adsorción que puede llegar a obtener el carbón activado. Para ello se determina la cantidad de materia adsorbida en función de la concentración que posee el colorante RB46, todo lo anterior teniendo en cuenta que las adsorciones se realizan bajo las mismas condiciones de temperatura y pH.⁷⁴

Para observar el comportamiento entre el carbón activado y el colorante RB46 se realizan las isotermas de Langmuir y Freundlich. Estas se obtuvieron mediante la linealización de Langmuir y Freundlich, los datos empleados para obtenerlo se encuentran en el anexo B y C, respectivamente.

A continuación, se va a explicar detalladamente la metodología empleada para hallar las isotermas, comenzando por conocer los datos de concentración en equilibrio de la solución problema, las cuales después de realizar la lectura de absorbancia presentada en la tabla 6, se realiza la lectura de la concentración final con ayuda de la calibración obtenida mostrada en la gráfica 14, pasado los 2 días necesarios para que esta llegue al equilibrio. Dando como resultado la tabla 8, donde se presentan las concentraciones finales de RB46 en la solución, bajo condiciones de temperatura constante de 30°C y pH inicial de 10, agitación constante de 500 RPM y 2 días de adsorción.

⁷³ NIEVES, Abril. BÁRCENA, Antonio. FERNÁNDEZ, Emilio. GALVÁN, Aurora. JORRÍN, Jesús. PEINADO, José. TORIBIO, Fermón. TÚNEZ, Isaac. Espectrofotetría: Espectros de absorción y cuantificación colorimétrica de biomoléculas. Campus Universitario de Rabanales. [Consultado en: 25, Junio, 2020] [en línea] En: https://www.uco.es/dptos/bioquimica-biolmol/pdfs/08_ESPECTROFOTOMETRIA.pdf

⁷⁴ HINCAPIÉ MEJÍA, Gina; CARDONA CUERVO, Sebastián y RÍOS, Luis Alberto. Absorption thermodynamic study of azoic dye with by means of a lignocellulosic waste in aqueous medium. *Ingeniería y Desarrollo*. 2018, vol. 36, nro. 1. pp. 97-118. [Consultado en: 24 Junio, 2020] [en línea] En: http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0122-34612018000100097

Tabla 7. Concentración final de RB46 en la solución.

CARBÓN/CI	C_{final} (mg/L)				
	20	40	60	80	100
1	2.188	3.618	4.889	7.749	10.018
2	1.848	3.141	4.276	6.115	8.430
3	1.325	2.233	2.438	3.958	4.526
4	1.099	1.938	2.188	2.846	4.208
5	2.370	3.368	5.343	7.363	9.655
6	1.666	2.687	3.754	6.432	7.862
7	1.121	2.074	2.301	5.751	3.890
8	1.053	1.870	2.120	3.255	4.095

Fuente: elaboración propia

Una vez se tienen los datos de la concentración en equilibrio, se debe hallar la cantidad de RB46 adsorbida en el equilibrio q_e (mg/g) mediante la ecuación 6. Teniendo en cuenta que se realizó la adsorción en 50 mL de agua destilada con 0.1 g de carbón activado.

Ecuación 7. Cantidad de colorante adsorbida

$$q_e = \frac{V * (C_i - C_e)}{m}$$

Fuente: HO, Yuh-Shan. Selection of optimum sorption isotherm. *Carbon*. 2004, vol. 42, nro. 10. p. 2116. [Consultado en]: 22 de Julio de 2020.

Donde

V = Volumen de solución en L

C_i =Concentración inicial de RB46 en la solución en mg/L

C_e =Concentración final de RB46 en la solución en mg/L

m = masa de carbón activado en adsorción en g

Lo que nos permite obtener la tabla 9, donde se muestra la cantidad de RB46 adsorbida en el equilibrio en mg/g.

Tabla 8. Cantidad de RB46 adsorbida en el equilibrio en mg/g

CARBÓN/Cl	qe (mg/g)				
	20	40	60	80	100
1	8.906	18.191	27.556	36.126	44.991
2	9.076	18.429	27.862	36.943	45.785
3	9.337	18.883	28.781	38.021	47.737
4	9.451	19.031	28.906	38.577	47.896
5	8.815	18.316	27.329	36.319	45.172
6	9.167	18.656	28.123	36.784	46.069
7	9.439	18.963	28.849	37.124	48.055
8	9.473	19.065	28.940	38.373	47.953

Fuente: elaboración propia

Posteriormente se debe adecuar los datos para realizar los datos, cabe aclarar que, a partir de aquí, se van a mostrar los resultados para el carbón 4 (relación másica 1:6 y temperatura de carbonización de 460°C), debido a que fue el que mejores resultados de adsorción presentó. Para la Linealización de Langmuir se trabaja con la ecuación 7.

Ecuación 8. Linealización isoterma de Langmuir

$$\frac{1}{q_e} = \frac{1}{q_{m\acute{a}x} * K_l * C_e} + \frac{1}{q_{m\acute{a}x}}$$

Fuente: HO, Yuh-Shan. Selection of optimum sorption isotherm. *Carbon*. 2004, vol. 42, nro. 10. p. 2116. [Consultado en]: 22 de Julio de 2020.

Dando como resultado la tabla10, en las cuales se sacó el inverso de los valores obtenidos en las tablas 8 y 9 para todas las concentraciones 20-100 ppm, con el fin de obtener la gráfica de linealización y determinar los parámetros de adsorción.

Tabla 9. Linealización de Langmuir para el carbón 4

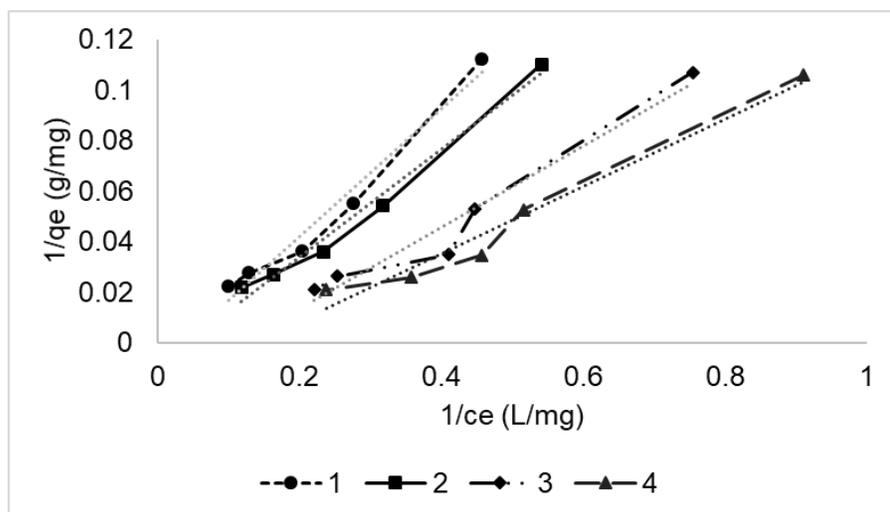
$1/c_e$	$1/q_e$
0.910	0.106
0.516	0.053
0.457	0.035
0.351	0.026
0.238	0.021

Fuente: elaboración propia

A continuación, se encuentra la linealización de Langmuir para los cuatro carbones, dando como resultado la gráfica 16, la cual se halló graficando la ecuación 7, permitiendo encontrar los parámetros de capacidad de adsorción teórica máxima $q_{m\acute{a}x}$ (mg/g), siendo este el inverso del intercepto y k_L (L/mg) que no arroja un resultado de la intensidad de adsorción, es el inverso del producto entre $q_{m\acute{a}x}$ y la pendiente del modelo.

Para el carbón 4 se obtuvo un valor de intercepto de -0.0179 y una pendiente de 0.1330, lo que nos permite identificar que el modelo no tiene sentido fíísico al tener valores de intercepto negativos, es por esta razón, que bajo el criterio explicado en el libro del Fogler, el modelo no se puede aceptar, dado que significaría que el proceso tiene una capacidad de adsorción negativa.

Gráfica 13. Linealización de isoterma de Langmuir

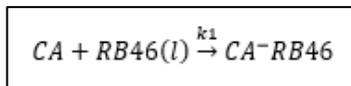


Fuente: elaboración propia

Para describir el modelo de adsorción se empleó el método de Langmuir-Hinshelwood para una reacción heterogénea irreversible de RB46, a continuación, se describe el paso a paso del modelo

La reacción general es la presentada en la ecuación 9 donde podemos observar que ingresa carbón activado con superficie neutra, debido al lavado previo y la caracterización del pH del extracto acuoso, el cual se pone en contacto con una solución de RB46 en estado líquido, dando como resultado un carbón activado cargado negativamente en su superficie (debido al pH 10)

Ecuación 9. Reacción de adsorción del RB46 en el carbón activado

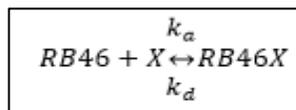


Fuente: elaboración propia

El proceso de Langmuir-Hinshelwood se usa para describir el mecanismo de adsorción del colorante RB46 en el carbón activado. Para comenzar, se debe proponer el mecanismo de adsorción y definir la etapa controlante, el cual se presenta en la ecuación 10.

1. Proceso de adsorción del colorante RB46 en estado líquido, asumiendo que la reacción superficial es la controlante

Ecuación 10.
Mecanismo de adsorción en sitios activos.



Fuente: elaboración propia

Donde

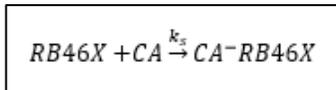
K_{RB46} es la constante en equilibrio de A

k_a es la constante de adsorción

k_d es la constante de desorción

El proceso se describe por la adsorción de RB46 en los sitios activos (X) del carbón activado, donde se genera un intermedio que denominamos $RB46X$, que es el colorante ocupando el sitio activo X. Este intermedio reacciona con la superficie dando como resultado la reacción superficial mostrada a continuación

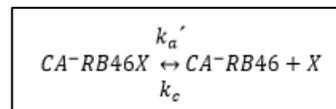
Ecuación 11. Reacción superficial del RB46.



Fuente: elaboración propia

Luego de realizada la reacción superficial, el intermedio CA^-RB46X realiza un proceso de desorción del colorante RB46 desde el carbón, a la solución acuosa, la ecuación 12 describe el proceso:

Ecuación 12. Reacción de desorción del RB46.



Fuente: elaboración propia

De este modo, obtenemos la ecuación de velocidad para el proceso de adsorción, dando como resultado la ecuación 13

Ecuación 13. Velocidad de adsorción del RB46.

$$r_s = k_s C_{RB46X} P_B$$

Fuente: elaboración propia

2. El segundo paso, consiste en describir las condiciones de equilibrio, donde se afirma que la velocidad de adsorción es igual a la velocidad de desorción. Partiendo de $r_a=r_d$ y $r_c=r_d$, dando como resultado la ecuación 14 y 15

Ecuación 14. Condiciones de equilibrio para la adsorción del RB46

$$k_a P_{RB46} C_V = k_d C_{RB46X}$$

Fuente: elaboración propia

Ecuación 15. Condiciones de equilibrio para la desorción del RB46

$$k_c P_{CA^{-}RB46} C_V = k_d C_{CA^{-}RB46X}$$

Fuente: elaboración propia

Donde C_V es la concentración de RB46 en los sitios activos y P_{RB46} es la presión parcial del colorante en el carbón y $P_{CA^{-}RB46}$ es la presión parcial del colorante en la solución. Con el fin de conocer cuál es la concentración del colorante adsorbido por el carbón, se genera un despeje de la ecuación 14 y para conocer la concentración de colorante desorbido se despeja la ecuación 15, dando como resultado las ecuaciones 16 y 17 respectivamente.

Ecuación 16. Concentración de RB46 en la superficie del carbón.

$$C_{RB46X} = \frac{k_a P_{RB46} C_V}{k_d}$$

Fuente: elaboración propia

Ecuación 17. Concentración de RB46 en la solución.

$$C_{CA^{-}RB46X} = \frac{k_c P_{CA^{-}RB46} C_V}{k_d}$$

Fuente: elaboración propia

y sabiendo que $K_{RB46} = \frac{k_a}{k_d}$ y $K_{CA^{-}RB46} = \frac{k_c}{k_d}$ se obtiene como resultado las ecuaciones 18 y 19.

Ecuación 18. Concentración de RB46 en la superficie del carbón despejada.

$$C_{RB46X} = K_{RB46} P_{RB46} C_V$$

Fuente: elaboración propia

Ecuación 19. Concentración de RB46 en la solución despejada.

$$C_{CA^-RB46X} = K_{CA^-RB46} P_{CA^-RB46} C_V$$

Fuente: elaboración propia

3. Finalmente, se realiza el balance de los sitios activos del carbón activado, el cual se presenta en la ecuación 20, donde se expresa que los sitios activos totales se dividen en los sitios vacíos del carbón y los que se encuentran ocupados por las moléculas de RB46 adsorbidas y desorbidas, dando como lugar a la ecuación 20.

Ecuación 20. Balance general de los sitios totales activos.

$$C_T = C_V + C_{RB46X} + C_{CA^-RB46X}$$

Fuente: elaboración propia

Reemplazando en la ecuación 21 por las ecuaciones 18 y 19 obtenemos que los sitios totales están descritos por:

Ecuación 21. Balance detallado de los sitios totales activos

$$C_T = C_V + K_{RB46} P_{RB46} C_V + K_{CA^-RB46} P_{CA^-RB46} C_V$$

Fuente: elaboración propia

Realizando agrupación de términos obtenemos la ecuación de los sitios totales en el carbón activado en la ecuación 22:

Ecuación 22. Sitios totales del carbón activado

$$C_T = C_V * (1 + K_{RB46}P_{RB46} + K_{CA^{-}RB46}P_{CA^{-}RB46})$$

Fuente: elaboración propia

Despejamos la concentración de los sitios activos vacíos, dando como resultado la ecuación 23.

Ecuación 23. Sitios vacíos presentes en el carbón activado

$$C_V = \frac{C_T}{1 + K_{RB46}P_{RB46} + K_{CA^{-}RB46}P_{CA^{-}RB46}}$$

Fuente: elaboración propia

Para conocer los sitios totales (C_T), se realiza el área superficial BET, y con el fin de conocer la constante de adsorción en el equilibrio, se realiza el modelo de Langmuir, la cual se establece a una temperatura constante de 30°C.

Una vez finalizado el proceso de adsorción, se obtiene la ecuación 24, que surge de realizar el reemplazo de la ecuación 23 en la ecuación 18, dando como resultado, la concentración de RB46 en el carbón activado luego de realizar el proceso de adsorción.

Ecuación 24. Concentración total del RB46 en la superficie del carbón.

$$C_{RB46X} = K_{RB46}P_{RB46} \left(\frac{C_T}{1 + K_{RB46}P_{RB46} + K_{CA^{-}RB46}P_{CA^{-}RB46}} \right)$$

Fuente: elaboración propia

La cual tendrá una velocidad de adsorción de

Ecuación 25. Velocidad de adsorción del RB46 en el carbón activado

$$r_S = K_S \left(K_{RB46}P_{RB46}P_B \left(\frac{C_T}{1 + K_{RB46}P_{RB46} + K_{CA^{-}RB46}P_{CA^{-}RB46}} \right) \right)$$

Fuente: elaboración propia

Que después de agrupar términos, permite obtener la ecuación 26

Ecuación 26. Velocidad de adsorción de RB46 en el carbón activado resumida.

$$r_S = \frac{K_S K_{RB46} P_{RB46} P_B C_T}{1 + K_{RB46} P_{RB46} + K_{CA^-RB46} P_{CA^-RB46}}$$

Fuente: elaboración propia

Finalmente, se obtiene que el esquema de reacción es el siguiente: Las moléculas del colorante RB46 se adsorben sobre la superficie del carbón activado (9), este al entrar en los sitios activos del carbón activado; los cuales son de carácter básico por la presencia de grupos funcionales carboxilos, reacciona dando lugar a la formación de intermediarios (10), estos intermediarios de la reacción se desorben hacia la solución acuosa (12) y allí reaccionan con otras moléculas de RB46 disueltas en el agua, formando nuevos intermediarios de reacción, los cuales se difunden hacia el carbón reaccionando con esta y modificándola químicamente.

Debido a que el modelo de Langmuir se rechaza, se realiza la Linealización para el modelo de Freundlich, empleando la ecuación 27.

Ecuación 27. Linealización de Freundlich

$$\ln(q_e) = \ln(K_F) + \frac{\ln(C_e)}{n}$$

Fuente: HO, Yuh-Shan. Selection of optimum sorption isotherm. *Carbon*. 2004, vol. 42, nro. 10. p. 2116. [Consultado en]: 22 de Julio de 2020.

Donde:

K_F = Constante de adsorción relativa a la capacidad de adsorción del adsorbente (L/g)

q_e = Cantidad de adsorción en el equilibrio (mg/g)

C_e = Concentración del adsorbato en el equilibrio (mg/L)

n = Constante adimensional

Para obtener la gráfica de linealización y predecir si el modelo se ajusta, es necesario adecuar los datos de la tabla 8 y 9 mediante la aplicación de logaritmo natural, obteniendo de este modo la tabla 11, que presenta los datos empleados para el carbón 4.

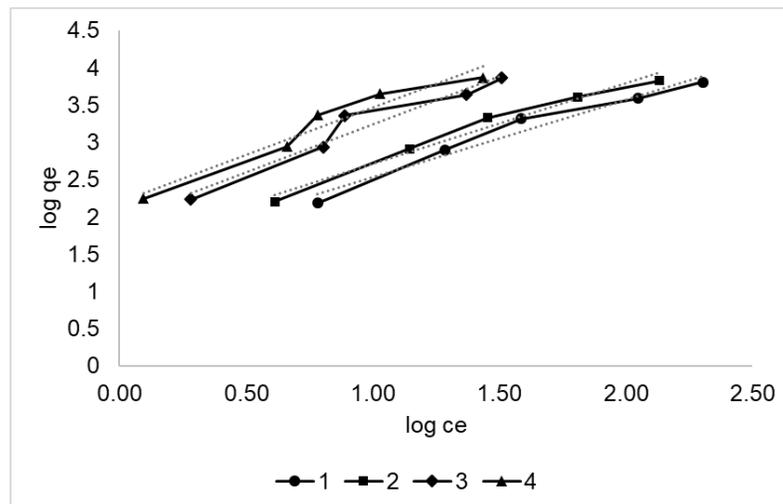
Tabla 10. Linealización de Freundlich para el carbón 4

$\ln (ce)$	$\ln (qe)$
0.094	2.246
0.662	2.946
0.783	3.364
1.046	3.653
1.437	3.869

Fuente: elaboración propia

Una vez se obtienen estos datos, se obtiene la gráfica 17, en la cual se presentan los datos para todos los carbones activados. El parámetro k_F nos permite cuantificar la adsorción se halla como el exponente de la intersección del eje, que en este caso tuvo un valor de 9.021, mientras que la constante adimensional n se halla mediante el inverso de la pendiente, y nos permite identificar la intensidad de adsorción, dando como resultado un valor de 0.792 para el carbón número 4, lo que permite afirmar que los parámetros tienen sentido físico y el modelo se puede aceptar.

Gráfica 14. Linealización isoterma de Freundlich



Fuente: elaboración propia

A continuación, se presenta en la tabla 12, el resumen con los datos obtenidos por ambas isotermas de adsorción para todos los carbones, los cuales se hallaron de

igual forma que con el carbón 4. Donde podemos observar que el modelo de Langmuir obtuvo un ajuste R^2 alto, sin embargo, los parámetros de adsorción no se ajustaron para ninguno de los carbones estudiados, por otro lado, el modelo de Freundlich presentó un menos ajuste de R^2 comparado con el modelo de Langmuir, pero los parámetros tienen sentido físico. Con el fin de aceptar un modelo, es importante verificar no sólo que el R^2 sea un valor cercano a la unidad, sino que los parámetros tengan sentido físico (sean positivos), tal como lo explica Fogler en su libro de reacciones químicas⁷⁵.

Tabla 11. Resumen isotermas de adsorción

ISOTERMA	CARBÓN			
LANGMUIR	1	2	3	4
PARAMETRO				
kL (L/mg)	-0.033	-0.041	-0.117	-0.134
Qmáx (mg/g)	-120.733	-113.222	-53.146	-56.016
r^2	0.970	0.928	0.957	0.970
FREUNDLICH	1	2	3	4
kF (mg/g)(L/g)	4.456	5.142	7.122	9.021
n	0.962	0.930	0.782	0.792
r^2	0.965	0.977	0.950	0.947

Fuente: elaboración propia

Debido a que el modelo que se ajusta es el de Freundlich, se presenta la gráfica resultante de este modelo para el carbón, con el fin de observar su comportamiento en el modelo de adsorción, empleando la ecuación 28 para hallar la cantidad de RB46 adsorbido q_e y la concentración en equilibrio mostrada en la tabla 8. En el anexo D se presenta los datos empleados para su construcción

⁷⁵ FOGLER, H. Scott. Essentials of Chemical Reaction Engineerin 4th ed. En West Ford, Massachusetts, Pearson Education, 2006, p. 739. [Consultado en]: 20 de Junio de 2020]

Ecuación 28. Cantidad de adsorción en el equilibrio

$$q_e = K_F C_e^{1/n}$$

Fuente: LAZO, José C., *et al.* Síntesis y caracterización de arcillas organofílicas y su aplicación como adsorbentes del fenol. Revista de la Sociedad Química del Perú. 2008, vol. 74, nro. 1. pp. 3-19. [Consultado en]: 20 de Junio de 2020.

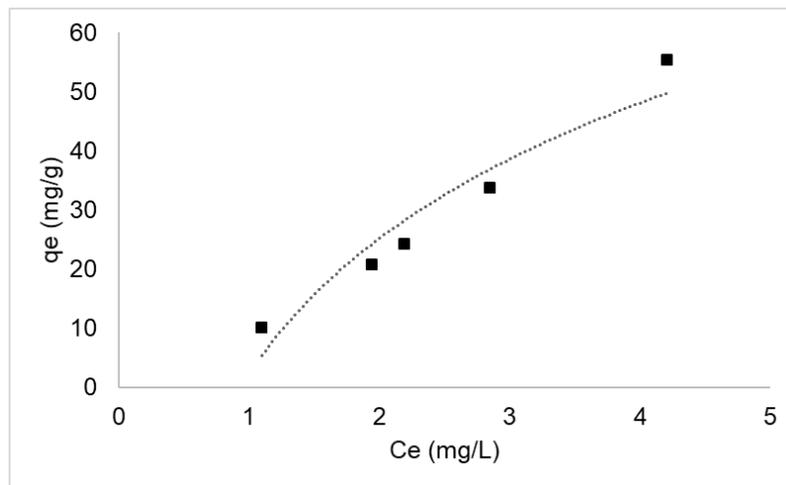
Donde:

q_{max} = Capacidad máxima de adsorción teórica

q_e = Cantidad de adsorción en el equilibrio

K_L = Constante de adsorción

Gráfica 15. Isoterma de Freundlich correspondiente a carbón 4



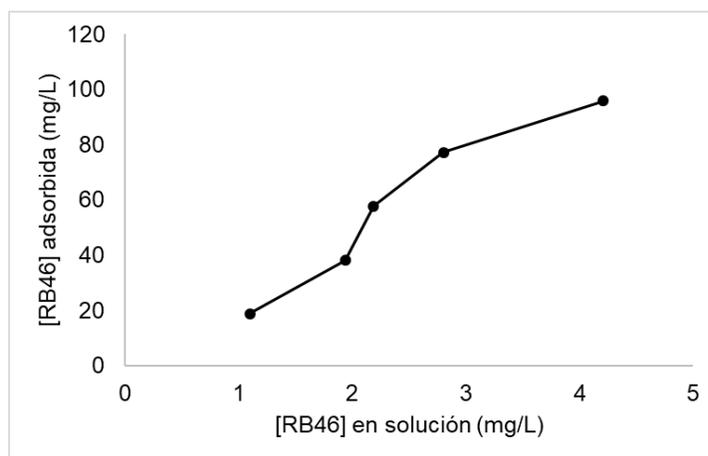
Fuente: elaboración propia

El modelo de Freundlich permite afirmar que la adsorción se realiza de forma heterogénea donde el parámetro n permite predecir la heterogeneidad, además de que si este es menor a 1, afirma que la adsorción es de forma química, el modelo

aportó una constante K_f de 9.021 (mg/g)/(L/g) el cual es un indicativo de la capacidad de adsorción.

A continuación, se presenta la isoterma de adsorción según la clasificación de Giles⁷⁶, de esta, es importante resaltar que la pendiente da cuenta de la facilidad con la que las moléculas del adsorbato pueden llegar a encontrar sitios vacíos en la superficie. Lo anterior se debe en parte a que la pendiente disminuye o se vuelve nula gracias a la saturación que se tiene en la superficie del adsorbente. Es posible afirmar que se asemeja a una isoterma tipo S, caracterizada por poseer un punto de inflexión donde se observa que la pendiente aumenta en un principio con la concentración.⁷⁷ Los datos empleados para su construcción se encuentran en el anexo K.

Gráfica 16. Isotherma de adsorción RB46



Fuente: elaboración propia

⁷⁶ GILES, Charles H.; SMITH, David y HUITSON, Alan. A general treatment and classification of the solute adsorption isotherm. I. Theoretical. Journal of colloid and interface science. 1974, vol. 47, nro. 3. pp. 755-765

⁷⁷ ARROYO, Laura. RUIZ, Diana. DETERMINACIÓN DE LA CINÉTICA DE ADSORCIÓN DE CLORUROS DE VERTIMIENTOS DEL SECTOR AGRÍCOLA CULTIVOS ENERGÉTICOS, SOBRE CARBÓN ACTIVADO COMERCIAL. [Consultado en: 29, Junio, 20202] [En línea] En: <http://repository.uamerica.edu.co/bitstream/20.500.11839/6840/1/6132135-2018-2-IQ.pdf>

4. EFICIENCIA DEL PROCESO DE PRODUCCIÓN DE CARBÓN ACTIVADO

Se evaluó la eficiencia del proceso de obtención del carbón activado a partir de fique, bajo las condiciones de temperatura de carbonización y pH, que favorecen la remoción del colorante RB46, en el proceso de activación y carbonización. El rendimiento del proceso se define como la masa de materia prima (fique) alimentada al proceso de fabricación del carbón, con respecto a la cantidad de carbón activado que se obtiene en el proceso.

Con el fin de obtener el rendimiento, se evaluó el carbón con mejores resultados arrojados en las pruebas de adsorción y en las isothermas de adsorción.

4.1 ACTIVACIÓN

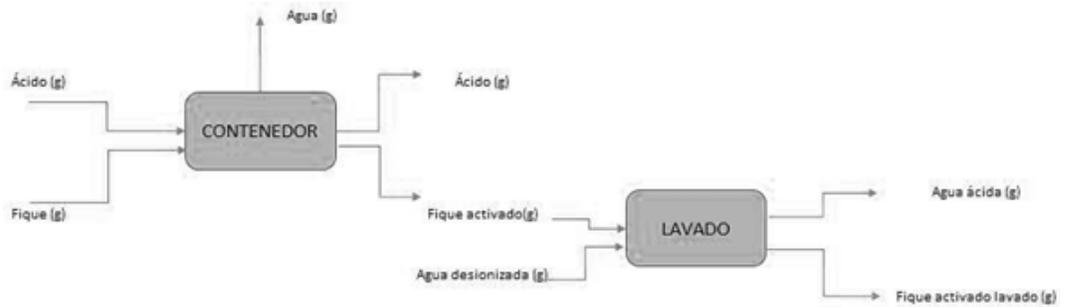
A continuación, se va a presentar el rendimiento de la etapa de activación, la cual se va a dividir en el balance de masa con, el objetivo de detallar cuáles son y cuál es la cantidad de material que ingresa en esta y conocer cuál es la cantidad que sale de producto intermedio, que procederá a la etapa de carbonización, una vez con este se procede a calcular la eficiencia de la etapa tal como se explicó al inicio del capítulo. En esta etapa no se esperan pérdidas elevadas, ya que el proceso consiste en impregnar y lavar el material, posterior a pasado el tiempo de contacto del material con su precursor químico.

Es importante determinar el balance de masa y la eficiencia del proceso, con el objetivo de identificar las razones que disminuyen la eficiencia de la etapa y precisar cómo se puede mejorar el proceso con la finalidad de disminuir las pérdidas.

4.1.1 Balance de masa. En el proceso de activación se realiza la impregnación de la materia prima lignocelulósica con un precursor ácido, el cual favorecerá en el proceso de carbonización, la formación de poros, y permitirá modificar la química superficial del carbón activado, generando en la superficie del mismo la formación de compuestos ácidos. La reacción generada y el diagrama de proceso se muestran a continuación bajo las condiciones como se muestra en la tabla 7.

El balance se realizó con base en el carbón activado que obtuvo mejor eficiencia en el proceso de remoción, en el cual ingresa fique previamente lavado y secado, al cual se pone en contacto con el precursor químico (Ácido fosfórico) en relación másica 1:6, pasado el tiempo de activación se obtiene pequeñas fracciones de agua, ácido fosfórico que no es absorbido por el fique y el fique activado que ingresará al proceso de carbonización, posteriormente de adecuar el pH del extracto acuoso mediante lavados sucesivos con agua destilada, para evitar efectos negativos en el proceso de remoción. El esquema general de la etapa de activación se ilustra en la gráfica 20.

Gráfica 17. Balance de masa para la activación del fique



Fuente: elaboración propia

Ecuación 29. Balance etapa de activación

$$\begin{aligned}
 m_h + m_f &= m_h + m_a + m_{fa} \\
 m_{fa} + m_{ad} &= m_{ac} + m_{fl}
 \end{aligned}$$

Fuente: elaboración propia

Donde:

m_a = masa de agua

m_h = masa de ácido

m_f = masa de fique

m_{fa} = masa de fique activado

m_{ad} = masa de agua desionizada

m_{ac} = masa de agua ácida

m_{fl} = masa de fique activado y lavado

La tabla 13 presenta el balance global de masa resultante, teniendo en cuenta que en el lavado se tienen pérdidas de 0.83% en masa de fique, que quedan en el filtro cuando se realiza el lavado a vacío, además, el agua se calcula por diferencia en la primera etapa.

Tabla 12. Balance de masa para la activación química

Corriente	Entrada (g/h)	Salida (g/h)
Fique (s)	3	-
Ácido fosfórico (l)	12	1.700
Agua (g)	-	0.072
Agua (l)	3000	3010.228
Fique activado lavado (s)	-	2.982
TOTAL	3015	3014.982

Fuente: elaboración propia

Luego de observar que se tiene un flujo de ácido fosfórico a la salida del proceso, se puede realizar una recirculación de este agente activante para ser utilizado en otros tratamientos químicos que requieran de este mismo tipo de ácido a altas concentraciones, dado el hecho de que el ácido no interactuó con otro reactivo, por lo tanto, su naturaleza a la salida del proceso es la misma que a la entrada⁷⁸.

Parte del fique que se pierde durante la activación química es un resultado inerte al momento de la impregnación con el precursor ácido, y también se debe al material que puede perderse luego del lavado con agua des ionizada.

4.1.2 Eficiencia. Para determinar la eficiencia del proceso, se tuvo en cuenta el balance global, en el cual se observa un rendimiento cercano al 99% en todos los carbones activados y sus réplicas, tal como se puede observar en la tabla 14. Sin embargo, el rendimiento se ve afectado por el tiempo de contacto entre el promotor con ácido fosfórico y la materia prima. En tiempos superiores a 6 horas, se obtuvo una reducción de la eficiencia del 7%, debido a la concentración del ácido (85%), el cual incrementa la volatilización de la materia orgánica, esta también aumenta dependiendo de la relación másica del precursor por lo cual se disminuyó el tiempo de contacto entre ambos a 4 horas.

A continuación, se presenta la tabla de resumen del rendimiento de cada carbón activado:

⁷⁸ SEVILLA, U. Manual del carbón activo. *Aula. aguapedia.org*, 2011, p. 1-89. [Consultado en : 31 de Julio de 2020][en línea] En: www.aguapedia.net

Tabla 13. Rendimiento en la activación química

CARBÓN	RELACIÓN MÁSCA	TIEMPO (h)	ALIMENTO (g)	CARBÓN (g)	RENDIMIENTO (%)
1	1:4	4	3	2.985	0.995
2	1:6	4	3	2.988	0.996
3	1:4	4	3	2.975	0.992
4	1:6	4	3	2.982	0.994
5	1:4	4	3	2.976	0.992
6	1:6	4	3	2.969	0.990
7	1:4	4	3	2.977	0.992
8	1:6	4	3	2.982	0.994

Fuente: elaboración propia

4.2 CARBONIZACIÓN

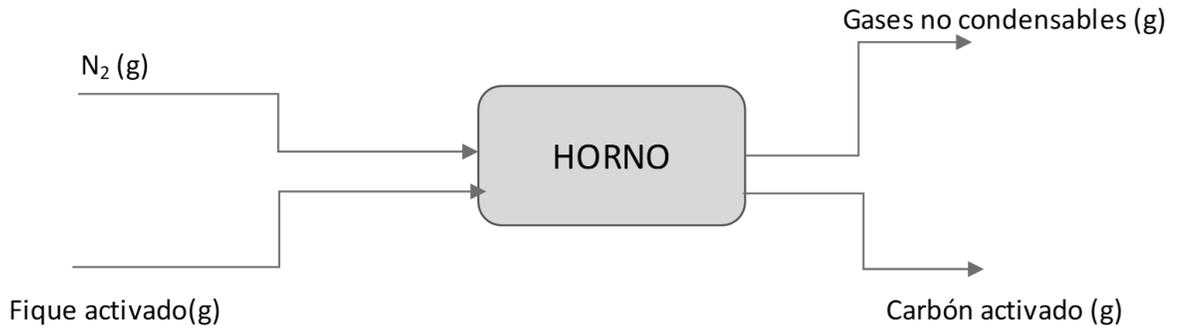
A continuación, se va a presentar el rendimiento de la etapa de carbonización, la cual se va a dividir en el balance de masa con, el objetivo de detallar cuáles son y cuál es la cantidad de material que ingresa en esta y conocer cuál es la cantidad que sale de producto final, una vez con este se procede a calcular la eficiencia de la etapa tal como se explicó al inicio del capítulo.

Se espera que este proceso tenga mayores pérdidas que la etapa de activación debido a las temperaturas a las que se lleva a cabo, el cual, genera la degradación del material y disminuye hasta en un 70% el material alimentado.

4.2.1 Balance de masa. En el proceso de carbonización se quema el fique activado y lavado previamente en el proceso de activación, en una atmósfera inerte, en esta etapa se tiene lugar a la formación y distribución de los poros que permitirán al carbón activado tener las propiedades adsorptivas, entre otras. La reacción generada y el diagrama de proceso se muestran en la ecuación 30 y la gráfica 21 respectivamente, bajo las condiciones explicadas en el diseño de experimentos.

El balance se realizó con base en el carbón activado que obtuvo mejor eficiencia en el proceso de remoción. A pesar de que, en el proceso de carbonización, el material lignocelulósico compuesto principalmente por oxígeno, carbono e hidrógeno se descompone en diversos gases como nitrógeno, agua, hidrógeno, entre otros, además de la desvolatilización del mismo, no se tuvo en cuenta la composición de los gases no condensables, debido a que no se contaba con un cromatógrafo de gases para realizar la medición.

Gráfica 18. Balance de masa para el proceso de carbonización



Fuente: elaboración propia

Ecuación 30. Balance de masa etapa de carbonización

$$m_n + m_{fal} = m_g + m_{ca}$$

Fuente: elaboración propia

Donde:

m_n = masa de nitrógeno en gramos

m_{fal} = masa de fique activado y lavado en gramos

m_g = masa de gases no condensables

m_{ca} = masa de carbón activado

La tabla 15 presenta el balance de masa resultante de la etapa de carbonización

Tabla 14. Balance global de masa en el proceso de carbonización

Corriente	Entrada (g/h)	Salida (g/h)
Fique activado (s)	2.982	-
Nitrógeno (g)	11.630	-
Gases no condensables (g)	-	14.112
Carbón activado (s)	-	0.500
TOTAL	14.612	14.612

Fuente: elaboración propia

Teniendo en cuenta que no es posible medir el tipo de gases que salen del proceso se desarrolla el balance bajo el supuesto de un proceso en estado estacionario donde todo lo que entra al proceso es igual a lo que sale. Sin embargo, es importante resaltar que una fracción de la pérdida de fique también se debe a la temperatura de carbonización utilizada, dado que altas temperaturas suponen una degradación del material que, a pesar de ser próxima a lo estipulado por el TGA, no nos da un valor exacto de la masa que se puede llegar a perder.

4.2.2 Eficiencia. Para determinar la eficiencia del proceso, se tuvo en cuenta el balance global, en el cual se observa un rendimiento cercano al 17% para la mayoría de los carbones activados y sus réplicas, es decir, se tuvo una pérdida de masa cercana al 83%, lo cual se puede justificar debido al análisis termogravimétrico (TGA), en el cual se tendrá una pérdida de masa aproximadamente del 75% a temperaturas superiores a 380°C. En adición a lo anterior, temperaturas superiores a esta, mantienen una pérdida de masa similar, por lo cual, no existe suficiente diferencia entre el rendimiento de los carbones obtenidos a 380°C y los obtenidos a 460°C

A continuación, se presenta la tabla 16 en la que se encuentra el rendimiento de cada carbón y sus condiciones de operación.

Tabla 15. Rendimiento en el proceso de carbonización

CARBÓN	TEMPERATURA (°C)	TIEMPO (h)	ALIMENTO (g)	CARBÓN (g)	RENDIMIENTO (%)
1	380	1	2.985	0.51	0.171
2	380	1	2.988	0.512	0.171
3	460	1	2.975	0.498	0.167
4	460	1	2.982	0.5	0.168
5	380	1	2.976	0.511	0.172
6	380	1	2.969	0.518	0.174
7	460	1	2.977	0.502	0.169
8	460	1	2.982	0.501	0.168

Fuente: elaboración propia

5. CONCLUSIONES

1. El carbón activado obtenido partiendo de fique, mediante la técnica de activación química, es capaz de remover el colorante RB46 del agua; por medio del proceso de adsorción, a concentraciones inferiores a 100 ppm, sin embargo, se espera que a concentraciones superiores a esta, el colorante sea removido de la solución, dado que aún no se encuentra saturado.
2. Con base en el diseño experimental, se observa que la relación másica materia prima:precursor ácido presentó un efecto de 0.86% de aumento en el proceso de remoción, por otro lado, la temperatura de carbonización aumenta el porcentaje de remoción en un 5%. Debido a esto, las condiciones para la producción del carbón activado se estiman en relación másica 1:4 y temperatura de carbonización 460°C.
3. El carbón activado obtenido mediante el proceso de activación química con ácido fosfórico, tuvo un rendimiento de 99% y 17% en la etapa de activación y carbonización respectivamente, con una caracterización del pH_{pzc} de 6.3, lo que permite conseguir remover el colorante RB46 a pH de solución superiores a este, sin embargo, favoreciendo la remoción a un pH de 10, Por otro lado, el carbón activado con ácido cítrico, presentó una caracterización de pH_{pzc} de 4.2, de igual manera, a pH superiores a este permite remover de manera eficaz el colorante de la solución, obteniendo un pH de 9 para mejorar la remoción de RB46 del efluente.
4. De los datos obtenidos experimentalmente, se obtuvo una remoción de 95% de RB46 bajo concentraciones de 100ppm, y las isothermas de adsorción del modelo de Freundlich arrojaron resultados de capacidad de adsorción de 9.039 (mg/g)/(L/g) de RB46 con una intensidad de adsorción de 0.730.

6. RECOMENDACIONES

1. En la etapa de activación, es recomendable no superar un tiempo de 4 horas de contacto entre la materia prima y el agente activante, debido a que el rendimiento de la etapa disminuye hasta en un 7% por las reacciones de desvolatilización de la materia orgánica.
2. Posteriormente de realizar la activación química, es recomendable realizar un lavado del material activado con el precursor químico, debido a que se reduce el proceso de remoción hasta en un 86% de no ser realizado, por la disociación de los solubles del ácido fosfórico en el efluente a remediar.
3. Se aconseja trabajar el carbón activado con ácido fosfórico a pH de solución de 10, esto presupone un aumento del porcentaje de remoción de 70%, debido a que la superficie se carga negativamente permitiendo adsorber el colorante RB46, de igual manera, el carbón obtenido con ácido cítrico mejora su proceso de remoción en pH de 9.
4. Debido a la crisis sanitaria presentada actualmente, no se pudo llevar a cabo las pruebas de caracterización como BET, SEM, XRD y FTIR, por lo cual, se recomienda terminar de caracterizar el producto y observar si cumple con la calidad requerida para ser carbón activado comercial.

BIBLIOGRAFÍA

ACHURY, Carlos Alberto. Obtención de Carbón Activado a partir de Cáscara de Coco: Obtención por medio de Activación física y Química. Trabajo de grado Ingeniería Química. Bogotá D.C: Universidad de los Andes. Facultad de Ingeniería. Departamento de Ingeniería Química, 2008, 6p. [Consultado en]: 24 de Julio de 2020. [En línea en]: <https://repositorio.uniandes.edu.co/bitstream/handle/1992/23588/u303042.pdf?sequence=1>

ÁLVAREZ HERAZO, Merly., ALEMÁN ROMERO, Arnulfo., y HORMAZA ANAGUANO, Angelina., 2011. Remoción de rojo básico de un efluente textil simulado: un caso de aplicación de la cascarilla de arroz. [Consultado en: 24, mayo 2020] [en línea] En: <http://repository.lasallista.edu.co:8080/ojs/index.php/pl/article/view/103/53>

ARROYO, Laura. RUIZ, Diana. DETERMINACIÓN DE LA CINÉTICA DE ADSORCIÓN DE CLORUROS DE VERTIMIENTOS DEL SECTOR AGRÍCOLA CULTIVOS ENERGÉTICOS, SOBRE CARBÓN ACTIVADO COMERCIAL. [Consultado en: 29, Junio, 2020] [En línea] En: <http://repository.uamerica.edu.co/bitstream/20.500.11839/6840/1/6132135-2018-2-IQ.pdf>

ASIMBAYA, Christopher, *et al.* Obtención de Carbón Activado a partir de Residuos Lignocelulósicos de Canelo, Laurel y Eucalipto. *Revista Politécnica (Quito)*. 2015, vol. 36, nro. 3. pp. 24. [Consultado en: 31, Julio, 2020][en línea] En: <https://revistapolitecnica.epn.edu.ec/images/revista/volumen36/tomo3/ObtenciondeCarbonActivadoapartirdeResiduos.pdf>

ASTM D4607-14, Standard Test Method for Determination of Iodine Number of Activated Carbon, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2014. [Consultado en: 10, Junio, 2020] [en línea] En: www.astm.org .

ASTM 2867–17. Standard Test Methods for Moisture in Activated Carbon. ASTM International, West Conshohocken, PA, 2014.[Consultado en]: 31 de Julio de 2020.[en línea] En: www.astm.org

ASTM D5832-98, Standard Test Method for Volatile Matter Content of Activated Carbon Samples, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2014. [Consultado en: 10, Junio, 2020] [en línea] En: www.astm.org .

ASTM D3172-13, Standard Test Method for Volatile Matter Content of Activated Carbon Samples, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2014. [Consultado en: 10, Junio, 2020] [en línea] En: www.astm.org .

BASTIDAS, Karen. Wastewater treatment using an iron nanocatalyst supported on Figue fibers . Tesis Magister en Ingeniería química, Universidad Nacional de

Colombia, 2016. [Consultado es: 23, abril, 2020] [en línea] En: <http://bdigital.unal.edu.co/55903/7/karengiovannabastidasgomez.2016.pdf>

BERNAL, V.; GIRALDO, L. y MORENO-PIRAJÁN, J. C. Adsorción de compuestos fenólicos sobre carbones activados modificados químicamente: efecto del sustituyente en el anillo aromático en las interacciones carbón activado-adsorbato. 2017, vol. 74, nro. 579. [Consultado en]: 26 de Julio de 2020]

BioROM 2010. Ayudas al aprendizaje de bioquímica, biotecnología y biología molecular. [Consultado en: 25, Junio, 2020] [en línea] En: <https://www.sebbm.es/web/es/>

CAMPELLO GÓMEZ, Ignacio. Estudio de los mecanismos de activación y aplicabilidad de materiales carbonosos derivados de espumas de poliuretano en procesos de adsorción, separación de gases y biomedicina. 2019. Tesis de grado. Doctor en química orgánica. Universidad de Alicante, Instituto Universitario de Materiales. Facultad de ciencias. Departamento de Química inorgánica p. 105.

Carbotecnia. ¿Qué es el carbón activado? [Consultado en: 02, abril, 2020] [en línea]. Disponible en: <https://www.carbotecnia.info/aprendizaje/carbon-activado/que-es-el-carbon-activado/>

CASTELAR ORTEGA, Grey Cecilia, et al. Evaluación de un carbón activado comercial en la remoción del colorante DB2. Revista Colombiana de Ciencia Animal - RECIA. 2017, vol. 9, nro. 2. pp. 164-170. [Consultado en: 22, Junio, 2020] [en línea] En: <https://revistas.unisucre.edu.co/index.php/recia/article/view/512>

CASTELLAR, Grey, et al. EQUILIBRIO DE ADSORCIÓN DEL COLORANTE AZUL DE METILENO SOBRE CARBÓN ACTIVADO. *Revista U.D.C.A Actualidad & Divulgación Científica*. 2013, vol. 16, nro. 1. pp. 263-271. [Consultado en: 27 Junio, 2020] [en línea] En: <https://revistas.udca.edu.co/index.php/ruadc/article/view/882>

CHANEY, N. The properties of activated carbon which determine its industrial applications, *J. Ind. Eng. Chem.*, Vol. 15, No 12, pp. 1244-1255. [Consultado en: 03, Junio, 2020] [en línea] En: <https://pubs.acs.org/doi/10.1021/ie50168a013>

COLOMBIA. MINISTERIO DE AGRICULTURA Y DESARROLLO RURAL. La Cadena del Fique y su Agroindustria. [en línea]. Agronet MinAgricultura. (May 17) <https://www.agronet.gov.co/Noticias/Paginas/Noticia117.aspx>

COLOMBIA. MINISTERIO DE AMBIENTE, VIVIENDA Y DESARROLLO TERRITORIAL. Guía Ambiental Del Subsector Fiquero. [Consultado en: 03, mayo, 2020] [en línea] En: <http://bibliotecadigital.agronet.gov.co/handle/11348/6697>

CRUZ, Daniel y MEDINA, Rodolfo. CADENA AGROINDUSTRIAL DEL FIQUE. Bogotá, 2013. [Consultado en: 23, mayo, 2020] [en línea] En:

http://bibliotecadigital.agronet.gov.co/bitstream/11348/5260/1/2008519105246_BULLETS_CADEFIQUE_2008.pdf

CRUZ Hemida (2008). CADENA AGROINDUSTRIAL DEL FIQUE. Bogotá D.C. Obtenido de http://bibliotecadigital.agronet.gov.co/bitstream/11348/5260/1/2008519105246_BULLETS_CADEFIQUE_2008.pdf

ECHEVERRI, Rubén. FRANCO, Luz y RIGUEY, María. Fique en Colombia. Medellín: Fondo editorial ITM, 2015, 50 p. [Consultado en: 20, Junio, 2020] [en línea]. En: <https://books.google.com.co/books>

ENSUNCHO, Adolfo E.; ROBLES, Juana R.; CARRIAZO, José G. Adsorción del colorante amarillo anaranjado en solución acuosa utilizando carbones activados obtenidos a partir de desechos agrícolas. *Revista de la Sociedad Química del Perú*, 2015, vol. 81, no 2, p. 135-147. [Consultado en: 25, Junio, 2020] [en línea] En: http://www.scielo.org.pe/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1810-634X2015000200006

ENSUNCHO, Adolfo E.; LÓPEZ, Jesús M.; ROBLES, Juana. Reactividad química de los azo colorantes amarillo anaranjado y rojo allura mediante descriptores globales y la función de Fukui. *Información tecnológica*, 2012, vol. 23, no 6, p. 3-12. [Consultado en: 26 de Julio de 2020, [en línea] En: [GANDIA, Luis M. ARZAMEDI, Gurutze DIEGUEZ, Pedro M. \(2013\). *Renewable Hydrogen Technologies - Production, Purification, Storage, Applications and Safety - 12.2.2 Activated Carbons and Activated Carbon Fibers*. Elsevier. \[Consultado en: 30, mayo, 2020\] \[en línea\] <https://app.knovel.com/hotlink/pdf/id:kt00C607GG/renewable-hydrogen-technologies/activated-carbons-activated>](https://scielo.conicyt.cl/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0718-07642012000600002#:~:text=Los%20colorantes%20azoicos%20de%20origen,otros%20(Ustun%2C%202004).FOGLER, H. Scott. Essentials of Chemical Reaction Engineerin 4th ed. En West Ford, Massachusetts, Pearson Education, 2006, p. 739. [Consultado en]: 20 de Junio de 2020]</p></div><div data-bbox=)

GARCÍA ÚBEDA, Fernando. PLANTA DE PRODUCCIÓN DE CARBÓN ACTIVO. Proyecto Fin de Carrera. Universidad de Zaragoza. Departamento de Ingeniería Química y tecnologías del medio ambiente. Especialidad en química industrial. Septiembre, 2013. [Consultado en: 29 de Julio de 2020] [En línea] En: <http://zaguan.unizar.es/record/12157/files/TAZ-PFC-2013-575.pdf>

GILES, Charles H.; SMITH, David y HUITSON, Alan. A general treatment and classification of the solute adsorption isotherm. I. Theoretical. *Journal of colloid and interface science*. 1974, vol. 47, nro. 3. pp. 755-765

GONZÁLEZ NAVARRETE, Bárbara Daniela. Desarrollo de carbón activado a partir de desechos agroindustriales con aplicación en adsorción de arsénico [Consultado en]: 27 de Julio de 2020 [en línea]Universidad de Chile, Disponible en: <http://repositorio.uchile.cl/handle/2250/147405>

GUZMÁN MUÑOZ, Karina, et al. Caracterización y capacidad de adsorción de la especie vegetal *Larrea tridentata* como adsorbente de color. *CULCyT: Cultura Científica y Tecnológica*. 2014, vol. 11, nro. 54

HERNÁEZ, Josefina Perles. Del cristal al átomo: un siglo de difracción de rayos X. *CIENCIA Y TÉCNICA*, 2016, p. 987. [Consultado en: 22, Junio, 2020] [en línea] En: [researchgate.net/profile/Josefina_Perles/publication/309723401_DEL_CRISTAL_A_L_ATOMO_UN_SIGLO_DE_DIFRACCION_DE_RAYOS_X_FROM_CRYSTALS_TO_ATOMS_A_CENTURY_OF_XRAY_DIFFRACTION/links/581f24e108aea429b29876d1.pdf](https://www.researchgate.net/profile/Josefina_Perles/publication/309723401_DEL_CRISTAL_A_L_ATOMO_UN_SIGLO_DE_DIFRACCION_DE_RAYOS_X_FROM_CRYSTALS_TO_ATOMS_A_CENTURY_OF_XRAY_DIFFRACTION/links/581f24e108aea429b29876d1.pdf)

HINCAPIÉ MEJÍA, Gina; CARDONA CUERVO, Sebastián y RÍOS, Luis Alberto. Absorption thermodynamic study of azoic dye with by means of a lignocellulosic waste in aqueous medium. *Ingeniería y Desarrollo*. 2018, vol. 36, nro. 1. pp. 97-118. [Consultado en: 24 Junio, 2020] [en línea] En: http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S012234612018000100097

HO, Yuh-Shan. Selection of optimum sorption isotherm. *Carbon*. 2004, vol. 42, nro. 10. p. 2116. [Consultado en]: 22 de Julio de 2020.

INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Compendio de normas para trabajos escritos. NTC-1486-6166. Bogotá D.C. El instituto, 2018 ISBN 9789588585673 153 p.

LAZO, José C., et al. Síntesis y caracterización de arcillas organofílicas y su aplicación como adsorbentes del fenol. *Revista de la Sociedad Química del Perú*. 2008, vol. 74, nro. 1. pp. 3-19. [Consultado en]: 20 de Junio de 2020

LEYVA RAMOS, Roberto IMPORTANCIA Y APLICACIONES DE LA ADSORCION EN FASE LIQUIDA. Universidad Autónoma de San Luis Potosí. Facultad de Ciencias Químicas. [Consultado en]: 27 de Junio de 2020. [En línea]: https://www.researchgate.net/profile/Roberto_Ramos2/publication/320407302_Importancia_y_Aplicaciones_de_la_Adsorcion_en_Fase_Liquida/links/59e2e029a6fdc7154d8204a/Importancia-y-Aplicaciones-de-la-Adsorcion-en-Fase-Liquida.pdf

LÓPEZ CHALARCA, Liliana Trinidad, et al. Activación de carbones para aplicación en almacenamiento de gas natural vehicular (metano). *Escuela de Procesos y Energía*, 2013. [Consultado en: 29 de Julio de 2020] [En línea] En: <http://www.bdigital.unal.edu.co/9552/1/1020401768.2013.pdf>

MARTÍNEZ, Alicia. Desarrollo de carbones activados a partir de residuos lignocelulósicos para la adsorción y recuperación de tolueno y N-hexano (Tesis doctoral). Instituto de Carboquímica, 2012. [Consultado en: 30, mayo, 2020] [En línea] En: http://digital.csic.es/bitstream/10261/74991/1/Tesis%20Martinez%20de%20Yuso_A_repositorio%20CSIC.pdf

MARTÍNEZ CORTAZAR, Adriana. CORONEL Claudia. ESCALANTE Adelfo y GONZÁLEZ, César. *et al.* Contaminación generada por colorantes de la industria textil. *Revista Vida Científica Boletín Científico De La Escuela Preparatoria No. 4, 2(3)*. p 1. [Consultado en: 23, mayo, 2020] [en línea] En: <https://repository.uaeh.edu.mx/revistas/index.php/prepa4/article/view/1862>

MEJIA, Mari Victoria Vidal. Potencial de residuos agroindustriales para la síntesis de Carbón Activado: una revisión. *Scientia et Technica*, 2018, vol. 23, no 3, p. 411-419. [Consultado en: 29 de Julio de 2020][En línea] En: <https://dialnet.unirioja.es/servlet/articulo?codigo=6760221>

MENÉNDEZ DÍAZ, José Ángel. Residuos de biomasa para la producción de carbones activos y otros materiales de interés tecnológico. 2008. p. 2, [Consultado en: 29 de Julio de 2020] [En línea en]: https://www.researchgate.net/publication/39389470_Residuos_de_biomasa_para_la_produccion_de_carbones_activos_y_otros_materiales_de_interes_tecnologico/link/02e7e5329564ca1943000000/download

MINISTERIO DE AGRICULTURA. CADENA DEL FIQUE Y SU AGROINDUSTRIA, Indicadores e Instrumentos. [en línea]. Agronet MinAgricultura. (May 17) <https://sioc.minagricultura.gov.co/Fique/Documentos/2018-06-30%20Cifras%20Sectoriales.pdf>

MONDRAGÓN CORTEZ, Pedro. ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO PARA TODOS. Centro de Investigación y Asistencia en Tecnología y Diseño del Estado de Jalisco, A. C, 2017. [Consultado en: 23 abril, 2020] [En línea]. En: https://ciatej.mx/files/divulgacion/divulgacion_5a43b7c09fdc1.pdf

MORENO, Diana., BUSTAMANTE, Tatiana. El fique y su potencial en el diseño del vestuario. (Tesis pregrado) Universidad Pontificia Bolivariana, Medellín, Colombia. [Consultado en: 25, abril, 2020]. [en línea]. En: <https://repository.upb.edu.co/bitstream/handle/20.500.11912/4579/EL%20FIQUE%20Y%20SU%20POTENCIAL%20EN%20EL%20DISE%20C3%91O%20DE%20VESTUARIO-.pdf?sequence=1>

NAVARRETE, Luisa Fernanda; GIRADO, Liliana y MORENO, Juan Carlos. Influencia de la química superficial en la entalpía de inmersión de carbones activados en soluciones acuosas de fenol y 4-nitro fenol. *Revista Colombiana de Química*. 2006, vol. 35, nro. 2. pp. 215-224. [Consultado en: 15, Junio, 2020][en línea] En: <https://revistas.unal.edu.co/index.php/rcolquim/article/view/860>

NAVARRO, P. y VARGAS, C. Efecto de las propiedades físicas del carbón activado en la adsorción de oro desde medio cianuro. *Revista de Metalurgia*. 2010, vol. 46, nro. 3. pp. 227-239 [Consultado en: 10, mayo, 2020] [en línea] En: <http://revistademetalurgia.revistas.csic.es/index.php/revistademetalurgia/article/view/826>

NIEVES, Abril. BÁRCENA, Antonio. FERNÁNDEZ, Emilio. GALVÁN, Aurora. JORRÍN, Jesús. PEINADO, José. TORIBIO, Fermón. TÚNEZ, Isaac. Espectrofotetría: Espectros de absorción y cuantificación colorimétrica de biomoléculas. Campus Universitario de Rabanales. [Consultado en: 25, Junio, 2020] [en línea] En: https://www.uco.es/dptos/bioquimica-biolmol/pdfs/08_ESPECTROFOTOMETRIA.pdf

POGHOSSIAN, A. A. Determination of the pH_{pzc} of insulators surface from capacitance-voltage characteristics of MIS and EIS structures. *Sensors and Actuators B: Chemical*. 1997, vol. 44, nro. 1-3. pp. 551-553. [Consultado en: 20, Junio, 2020] [en línea] En: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0925400597001561>

PRÍAS BARRAGÁN, Jhon Jairo, et al. Identificación de las variables óptimas para la obtención de carbón activado a partir del precursor guadua angustifolia kunth. *Revista de la Academia Colombiana de Ciencias Exactas, Físicas y Naturales*, 2011, vol. 35, no 135, p. 160. [Consultado en: 22 de Junio de 2020][En línea]: http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0370-

RAMÍREZ, Lucía Constanza Corrales; LOZANO, Liliana Caycedo. Principios físico-químicos de los colorantes utilizados en microbiología. *Nova*, 2020, vol. 18, no 33, p. 75.[Consultado en]: 27 de Julio, 2020. [En línea]: <https://revistas.unicolmayor.edu.co/index.php/nova/article/view/109339082011000200004>

RANGEL, Fabio. ABSORCIÓN DE GASES: MÉTODO DE CÁLCULO EN CONTACTO DISCONTINUO. Universidad Nacional de Callao. [Consultado en: 23, abril, 2020] [en línea] En: https://unac.edu.pe/images/documentos/organizacion/vri/cdcitra/Informes_Finales_Investigacion/2011/Febrero/IF_RANGEL_MORALES_FIQ.pdf

REAL, U. C. (s.f.). FUNDAMENTOS QUÍMICOS DE LA INGENIERÍA. [Consultado en: 23, mayo, 2020] [en línea] En: <https://info.uned.es/ca-valdepenas/pdf/laboratorio/Fundamentos%20Quimicos%20de%20la%20Ingenieria.pdf>

RODRÍGUEZ, María Daniela, et al. Obtención de azúcares fermentables a partir de aserrín de pino pretratado secuencialmente con ácido-base. *Revista internacional de contaminación ambiental*, 2017, vol. 33, no 2, p. 324. [Consultado en: 30 de Julio de 2020][En línea] en: <http://www.scielo.org.mx/pdf/rica/v33n2/0188-4999-rica-33-02-00317.pdf>

ROMERO, Andrea del Pilar Maldonado. Extracción y caracterización mecánica de las fibras de bambú (*Guadua angustifolia*) para su uso potencial como refuerzo de materiales compuestos. 2010. Tesis Doctoral. Universidad de los Andes. p. 32. [Consultado en: 28 de Julio de 2020] [En línea] En: <https://repositorio.uniandes.edu.co/bitstream/handle/1992/11158/u402361.pdf?sequence=1>

SEVILLA, U. Manual del carbón activo. Aula. aguapedia.org, 2011, p. 1-89. [Consultado en : 31 de Julio de 2020][en línea] En: www.aguapedia.net

SIERRA F., Pedro. El fique en Colombia. SENA, Colombia, 1979. 8 p. [Consultado en: 25, abril, 2020]. [en líneas]. En: https://repositorio.sena.edu.co/bitstream/11404/5010/1/fique_colombia.PDF

TORTORA, Phyllis G. y JOHNSON, Ingrid. *fique*. 8th ed. Bloomsbury Publishing Inc, 2014. [en línea] En: <http://eurofique.info/wp-content/files/fique-historia-y-futuro-de-una-fibra-vegetal.pdf>

TUBERT, Iván y TALANQUER, Vincente. Sobre adsorción. *Educación Química*. 2018, vol. 8, nro. 4. pp. 186. [Consultado en: 16, abril, 2020] [en línea] En: <http://www.revistas.unam.mx/index.php/req/article/view/66595>

UNIVERSIDAD DE ATACAMA, Departamento de metalurgia. DIFRACCIÓN DE RAYOS X. [En línea]. Disponible en: <http://www.dicis.ugto.mx/profesores/balvantin/documentos/Ciencia%20de%20Materiales%20para%20Ingenieria/Tema%207%20-%20RayosX.pdf>

VARGAS, Diana Paola; GIRALDO, Liliana; MORENO, Juan C. Relación entre parámetros texturales y energéticos de monolitos de carbón activado a partir de cáscara de coco. *Revista Colombiana de Química*, 2009, vol. 38, no 2, p. 280. [Consultado en: 29 de Julio de 2020][En línea] En: <https://www.redalyc.org/pdf/3090/309026681007.pdf>

VIADES, Josefina. FENÓMENOS DE SUPERFICIE. ADSORCIÓN. *Fisicoquímica De Alimentos*. [Consultado en: 16, abril, 2020] [en línea] En:

http://depa.fquim.unam.mx/amyd/archivero/Unidad3.Fenomenosuperficiales.Adso rcion_23226.pdf

ZHOU, Jin. WANG Xuang. XING, Wei. *Post-Combustion Carbon Dioxide Capture Materials - 1.2.2.1 CO₂ as an Activating Agent*, 2019. Royal Society of Chemistry. [Consultado en: 03, Junio, 2020] [en línea] En: [https://app.knovel.com/hotlink/pdf/id:kt011TW3MA/post-combustion-carbon/CO₂-an-activating-agent](https://app.knovel.com/hotlink/pdf/id:kt011TW3MA/post-combustion-carbon/CO2-an-activating-agent)

ZULETA CORREA, Ana. Evaluación del proceso de degradación de un colorante sintético tipo azo mediante un sistema de fermentación en estado sólido. Tesis Magister en Medio Ambiente y Desarrollo, 2013. Universidad Nacional de Colombia. . [Consultado en: 23, mayo, 2020] [en línea] En: <http://bdigital.unal.edu.co/11615/1/1128444431.2014.pdf>

ZULUAGA DIAZ, Benjamín. HORMAZA ANAGUANO, Angelina. BELTRAN PEREZ, Óscar Darío y CARDONA GALLO, Santiago Alonso. DISEÑO ESTADÍSTICO PARA LA REMOCIÓN DE ROJO BÁSICO 46 UTILIZANDO TIERRA FULLER REGENERADA COMO MATERIAL ALTERNATIVO. *Rev.EIA.Esc.Ing.Antioq*, 2014, , pp.93-102. [Consultado en 24, mayo, 2020] [En línea] En: http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S179412372014000200008

ANEXOS

ANEXO A.

**TABLA DE CALIBRACIÓN DEL ESPECTRO UV-VIS A
CONCENTRACIONES ENTRE 0.4-50 PPM DE RB46**

ABSORBANCIA	CONCENTRACIÓN (mg/L)
2.213	50
1.714	40
0.834	20
0.379	10
0.202	5
0.127	3
0.046	2
0.026	1
0.020	0.9
0.019	0.8
0.017	0.7
0.010	0.6
0.006	0.5
0.003	0.4

ANEXO B.
LINEALIZACIÓN DE LANGMUIR

CARBÓN	LANGMUIR									
	20	40	60	80	100	20	40	60	80	100
	1/qe	1/qe	1/qe	1/qe	1/qe	1/ce	1/ce	1/ce	1/ce	1/ce
1	0.112	0.055	0.036	0.028	0.022	0.457	0.276	0.205	0.129	0.100
2	0.110	0.054	0.036	0.027	0.022	0.541	0.318	0.234	0.164	0.119
3	0.107	0.053	0.035	0.026	0.021	0.754	0.448	0.410	0.254	0.221
4	0.106	0.053	0.035	0.026	0.021	0.910	0.516	0.457	0.357	0.238
5	0.109	0.054	0.036	0.027	0.022	0.600	0.372	0.266	0.155	0.127
6	0.113	0.055	0.037	0.028	0.022	0.422	0.297	0.189	0.136	0.104
7	0.106	0.052	0.035	0.026	0.021	0.950	0.535	0.472	0.307	0.244
8	0.106	0.053	0.035	0.027	0.021	0.892	0.482	0.435	0.174	0.257

ANEXO C.

LINEALIZACIÓN DE FREUNDLICH

CARBÓN	FREUNDLICH									
	20	40	60	80	100	20	40	60	80	100
	ln qe	ln qe	ln qe	ln qe	ln qe	Log ce				
1	2.187	2.901	3.316	3.587	3.806	0.783	1.286	1.587	2.048	2.304
2	2.206	2.914	3.327	3.609	3.824	0.614	1.145	1.453	1.811	2.132
3	2.234	2.938	3.360	3.638	3.866	0.282	0.804	0.891	1.376	1.510
4	2.246	2.946	3.364	3.653	3.869	0.094	0.662	0.783	1.046	1.437
5	2.176	2.908	3.308	3.592	3.810	0.863	1.214	1.676	1.996	2.268
6	2.216	2.926	3.337	3.605	3.830	0.510	0.989	1.323	1.861	2.062
7	2.245	2.942	3.362	3.614	3.872	0.114	0.730	0.834	1.749	1.358
8	2.248	2.948	3.365	3.647	3.870	0.052	0.626	0.751	1.180	1.410

ANEXO D.

**DATOS PARA CÁLCULO DE LA ISOTERMA
FREUNDLICH CARBÓN 4**

ISOTERMA FREUNDLICH			
Dilución	q _e (mg/g)	C _e (mg/L)	Absorbancia
1/50	10.158	1.099	0.025
2/50	20.812	1.938	0.062
3/50	24.254	2.188	0.073
4/50	33.811	2.846	0.102
5/50	55.406	4.208	0.162

ANEXO E.

PHPZC CARBÓN ACTIVADO CON ÁCIDO FOSFÓRICO Y LAVADO PREVIO

pH	pH inicial	pH final	pH corte
4	4.02	4.2	4
5	5	5.62	5
6	5.92	6.16	6
7	6.97	6.52	7
9	9.05	7.4	9
10	10.02	7.12	10
11	10.96	7.04	11

ANEXO F.

PHPZC CARBÓN ACTIVADO CON ÁCIDO CÍTRICO

pH	pH inicial	pH final	pH corte
3	3.03	3.6	3
4	4.01	4.05	4
5	4.95	4.81	5
6	5.91	4.96	6
7	6.95	5.21	7
8	7.99	5.29	8
9	8.96	5.74	9
10	9.95	5.86	10
11	11.01	7.11	11

ANEXO G.

DEPENDENCIA DEL PH DE SOLUCIÓN Y LAVADO DEL CARBÓN ACTIVADO CON ÁCIDO FOSFÓRICO EN EL PROCESO DE REMOCIÓN

pH ajuste	Ci (ppm)	Absorbancia	Transmitancia	Cf (ppm)	%Remoción
6.12	100	0.188	67.40%	71.972	0.280
7.25	100	0.179	77.80%	45.939	0.541
8.05	100	0.178	65.70%	45.712	0.543
9.15	100	0.172	88.50%	22.175	0.778
9.95	100	0.171	68.80%	4.412	0.956
11.01	100	0.137	83.80%	3.641	0.964

ANEXO H.

EFFECTO DE NO REALIZAR EL LAVADO DEL CARBÓN ACTIVADO CON ÁCIDO FOSFÓRICO PREVIAMENTE A LA ETAPA DE CARBONIZACIÓN.

pH ajuste	Ci (ppm)	Absorbancia	Transmitancia	Cf (ppm)	%Remoción
10.81	100	0.137	54.3%	72.013	0.280
10.09	100	0.171	35.4%	87.321	0.127
9.04	100	0.172	27.2%	87.771	0.122
7.93	100	0.178	14.7%	90.473	0.095
7	100	0.179	14.1%	90.923	0.091
6	100	0.188	20.2%	94.975	0.050

ANEXO I.

DEPENDENCIA DEL PH DE SOLUCIÓN EN EL CARBÓN ACTIVADO CON ÁCIDO CÍTRICO

pH ajuste	Ci (ppm)	Absorbancia	Transmitancia	Cf (ppm)	%Remoción
4.94	100	0.182596819	86.00%	93.510	0.065
7.02	100	0.17	87.20%	87.792	0.122
9.02	100	0.9176	44.40%	21.358	0.786
10.43	100	0.915	44.50%	21.299	0.787

ANEXO J.

**DATOS PARA LA ISOTERMA DE ADSORCIÓN SEGÚN GILES
PARA EL CARBÓN 4.**

ISOTERMA DE ADSORCIÓN	
[RB46] en solución (mg/L)	[RB46] adsorbida (mg/L)
1.099	18.901
1.938	38.062
2.188	57.812
2.846	77.154
4.208	95.792

ANEXO K.

DATOS DE ABSORBANCIA PARA LAS CONDICIONES DE EQUILIBRIO

DÍA	ABSORBANCIA				
	20	40	60	80	100
1	0.145	0.195	0.275	0.412	0.452
2	0.078	0.148	0.191	0.325	0.429
3	0.068	0.135	0.182	0.311	0.422