

# **ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL**

**FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA Y  
AGROINDUSTRIA**

**ESTUDIO DEL EFECTO DEL USO DE DIÓXIDO DE TITANIO  
ASISTIDO CON CARBÓN ACTIVADO OBTENIDO A PARTIR DE  
UN RESIDUO INDUSTRIAL EN LA FOTO-DEGRADACIÓN DEL  
COLORANTE AZUL BRL**

**PROYECTO PREVIO A LA OBTENCIÓN DEL TÍTULO DE INGENIERO  
QUÍMICO**

**JHONATHAN ANDRÉS RODRÍGUEZ MORA**  
jhonathan.rodriguez@epn.edu.ec

**DIRECTORA: ING. FLORINELLA MUÑOZ BISESTI Ph.D**  
florinella.munoz@epn.edu.ec

**Quito, Noviembre 2016**

© Escuela Politécnica Nacional (2016)  
Reservados todos los derechos de reproducción

## **DECLARACIÓN**

Yo, Jhonathan Andrés Rodríguez Mora, declaro que el trabajo aquí descrito es de mi autoría; que no ha sido previamente presentado para ningún grado o calificación profesional; y, que he consultado las referencias bibliográficas que se incluyen en este documento.

La Escuela Politécnica Nacional puede hacer uso de los derechos correspondientes a este trabajo, según lo establecido por la Ley de Propiedad Intelectual, por su Reglamento y por la normativa institucional vigente.

---

Jhonathan Andrés Rodríguez Mora

172365812-4

## **CERTIFICACIÓN**

Certifico que el presente trabajo fue desarrollado por Jhonathan Andrés Rodríguez Mora, bajo mi supervisión

---

Ing. Florinella Muñoz Bisesti, Ph.D

**DIRECTORA DE PROYECTO**

## **AUSPICIO**

La presente investigación contó con el auspicio financiero del proyecto multi e interdisciplinario PIMI-14-13 *“Estudio de la incorporación de  $TiO_2$  sobre soportes de carbón activado para su uso en la degradación fotocatalítica de colorantes y fenoles”*, que se ejecuta en el Departamento de Ciencias Nucleares de la Facultad de Ingeniería Química y Agroindustria.

## AGRADECIMIENTOS

A Dios por haberme dado las fuerzas necesarias para culminar esta larga y hermosa etapa de mi vida, por permitirme superar los retos que se presentaron en el camino, por darme la sabiduría para tomar las mejores decisiones en mi vida y, sobre todo, por haberme permitido llegar a compartir este maravilloso momento junto a mi familia.

A mi mamita Susy, por sus enseñanzas, su entrega y arduo trabajo para mi hermano y para mí, por darme su bendición cada día de mi vida, por sus consejos y por jamás haberme dejado solo. Mamita linda, gracias por haber sido mi más grande inspiración, no existen palabras para decirte lo importante que eres en mi vida y de lo agradecido que estoy con la vida por darme una madre como tú, sin ti, este momento jamás hubiera llegado, sin ti, nada de esto tuviera sentido.

A mi hermanito Willy, por sus consejos, por su apoyo, por haber sido mi amigo en las buenas y en las malas, por haber tolerado mi estrés en aquellos momentos en los que el camino se hacía muy difícil, gracias ñaño por haber sido una pieza importante en este logro y en cada uno de mis sueños, siempre tendrás en mí aquel apoyo que me has brindado para poder cumplir mis sueños.

A mis abuelitos, dos personas muy importantes para mí, quienes me han regalado su bendición desde el cielo durante todos los días de mi vida.

A la Dra. Florinella Muñoz, por haberme permitido ser parte del desarrollo de la presente investigación, por su confianza y sus palabras de apoyo en todo momento y sobre todo por su ser una gran amiga por encima de todas las cosas.

A mi querida Valerita, por estar conmigo siempre, por ser una gran amiga, consejera y confidente, por compartir tus sentimientos e ir de la mano junto a mí para culminar nuestra primera e importante meta... gracias por formar parte de mi vida, espero que nunca salgas de ella.

A mi gran amigo Hugo, con quien pasamos largas e interminables jornadas de estudio, quien me ha compartido su entusiasmo y valiosa amistad en cada reto que la poli nos puso durante todo este tiempo.

A Nico, por ser un gran amigo, por el estrés que me transmitías todos los días de la tesis, por las locuras que se nos ocurrían en el laboratorio y por la experiencia que fue estar en Brasil. Amigo... LO LOGRAMOS!!!.

A Pao por su apoyo, sus consejos, su amistad y por soportar las ocurrencias que surgían día a día dentro del laboratorio, incluso cuando los temas requerían de demasiada seriedad.

A todos mis compañeros tesisistas del DEMEX y del DCN, con quienes aprendí que el camino se hace más sencillo al tener amigos con quien contar, y por las ocurrencias que surgían cada día, los echaré de menos.

A todos quienes conforman los departamentos de Metalurgia Extractiva y Ciencias Nucleares, respectivamente, cuyas enseñanzas y palabras de aliento ayudaron para poder culminar esta importante etapa de mi vida.

## **DEDICATORIA**

Por haber sido todo en mi vida, por regalarme tu bendición, por tus consejos, por jamás dejarme solo, y por haber estado presente en todo momento durante esta lucha. MAMITA QUERIDA este y todos mis triunfos te los dedicaré siempre a ti. Gracias por ser una madre ejemplar.

# Estudio del Efecto del Uso de Dióxido de Titanio Asistido con Carbón Activado Obtenido a Partir de un Residuo Industrial en la Foto-Degradación del Colorante Azul BRL

**Resumen:** Se estudió la foto-degradación del colorante azul BRL con el uso de suspensiones conformadas por  $\text{TiO}_2$  degussa P25 comercial y carbón activado (CA) obtenido a partir de un desecho producido por una industria ecuatoriana mediante tres tratamientos diferentes: pirólisis, y activaciones química y física. Se evaluó la pirólisis del residuo a diferentes temperaturas (400 – 600 °C) y tiempos (1 – 2 h); posteriormente, se evaluó el proceso de activación química con KOH a diferentes relaciones KOH:Carbón (1:1 – 5:1 g KOH:g Carbón), temperaturas (600 – 900 °C) y tiempos de activación (0,5 – 3,0 h). Finalmente, se evaluó el proceso de activación física con  $\text{CO}_2$  con un flujo de gas de 150 N  $\text{cm}^3/\text{min}$ , a diferentes temperaturas (700 – 900 °C) y tiempos (1 – 3 h). Los carbones producidos bajo las mejores condiciones de pirólisis ( $C_{SA}$ ), activación química ( $CA_{KOH}$ ) y activación física ( $CA_{CO_2}$ ) presentaron superficies específicas BET de 467,4, 910,2 y 684,2  $\text{m}^2/\text{g}$ , respectivamente. Además, los índices de yodo, azul de metileno y de decoloración de azúcar establecieron la factibilidad de obtener carbones microporosos mediante pirólisis y activación física, y carbones con macro, meso y microporosidad mediante activación química. Se determinó que las suspensiones en estudio requirieron de 90 min para alcanzar el equilibrio de adsorción en condiciones de oscuridad, dicho tiempo fue considerado para las pruebas fotocatalíticas posteriores. Existió un efecto sinérgico en el proceso fotocatalítico al combinar  $\text{TiO}_2$  con los carbones  $C_{SA}$  y  $CA_{KOH}$ , debido a que se degradó el 70 y 90 % del colorante luego de 4 h de tratamiento, con lo que la constante cinética de degradación incrementó en factores de 1,4 y 2,2 respecto al  $\text{TiO}_2$  puro, mientras que el carbón  $CA_{CO_2}$  no influyó significativamente en el proceso. Se concluyó que los mejores resultados de la degradación del colorante azul BRL se obtuvieron con la suspensión  $CA_{KOH}:\text{TiO}_2$  por efecto de propiedades químicas intrínsecas del carbón  $CA_{KOH}$ .

Palabras clave: Colorante azul BRL, Foto-degradación, Dióxido de titanio, Residuo industrial, Carbón activado, Adsorción.

## Study of the Effect of the Usage of Titanium Dioxide Assisted with Activated Carbon Obtained from an Industrial Waste on the Photocatalytic Degradation of BRL Blue Dye

**Abstract:** The photocatalytic degradation of BRL blue dye (DB1) was performed using suspended mixtures of  $\text{TiO}_2$  Degussa P 25 and activated carbons (ACs). ACs were prepared from wood wastes of industrial origin, applying three different treatments: pyrolysis, chemical and physical activation. The pyrolytic treatment was studied at different temperatures (400 – 600 °C) and processing times (1 – 2 h). Then, the chemical activation with KOH was performed using different KOH:carbon weight ratios (1:1 – 5:1 g KOH:g Carbon), temperatures (700 – 900 °C) and times (0.5 – 3.0 h) in a non-oxidant atmosphere. The physical activation with  $\text{CO}_2$  was performed with a gas flow of 150 N  $\text{cm}^3/\text{min}$  at different temperatures (700 – 900 °C) and times (1 – 3 h). These experiments were carried out to determine the best conditions for each treatment. The carbons obtained under the best conditions of pyrolysis ( $C_{SA}$ ), chemical activation ( $CA_{KOH}$ ) and physical activation ( $CA_{CO_2}$ ) showed BET specific surfaces of 477.4, 910.2 and 684.2  $\text{m}^2/\text{g}$ , respectively. In addition, iodine, methylene blue, and sugar discoloration indexes showed that it was feasible to obtain microporous activated carbons through pyrolysis and physical activation processes. Meanwhile, chemical activation developed activated carbons with macro, meso and microporosities. It was determined that the adsorption process required 90 min to reach the equilibrium in any case; this time was used in the following photocatalytic tests. The results showed that there was a synergistic effect on the photocatalytic process by mixing  $\text{TiO}_2$  with  $C_{SA}$  and  $CA_{KOH}$  carbons, since it allowed to degrade about 70 and 90 % of the dye after a 4 hour-treatment. Furthermore, first-order rate constants were 1.4 and 2.2 times higher in the mixtures compared with pure  $\text{TiO}_2$ . Meanwhile, the rate constants obtained from the photodegradation processes developed with  $\text{TiO}_2$  alone and  $\text{TiO}_2:CA_{CO_2}$ , did not show any statistically significant differences. It was concluded that  $\text{TiO}_2:CA_{KOH}$  enhanced the degradation of DB1, suggesting that the chemical properties of  $CA_{KOH}$  actually improved the photoactivity of  $\text{TiO}_2$ .

Keywords: BRL blue dye, Photocatalytic degradation, Titanium dioxide, Industrial waste, Activated carbon, Adsorption.

### 1. INTRODUCCIÓN

En el cantón Pelileo, el uso de colorantes azoicos como el colorante azul BRL (azul directo 1), cuya estructura se muestra en la figura 1, ha incrementado notablemente debido a la versatilidad que presentan tanto en su manejo como en su aplicación sobre diferentes fibras textiles (Municipio de Pelileo, 2014). Se estima que la producción mundial de colorantes destinados al sector textil es de alrededor de 700 000 toneladas al año (Njoku et al., 2014), y que alrededor del

15 % de dicha producción se encuentra contenido en los efluentes que son producidos por cada una de sus respectivas operaciones unitarias (Jantawasu et al., 2009).

Los colorantes azoicos son compuestos orgánicos con estructuras químicas complejas, cuya naturaleza les otorga prolongados periodos de degradación, razón por la que presentan una notable resistencia a ser tratados mediante procesos convencionales (Suresh et al., 2014), por lo que al estar en aguas residuales descargadas hacia diferentes cuerpos

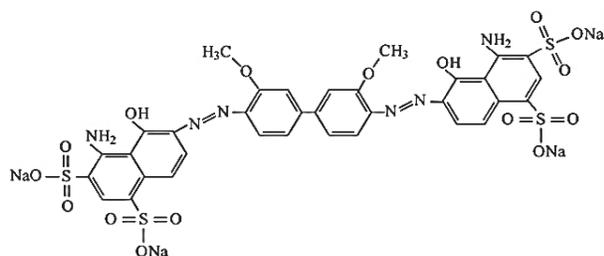
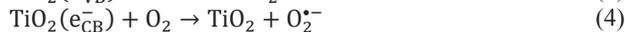
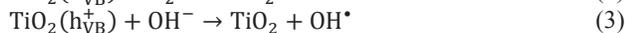
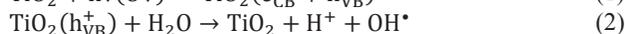
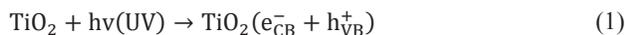


Figura 1. Estructura química del colorante azul BRL (Bayramoglu y Arica, 2007)

hídricos producen cambios considerables de propiedades físico-químicas como la cantidad de oxígeno disuelto, lo que a su vez pone en riesgo la fauna marina (Jantawasu et al., 2009).

Se ha demostrado que la degradación de colorantes orgánicos mediante fotocatalisis heterogénea con TiO<sub>2</sub> permite alcanzar rendimientos relativamente altos atribuidos a la generación *in-situ* de radicales hidroxilo (•OH) por efecto de la fotoexcitación ocasionada sobre la superficie del material semiconductor a causa de radiación UV incidente de acuerdo al siguiente mecanismo (Konstantinou y Albanis, 2004):



Dicha generación permite oxidar los contaminantes presentes en una solución para, posteriormente, degradarlos a sustancias con estructuras más simples como CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O y N<sub>2</sub> (Konstantinou y Albanis, 2004).

Sin embargo, el proceso fotocatalítico cuenta con ciertas limitaciones debido a la superficie específica y a la capacidad de adsorción del TiO<sub>2</sub> (Araña et al, 2003), lo cual hace que sea necesario buscar una alternativa que permita su optimización. Yu et al. (2005) sugieren que el proceso puede ser mejorado mediante la adición de carbón activado, ya que favorece la interacción entre el contaminante y los radicales libres generados a causa de la difusión del contaminante desde la fase acuosa hacia los sitios activos del TiO<sub>2</sub>, puesto que la radiación UV provoca que los contaminantes y las partículas de TiO<sub>2</sub> presenten un carácter hidrofóbico e hidrofílico, respectivamente (Li Puma et al., 2008).

Por otra parte, Matos et al. (2013a) sugieren estudiar el proceso de fotocatalisis heterogénea con una mezcla mecánica conformada por carbón activado y TiO<sub>2</sub>, con la finalidad de determinar el efecto que genera tanto la adsorción como las propiedades químicas del carbón activado en la foto-actividad del TiO<sub>2</sub> así como también el rendimiento global del proceso.

El carbón activado es un material que puede ser obtenido a partir de diferentes precursores y se caracteriza por contar con propiedades como su porosidad y elevada área superficial, las mismas que dependen principalmente de las condiciones a las que ha sido llevado a cabo el proceso de activación, y del agente activante (Deng et al., 2010; Sütçü y Demiral, 2008).

En los últimos años, el proceso de síntesis de carbón activado

a partir de residuos lignocelulósicos ha sido económicamente atractivo debido a la factibilidad de obtener un producto con un alto valor agregado a partir de materiales considerados como desechos (Matos et al., 2011 y Kan et al., 2015).

En la provincia de Pichincha, las empresas que se dedican a la elaboración de tableros aglomerados y laminados producen residuos conformados por cortezas de árbol, cuya característica primordial es su contenido de lignina, la misma que presenta prolongados periodos de degradación, y al entrar en contacto con el suelo, afecta su fertilidad (Sariyildiz y Anderson, 2003). Sin embargo, dicho carácter lignocelulósico hace que su uso como materia prima de carbón activado sea una alternativa adecuada para su valorización.

La presente investigación tiene como objetivo estudiar la degradación fotocatalítica del colorante azul BRL con el uso de TiO<sub>2</sub> asistido con carbón activado obtenido a partir de un residuo generado por una empresa del país, mediante tres tratamientos diferentes; con la finalidad de determinar el aporte de sus propiedades en el rendimiento del proceso.

## 2. METODOLOGÍA

### 2.1 Caracterización de la materia prima

La materia prima utilizada para el desarrollo de la presente investigación correspondió al residuo proveniente del área de reducción de tamaño de una fábrica de elaboración de tableros, localizada en la provincia de Pichincha. Dicho residuo fue pulverizado y caracterizado mediante la determinación de sus propiedades de acuerdo con las siguientes normas:

Densidad real (ASTM-D854-14) y aparente (ASTM-D2854-09), humedad (ASTM-D3173), análisis de volátiles (ASTM-D3175), contenido de cenizas y carbón fijo (ASTM-D3174).

Adicionalmente, se obtuvo la curva de degradación térmica de la muestra mediante un análisis en el equipo Shimadzu TGA-50, con un flujo de N<sub>2</sub> de 50 cm<sup>3</sup>/min y una velocidad de calentamiento de 10 °C/min hasta 1 000 °C. Dicho estudio fue realizado con la finalidad de determinar el contenido de hemicelulosa, celulosa y lignina mediante la aplicación del método de deconvolución (Meza, 2014).

### 2.2 Obtención del Carbón activado

#### 2.2.1 Pirólisis de la materia prima

Se colocaron 10 g de muestra seca y molida dentro de una mufla Lindberg/Blue BF51728C-1 a temperaturas de 400, 500 y 600 °C con tiempos de residencia de 1,0, 1,5 y 2,0 h en una atmósfera reductora, para lo que se utilizaron crisoles tapados (Oyedum et al., 2012).

Las mejores condiciones de pirólisis fueron determinadas con base en los resultados de los ensayos de determinación del contenido de carbón fijo (ASTM-D3174) realizados a los carbonos obtenidos a cada una de las condiciones en estudio; mientras que el carbón producido bajo las mejores condiciones del proceso de pirólisis fue denominado C<sub>SA</sub>.

### 2.2.2 Activación química con hidróxido de potasio

Se colocaron 10 g del carbón obtenido a las mejores condiciones de pirólisis ( $C_{SA}$ ) en un vaso de precipitación con KOH en relaciones 1:1, 2:1, 3:1, 4:1, y 5:1 (g KOH: g carbón) con 200 mL de agua destilada. El sistema fue agitado a razón de 500 rpm y sometido a ebullición con la finalidad de alcanzar una adecuada impregnación del agente activante (Zhao et al., 2012). Posteriormente; el material impregnado fue secado a 110 °C por 12 h para eliminar el agua residual.

Se colocó la muestra impregnada dentro de un crisol de arcilla e inicialmente fue activado a una temperatura de 700 °C por un lapso de 2 h en una atmósfera reductora (Meng y Park, 2010). Posteriormente, se eliminó el KOH residual del carbón activado mediante lavados con agua destilada hasta que el pH final del agua fuera igual al pH inicial.

La relación de impregnación del proceso se seleccionó con base en el índice de yodo determinado de acuerdo con el procedimiento señalado en la norma NTE INEN 1988:94.

Se repitió el proceso para determinar la temperatura y tiempo de activación, para lo que se evaluó el procedimiento a temperaturas de 700, 800 y 900 °C por 0,5, 1,0, 2,0 y 3,0 h, con la mejor relación "KOH:Carbon" previamente determinada (Zhao et al., 2012). El carbón obtenido con las mejores condiciones de activación fue denominado  $CA_{KOH}$ .

### 2.2.3 Activación física con dióxido de carbono

Para el proceso de activación física, se trabajó en un horno tubular Nabertherm P 330 con 1 g de carbón obtenido a las mejores condiciones de pirólisis por navacilla cerámica. Se realizaron pruebas a temperaturas de 700, 800 y 900 °C por 1,0, 2,0 y 3,0 h, con un flujo de  $CO_2$  de 150 N  $cm^3/min$  (Matos et al., 2011).

Las condiciones de activación fueron determinadas con base en el índice de yodo y en la tasa de gasificación ("burn off") del proceso de activación de acuerdo con la ecuación 5 (Jung y Kim, 2014):

$$\text{"Burn off"} = \frac{m_o - m_f}{m_o} \times 100 \quad (5)$$

Donde  $m_o$  representa la masa inicial de carbón y  $m_f$  es la masa de carbón activado. El carbón obtenido bajo las mejores condiciones de activación física fue llamado  $CA_{CO_2}$ .

Posteriormente, los carbones obtenidos a las mejores condiciones de pirólisis ( $C_{SA}$ ), activación química ( $CA_{KOH}$ ) y activación física ( $CA_{CO_2}$ ) fueron caracterizados mediante la determinación de parámetros como: índice de decoloración de azúcar (Meza, 2014), índice de yodo (NTE:INEN-1988:94), índice de azul de metileno (Meza, 2014), densidad real y aparente (ASTM-C128-88), superficie específica Brunauer-Emmett-Teller (BET) mediante la adsorción típica de  $N_2$ , morfología a través del microscopio electrónico de barrido (MEB) y los grupos funcionales ácidos mediante titulación Boehm (Jerez, 2014)

### 2.3 Adsorción de colorante azul BRL

#### 2.3.1 Equilibrio de adsorción

Se colocaron 50 mg de  $TiO_2$  degussa P25 en un recipiente con 25 mL de solución de colorante azul BRL con una concentración inicial de 50 mg/L a una temperatura de 20 °C, con agitación a razón de 200 rpm y en condiciones de oscuridad para evitar la influencia de toda fuente de radiación externa. Se tomaron muestras luego de 10, 20, 30, 45, 60, 90, 120 y 180 min de tratamiento y se las centrifugó con el equipo Wifug 2000E a razón de 4 000 rpm por 20 min. Se midió la absorbancia de los sobrenadantes a una longitud de onda de 565 nm en un espectrómetro UV-Vis Hitachi U-19000 (Maneerung et al., 2016), con la finalidad de determinar la concentración y el tiempo que tardó el sistema hasta alcanzar el estado de equilibrio (Matos et al., 2010).

Posteriormente, se repitió el procedimiento con el uso de 10 mg de cada uno de los carbones activados puros obtenidos bajo las mejores condiciones de pirólisis ( $C_{SA}$ ), activación química ( $CA_{KOH}$ ) y activación física ( $CA_{CO_2}$ ); y además, con mezclas en relación carbón: $TiO_2$  de 10:50, la misma que fue establecida mediante pruebas preliminares.

#### 2.3.2 Isotermas de adsorción

Se colocaron 50 mg de  $TiO_2$  en frascos con 25 mL de solución de colorante con concentraciones comprendidas entre 20 y 100 mg/L y agitación magnética a razón de 200 rpm por un lapso de 24 h a una temperatura de 20 °C, en condiciones de oscuridad. Luego de dicho período, se centrifugaron las soluciones y se midió su absorbancia.

Se probaron los modelos de Langmuir y Freundlich para determinar el mecanismo al que se ajustó el proceso, de acuerdo con las ecuaciones 6 y 7, respectivamente.

$$\frac{C_e}{q_e} = \frac{1}{K_L q_{max}} + \frac{1}{q_{max}} C_e \quad (6)$$

$$\ln q_e = \frac{1}{n} \ln C_e + \ln K_F \quad (7)$$

Donde  $q_e$  es la cantidad de colorante adsorbida por cada suspensión por unidad de masa de catalizador (mg/g),  $C_e$  es la concentración de la solución en el equilibrio (mg/L),  $q_{max}$  es la cantidad máxima de colorante adsorbido por cada suspensión (mg/g),  $K_L$  es la constante del modelo de Langmuir y  $K_F$  y  $n$  son constantes del modelo de Freundlich (Djilani et al., 2015).

Se repitió el proceso con 10 mg de los carbones  $C_{SA}$ ,  $CA_{KOH}$  y  $CA_{CO_2}$ ; y con mezclas en relación carbón: $TiO_2$  de 10:50.

#### 2.4 Pruebas de foto-degradación de colorante Azul BRL

En un recipiente, se colocaron 50 mg de  $TiO_2$  y 25 mL de solución con una concentración de colorante azul BRL igual a 50 mg/L. Inicialmente, el proceso fue realizado en condiciones de oscuridad y agitación a razón de 200 rpm a temperatura de 20 °C por el tiempo determinado en el acápite 2.3.1. Una vez que el sistema alcanzó el equilibrio de adsorción, se añadió una

alícuota de una solución madre con una concentración de colorante de 3 500 mg/L para reponer la cantidad de colorante adsorbido por el catalizador y estudiar el proceso de foto-degradación con la misma concentración inicial (50 mg/L) en todos los ensayos.

Finalmente, se incidió luz UV sobre el sistema, para lo que se utilizó una lámpara de vapor de mercurio de baja presión con una potencia de 15 W colocada a una distancia de 5 cm sobre la solución. Se analizó la concentración del sistema luego de 30, 60, 90, 120, 180, 240, 300, 360 y 420 min.

El procedimiento fue repetido con 10 mg de cada uno de los carbones  $C_{SA}$ ,  $CA_{KOH}$  y  $CA_{CO_2}$ , así como también con mezclas en relación carbón:TiO<sub>2</sub> de 10:50.

### 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

#### 3.1 Caracterización de la materia prima

##### 3.1.1 Caracterización química

El residuo lignocelulósico presentó un contenido de humedad de alrededor de 46,34 % debido a las condiciones a las que fue almacenado antes del muestreo. Los resultados promedio del contenido de cenizas, volátiles y carbón fijo fueron de 16,67 %, 65,60 % y 17,73 %, respectivamente.

La figura 2 muestra la curva de degradación térmica de la materia prima (curva TGA) y la variación de la masa con respecto al tiempo (curva DTGA); la misma que presenta cuatro picos importantes en rangos de temperatura comprendidos entre 25 – 150 °C, 200 – 300 °C, 300 – 400 °C y 850 – 950 °C, los mismos que correspondieron a la eliminación de la humedad, y a la degradación de la hemicelulosa, celulosa y lignina, respectivamente.

Dichas temperaturas estuvieron en concordancia con lo determinado por Yang et al. (2004), quienes mencionan que los componentes principales del residuo lignocelulósico presentan rangos de temperaturas específicos en los que se ven favorecidas cada una de sus degradaciones, es decir, la degradación de la hemicelulosa se da a temperaturas comprendidas entre 220 y 300 °C, la degradación de la celulosa entre 300 y 340 °C y la degradación de la lignina se

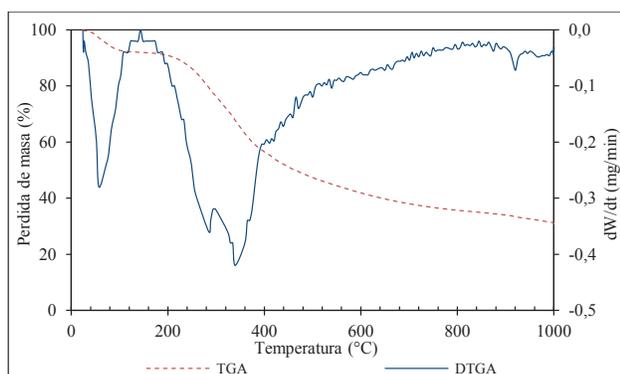


Figura 2. Curva de degradación térmica de la materia prima con  $\beta=10$  °C/min y flujo de N<sub>2</sub> de 50 cm<sup>3</sup>/min

lleva a cabo a temperaturas superiores a 750 °C.

Por lo tanto, al analizar la curva DTGA en dichos rangos de temperaturas mediante el uso del método de deconvolución seguido por Meza (2014), se obtuvieron los porcentajes de hemicelulosa, celulosa y lignina de la materia prima; los mismos que fueron de 30,16 %, 49,76 % y 20,07 %, respectivamente. Se pudo evidenciar que la lignina fue el componente en menor proporción, lo cual conllevó a que el carbón obtenido presente propiedades mecánicas limitadas; por lo que no fue posible obtener carbón activado granular, debido a que la lignina es un compuesto cuya estructura es responsable de las propiedades como la dureza de ciertas fibras naturales (Abdul-Khalil et al., 2006).

Los resultados obtenidos estuvieron en concordancia con lo reportado por Acelas et al. (2010), con lo que fue posible determinar que el residuo utilizado tuvo propiedades químicas similares a las de la madera de pino, que es la materia prima de mayor relevancia en el proceso de producción de tableros aglomerados y laminados.

##### 3.1.2. Caracterización física

Los resultados de los ensayos de determinación de la densidad real y aparente fueron 369,14 y 401,00 kg/m<sup>3</sup>, respectivamente, los mismos que sugirieron que la materia prima requeriría de un considerable espacio para su almacenamiento, puesto que además presentó un ángulo de reposo de aproximadamente 38°.

#### 3.2 Obtención de carbón activado

##### 3.2.1 Pirólisis de la materia prima

La figura 3 muestra la variación del carbón fijo con respecto al tiempo, a diferentes temperaturas. Se puede observar que el valor máximo de carbón fijo fue obtenido mediante un tratamiento a 600 °C por 2 h debido a la eliminación del material volátil. Sin embargo, dicho valor no superó el 60 %; esto pudo haberse dado a causa de la presencia de impurezas asociadas a la materia prima, las cuales probablemente pudieron haber sido adquiridas durante el período de almacenamiento. El carbón obtenido con las mejores condiciones de pirólisis ( $C_{SA}$ ) presentó un 8,00 % de volátiles,

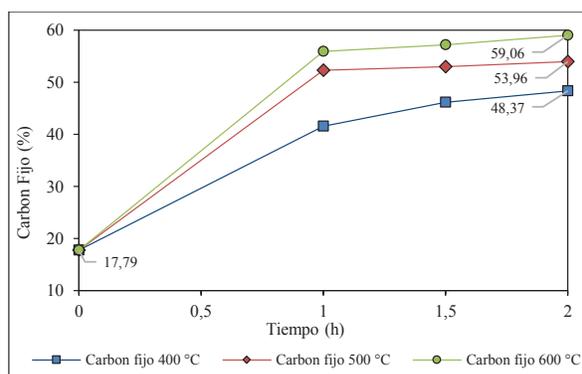


Figura 3. Variación del contenido de carbón fijo con respecto al tiempo a diferentes temperaturas de pirólisis

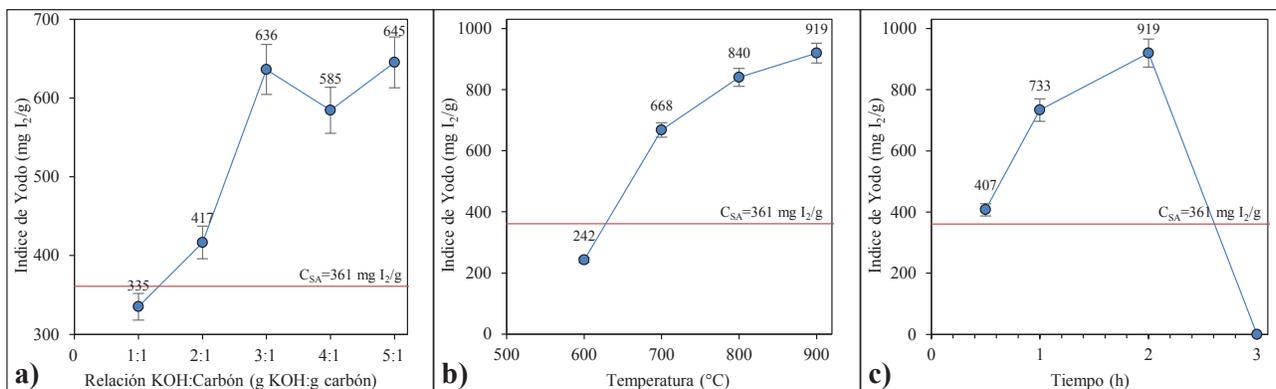


Figura 4. Variación del índice de yodo con respecto a: a) cantidad de agente activante (T=700 °C; t=2 h), b) temperatura (KOH:Carbón=3:1; t=2 h), c) tiempo (KOH:Carbón=3:1; T=900 °C).

32,94 % de cenizas y 59,06 % de carbón fijo.

La muestra obtenida bajo las mejores condiciones de pirólisis mostró un índice de yodo de 361 mg I<sub>2</sub>/g, el cual se utilizó como referencia para el desarrollo de los apartados 3.2.2 y 3.2.3.

### 3.2.2 Activación química con hidróxido de potasio

#### 3.2.2.1 Efecto de la cantidad de agente activante

En la figura 4a, se aprecia la variación del índice de yodo del carbón activado con respecto a las diferentes relaciones “KOH:Carbón” empleadas. Se puede observar que con las relaciones 3:1, 4:1 y 5:1 se alcanzó un importante efecto sobre el índice de yodo, cuyos resultados no presentaron diferencias estadísticamente significativas debido a una posible saturación del carbón, lo cual restó efecto al agente activante. Por tal razón, se definió que la relación 3:1 fue un parámetro adecuado para el proceso, debido a que el consumo de reactivo fue menor en comparación con las demás relaciones estudiadas.

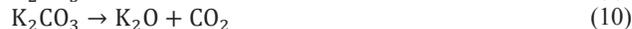
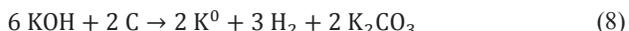
#### 3.2.2.2 Efecto de la temperatura de activación

La figura 4b representa la influencia que tuvo la temperatura en el índice de yodo con una relación de impregnación 3:1 y un tiempo de activación de 2 h; se puede apreciar que el índice de yodo tuvo una relación directa con la temperatura. Al efectuar un análisis estadístico de los resultados obtenidos se concluyó que a 900 °C se tuvo la mayor superficie específica.

El efecto de la temperatura se vio justificado, principalmente, mediante el mecanismo al que se rige el proceso de obtención de carbón activado mediante gasificación con hidróxido de potasio (KOH), el cual se divide en tres importantes etapas. La primera se caracteriza por la reducción del KOH a K<sup>0</sup> y por la formación de K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> y se ve favorecida a partir de temperaturas de 700 °C (ecuación 8). Posteriormente, inicia el proceso de gasificación de la matriz carbonosa a causa de la reducción del K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> a especies como CO, CO<sub>2</sub> y K<sub>2</sub>O en atmósfera reductora, lo que da origen a la formación de la porosidad del carbón de acuerdo con lo mostrado en las ecuaciones 9 y 10 (Deng et al., 2010; Lee et al., 2014).

La etapa final del proceso de activación implica una difusión

del K<sub>2</sub>O que no reaccionó entre las capas del carbón activado, que, al finalizar el proceso, atraviesa por un proceso de rehidratación que regenera el KOH. Por tal razón, fue necesario efectuar un lavado para eliminar el componente en exceso, el cual puede obstruir los poros y alterar los resultados de los ensayos de determinación del índice de yodo (Meng y Park, 2010).



#### 3.2.2.3 Efecto del tiempo de activación

La figura 4c muestra la relación que existió entre el índice de yodo y el tiempo de activación para un proceso llevado a cabo a 900 °C y con una relación de impregnación de 3:1, donde se observa que el índice de yodo incrementó permanentemente hasta un valor máximo luego de 2 h de activación. También se puede observar que luego de 3 h de tratamiento se alcanzó una gasificación total de la matriz carbonosa por efecto de las reacciones mostradas en las ecuaciones 9 y 10, respectivamente; por lo que al finalizar el proceso se obtuvo un sólido traslucido al que no fue posible determinar su respectivo valor del índice de yodo (Deng et al., 2010).

### 3.2.3. Activación con dióxido de carbono

Las figuras 5a y 5b muestran los resultados del índice de yodo y la tasa de gasificación (“Burn off”) del proceso a diferentes temperaturas (700 – 900 °C) y tiempos de residencia (1,0 – 3,0 h). Se puede apreciar que a una temperatura de 700 °C se obtuvieron los índices de yodo más bajos debido a la escasa tasa de gasificación del proceso (10,0 %, 12,7 % y 26,7 %, respectivamente), mientras que a 900 °C, fue posible producir carbones activados con índices de yodo de alrededor de 1 000 mg I<sub>2</sub>/g debido a una maximización de la tasa de gasificación del proceso; sin embargo, el proceso fue considerado no rentable debido a que los rendimientos alcanzados fueron cercanos al 14 % (“Burn off”=86,31 %).

Ghouma et al. (2014) mencionan que para llevar a cabo un proceso de activación de manera adecuada, es necesario tener un balance adecuado entre el área desarrollada y la tasa de gasificación, ya que si dicho valor tiende a 100 el proceso es

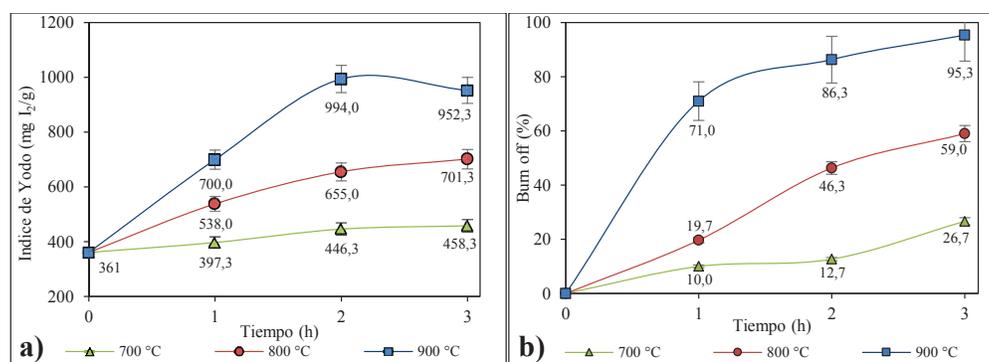


Figura 5. a) Variación del índice de yodo a diferentes temperaturas con respecto al tiempo, b) Variación del “burn off” con respecto al tiempo

considerado no factible; mientras que si el resultado es cercano a 0, la activación será prácticamente nula. Dicho fenómeno se justifica mediante el mecanismo que rige el proceso de activación, puesto que el gas reacciona con los átomos de carbón y da origen a la tasa de gasificación (“Burn off”) y, como consecuencia, permite la generación de los poros del carbón activado, debido a la producción de CO de acuerdo con la reacción mostrada en la ecuación 11 (Jung y Kim, 2014).



Por tal razón, en la figura 5a se puede observar que a partir de 2 h de activación, no existieron diferencias estadísticamente significativas con respecto al índice de yodo de los carbones sometidos a las tres temperaturas de activación. Mientras que en la figura 5b, se observa que a dicho tiempo, la tasa de gasificación del proceso a una temperatura de 800 °C, tiene un valor promedio de 46,3 % y permite obtener carbones de activación media.

Consecuentemente, se determinó que las mejores condiciones de activación física con CO<sub>2</sub> fueron alcanzadas al llevar a cabo un proceso a una temperatura de 800 °C por un tiempo de activación 2 h, con lo que se obtuvo un carbón activado con un índice de yodo de alrededor de 655 mg I<sub>2</sub>/g.

### 3.2.4 Caracterización de los carbones obtenidos

#### 3.2.4.1 Caracterización física

La tabla 1 muestra los resultados de la caracterización de los carbones obtenidos a las mejores condiciones de los procesos de pirólisis (C<sub>SA</sub>), activación química (CA<sub>KOH</sub>) y activación física (CA<sub>CO2</sub>), donde se puede observar que cada proceso permitió desarrollar carbones microporosos con diferentes grados de activación y con índices de yodo de 920, 703 y 361 mg I<sub>2</sub>/g<sub>CA</sub> para los carbones CA<sub>KOH</sub>, CA<sub>CO2</sub> y C<sub>SA</sub>, respectivamente.

Por otra parte, los carbones C<sub>SA</sub> y CA<sub>CO2</sub> presentaron índices de azul de metileno de 9 g<sub>AM</sub>/100 g<sub>CA</sub> en ambos casos, y un índice de decoloración de azúcar de 64,73 y 61,65 UBR, respectivamente, con lo que se pudo definir que el proceso de activación física favoreció únicamente a la generación de microporos, a diferencia del carbón CA<sub>KOH</sub>, con el que se obtuvieron valores de 25 mg<sub>AM</sub>/100 g<sub>CA</sub> y 36,98 UBR, respectivamente, lo cual indicó la presencia de meso y macroporos. Dichos resultados se ven reflejados en las imágenes obtenidas a través del microscopio electrónico de barrido (MEB) mostradas en la figura 6, donde se observa que el carbón CA<sub>KOH</sub> presenta macroporos que pudieron observarse con un aumento de 100 μm, por efecto del KOH impregnado, que reaccionó durante la activación.

#### 3.2.4.2 Caracterización química

En la tabla 1, se observa la concentración de los grupos funcionales ácidos presentes en la superficie de los carbones activados obtenidos. Se tomó como referencia a los resultados obtenidos del carbón C<sub>SA</sub>, debido a que la pirólisis es un tratamiento que no se considera como proceso de activación.

Sin embargo, al analizar los resultados correspondientes al carbón CA<sub>CO2</sub>, se observa que la concentración de los grupos funcionales carboxílicos, fenólicos y lactónicos disminuyó con respecto a los resultados del carbón C<sub>SA</sub>, por la degradación de los grupos funcionales presentes en la matriz carbonosa proveniente del proceso pirolítico, la misma que incrementa en procesos de activación llevados a cabo a temperaturas iguales o superiores a 800 °C (Ahmad et al., 2013).

Por otra parte, el carbón CA<sub>KOH</sub> presentó un incremento en la acidez total con respecto a la del carbón C<sub>SA</sub>. Lua y Yang (2004) estipulan que dicho fenómeno se produce por la degradación oxidativa de los anillos aromáticos presentes en la superficie del carbón C<sub>SA</sub> debido al efecto de la etapa de

Tabla 1. Resultados de la caracterización de los carbones activados obtenidos a las mejores condiciones de pirólisis (C<sub>SA</sub>), activación química (CA<sub>KOH</sub>) y activación física (CA<sub>CO2</sub>)

	Densidad real (kg/m <sup>3</sup> )	Densidad aparente (kg/m <sup>3</sup> )	Índice de yodo (mg I <sub>2</sub> /g)	Índice de azul de metileno (g <sub>AM</sub> /100 g <sub>CA</sub> )	Índice de decoloración de azúcar (UBR)	S <sub>BET</sub> (m <sup>2</sup> /g)	Grupos carboxílicos (meq/g)	Grupos fenólicos (meq/g)	Grupos lactónicos (meq/g)	Acidez total (meq/g)
C <sub>SA</sub>	383,25	206	361	9	64,73	467,40	0,18	0,15	0,08	0,40
CA <sub>KOH</sub>	379,25	185	920	25	36,98	910,20	0,45	0,18	0,23	0,85
CA <sub>CO2</sub>	366,11	190	703	9	61,65	684,20	0,08	0,13	0,07	0,28

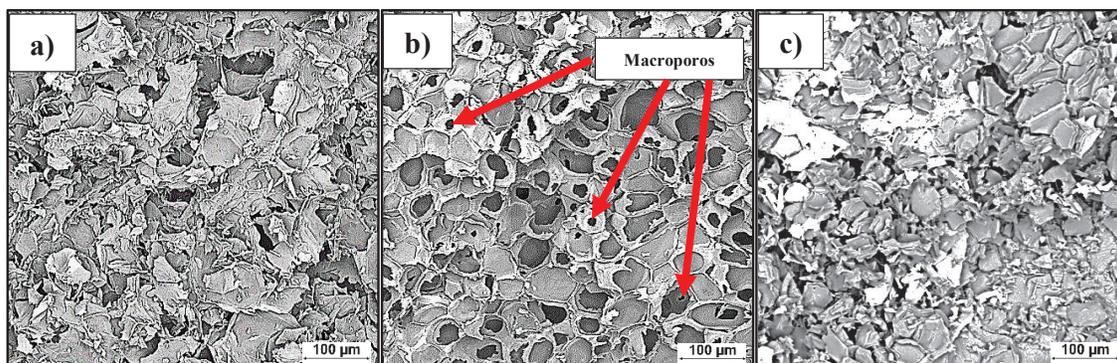


Figura 6. Análisis morfológico de a)  $C_{SA}$ , b)  $CA_{KOH}$  y c)  $CA_{CO_2}$  en el microscopio electrónico de barrido MEB a un aumento de  $100 \mu m$

impregnación de KOH, lo que como resultado implicó un incremento en la concentración de los grupos carboxílicos, láctónicos, fenólicos y, consecuentemente, su acidez total.

### 3.3 Adsorción de colorante azul BRL

#### 3.3.1 Equilibrio de adsorción

La figura 7a representa los resultados de la variación de la concentración de colorante azul BRL con respecto al tiempo para un proceso llevado a cabo en oscuridad, con concentración inicial de  $50 \text{ mg/L}$  y pH de 2. Se puede apreciar que las suspensiones conformadas por los carbones  $C_{SA}$ ,  $CA_{KOH}$  y  $CA_{CO_2}$  puros fueron las que presentaron la menor adsorción de colorante azul BRL con el tiempo y sus concentraciones de equilibrio fueron de alrededor de 37,52, 27,63 y 33,93  $\text{mg/L}$ , respectivamente. Dicho comportamiento se debe a que la masa de carbón empleada en cada caso fue menor que la cantidad de  $TiO_2$  utilizada ( $50 \text{ mg}$ ). Djilani et al. (2015) enuncian que la adsorción de un compuesto tiene una relación directa con la masa de adsorbente, es decir, al trabajar con mayor masa, la adsorción aumentará de igual manera; por lo que este fenómeno únicamente reflejó que el sistema requeriría de una mayor masa de carbón activado para poder adsorber todo el colorante de la solución (Janus et al., 2009)

Además, se puede apreciar que la suspensión conformada por  $50 \text{ mg}$  de  $TiO_2$  fue capaz de adsorber la totalidad del colorante en los primeros 20 min de tratamiento en condiciones de oscuridad, pese a que su superficie específica es de aproximadamente  $56 \text{ m}^2/\text{g}$  (Yu et al., 2005). Konstantinou y Albanis (2004) reportan que tal comportamiento se debe al

punto de cero carga (pzc) del  $TiO_2$ , cuyo valor es de aproximadamente 6,8. Por lo tanto, al haber trabajado a un valor de pH de 2, la superficie del semiconductor presentó carga positiva y, en consecuencia, su afinidad por moléculas con carga negativa, como la del colorante estudiado, se vio favorecida.

Tal comportamiento pudo ser apreciado de igual manera en las suspensiones  $C_{SA}:TiO_2$ ,  $CA_{KOH}:TiO_2$  y  $CA_{CO_2}:TiO_2$  y no necesariamente aseguró que el equilibrio fue alcanzado. Por lo tanto, se efectuó un estudio posterior con una concentración inicial de  $100 \text{ mg/L}$ , cuyos resultados se resumen en la figura 7b y reflejan que el proceso llevado a cabo con las mezclas  $CA_{KOH}:TiO_2$ ,  $CA_{CO_2}:TiO_2$ ,  $C_{SA}:TiO_2$ , y  $TiO_2$  alcanzaron en concentraciones equilibrio de aproximadamente 33,31, 37,59, 40,44 y 43,73  $\text{mg/L}$ , respectivamente. Además, se puede ver que el proceso de adsorción de colorante mejoró al agregar carbón activado.

Finalmente, en las figuras 7a y 7b, se observa que tanto los carbones activados, como el  $TiO_2$  y las mezclas binarias utilizadas, alcanzaron el estado de equilibrio luego de 90 min de tratamiento en la oscuridad, con lo que se aseguró que cualquier cambio posterior en la concentración de colorante azul BRL sería atribuido al proceso de fotocatalisis, el cual es discutido en el apartado 3.4.

#### 3.3.2 Isotermas de adsorción

La tabla 2 muestra los resultados obtenidos de las isotermas de adsorción de colorante azul BRL de cada suspensión estudiada. Se puede observar que los carbones  $C_{SA}$ ,  $CA_{CO_2}$  y

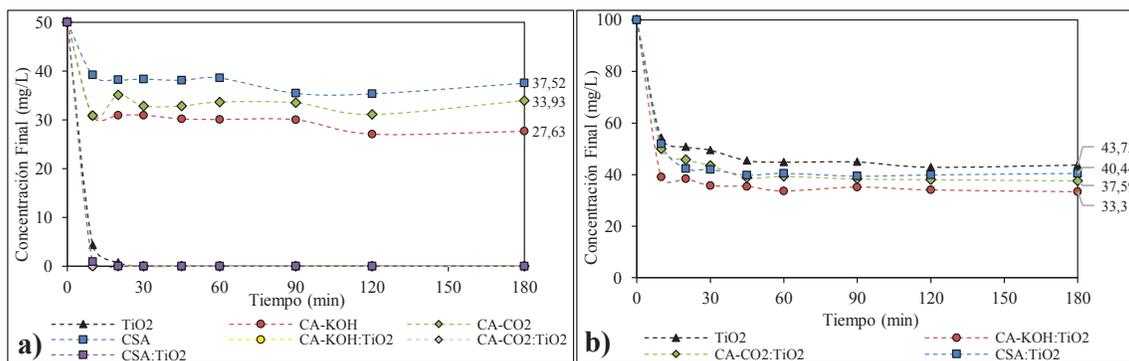


Figura 7. a) Variación de la concentración de colorante con respecto al tiempo para una concentración inicial de  $50 \text{ mg/L}$  y un valor de pH de 2 para todos los sistemas en estudio. b) Variación de la concentración de colorante con respecto al tiempo para una concentración inicial de  $100 \text{ mg/L}$  para las suspensiones  $TiO_2$ ,  $CA_{KOH}:TiO_2$ ,  $CA_{CO_2}:TiO_2$  y  $C_{SA}:TiO_2$ .

**Tabla 2.** Resultados de la caracterización de los carbones activados obtenidos a las mejores condiciones de pirólisis ( $C_{SA}$ ), activación química ( $CA_{KOH}$ ) y activación física ( $CA_{CO2}$ )

Material	Modelo de Langmuir			Modelo de Freundlich			Proceso de foto-degradación		
	$R^2$	$k_L$ (L/mg)	$Q_{max}$ (mg/g)	$R^2$	$k_F$ (L/mg)	n	$k_{app} \times 10^{-3}$ (min $^{-1}$ )	$\Phi_{rel}^*$	$Sy^*$
$C_{SA}$	0,1393	-0,0025	-95,2381	0,9334	0,1525	0,8610	$0,200 \pm 0,000$	$0,042 \pm 0,001$	-
$CA_{KOH}$	0,3125	0,0048	212,7660	0,9351	1,5252	1,2002	$0,367 \pm 0,041$	$0,077 \pm 0,011$	-
$CA_{CO2}$	0,2582	-0,0041	-88,4956	0,9170	0,1969	0,8121	$0,097 \pm 0,004$	$0,020 \pm 0,002$	-
$TiO_2$	0,9324	0,1416	29,4985	0,9343	7,5127	2,9922	$4,800 \pm 0,245$	$1,000 \pm 0,000$	$1,000 \pm 0,000$
$C_{SA}:TiO_2$	0,9900	0,1734	28,8184	0,9069	6,2059	2,3574	$7,000 \pm 0,442$	$1,458 \pm 0,027$	$1,399 \pm 0,028$
$CA_{KOH}:TiO_2$	0,9994	1,3598	27,8552	0,9147	14,9289	4,7015	$10,533 \pm 0,227$	$2,199 \pm 0,063$	$2,041 \pm 0,037$
$CA_{CO2}:TiO_2$	0,9949	0,7639	25,9740	0,9587	13,9015	5,5960	$5,200 \pm 0,367$	$1,089 \pm 0,114$	$1,068 \pm 0,110$

\*  $\Phi = k_{app-i}/k_{app-TiO_2}$  (Matos et al., 2013a)

\*\*  $Sy = k_{app-TiO_2:CA_i}/k_{app-TiO_2} + k_{app-CA_i}$  (Matos et al., 2013a)

Respecto a las suspensiones  $TiO_2$ ,  $C_{SA}:TiO_2$ ,  $CA_{CO2}:TiO_2$  y  $CA_{KOH}:TiO_2$  y en función de los resultados que se muestran en la tabla 2, se puede observar que los procesos de adsorción de dichas suspensiones tuvieron un mejor ajuste al modelo de la isoterma de Langmuir.

De igual manera, Yu et al. (2005) efectuaron un estudio en el que definieron que el comportamiento de la adsorción de este tipo de mezclas binarias conformadas por carbón activado y  $TiO_2$  se describe mediante la isoterma de Langmuir debido a que llevan a cabo un proceso de adsorción en monocapa. Consecuentemente, las respectivas constantes de equilibrio  $CA_{KOH}$  se ajustaron al modelo matemático de Freundlich. Yu et al. (2005) enuncian que este comportamiento es común en carbones activados de carácter microporoso, y que sugiere que se ha llevado a cabo una adsorción en múltiple capa. Por otra parte, las constantes de equilibrio ( $K_F$ ) permitieron determinar que la capacidad de adsorción de los carbones producidos varió de acuerdo al siguiente orden:  $CA_{KOH} > CA_{CO2} > C_{SA}$ .

( $K_L$ ) establecieron que la capacidad de adsorción de las suspensiones utilizadas varió de acuerdo al siguiente orden:  $CA_{KOH}:TiO_2 > CA_{CO2}:TiO_2 > C_{SA}:TiO_2 > TiO_2$ .

Se observa que al combinar los carbones  $CA_{KOH}$ ,  $CA_{CO2}$  y  $C_{SA}$  con  $TiO_2$  se alcanzó un efecto sinérgico que incrementó la capacidad de adsorción del sistema con respecto al  $TiO_2$  puro. Dicha mejoría no fue proporcional a la capacidad de adsorción de cada uno de los adsorbentes por separado, lo que puede deberse a que en el instante en el que colisionan los dos sólidos se forma una interfase que afecta directamente a los sitios activos disponibles para adsorber las moléculas de colorante (Matos et al., 2013a).

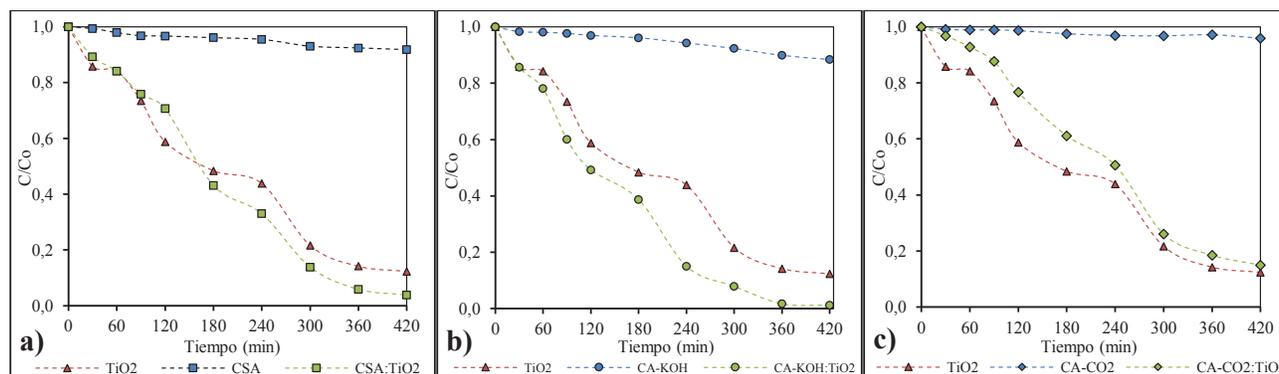
Por tal razón, Matos et al. (2009) y Daneshvar et al. (2003) enuncian que para poder favorecer el proceso de foto-degradación de colorantes azoicos como el azul BRL, cuya estructura se caracteriza por presentar grupos sulfonatos ( $R-SO_3^-$ ), es importante mantener un proceso controlado en el que el colorante sea adsorbido con los grupos  $R-SO_3^-$  orientados directamente hacia la superficie del catalizador; lo cual fue posible al pH de 2 (Konstantinou y Albanis, 2004), que se utilizó en el presente estudio.

### 3.4 Estudios del proceso de fotocatalisis heterogénea

Las figuras 8a, 8b y 8c muestran la fracción de colorante degradado con respecto al tiempo de tratamiento, para los procesos llevados a cabo con la incorporación de los carbones  $C_{SA}$ ,  $CA_{KOH}$  y  $CA_{CO2}$ , respectivamente, bajo la incidencia de radiación UV provista por una lámpara de vapor de mercurio de baja presión de 15 W, luego de un período de 90 min de adsorción en condiciones de oscuridad.

Se puede evidenciar que los carbones puros presentaron una despreciable foto-actividad, debido a que la degradación del colorante fue inferior al 10 % en todos los casos, con lo que se obtuvieron constantes cinéticas de pseudo-primer orden de alrededor de  $0,200E-03$ ,  $0,367E-03$  y  $0,097E-03$  min $^{-1}$  para los carbones  $C_{SA}$ ,  $CA_{CO2}$  y  $CA_{KOH}$ , respectivamente, los mismos que se muestran en la tabla 2. Las degradaciones llevadas a cabo con  $TiO_2$  puro alcanzaron una degradación de aproximadamente el 90 % del colorante en un período de 7 h de tratamiento, con una constante cinética de pseudo-primer orden de alrededor de  $4,800E-03$  min $^{-1}$ .

El comportamiento del sistema al trabajar con la suspensión



**Figura 8.** Cinética de degradación de colorante azul BRL con las suspensiones: a)  $C_{SA}:TiO_2$ , b)  $CA_{KOH}:TiO_2$  y c)  $CA_{CO2}:TiO_2$ , luego de 90 min de adsorción en la oscuridad a pH de 2

$C_{SA}:TiO_2$  muestra que se logró degradar el 90 % del colorante en un período de 5 h de tratamiento, con lo que se obtuvo una constante cinética de pseudo-primer orden de  $7,200E-03 \text{ min}^{-1}$  y valores de foto-actividad relativa ( $\Phi_{rel}$ ) y sinergia (Sy) de 1,458 y 1,359, respectivamente. Mientras que el proceso llevado a cabo con la suspensión  $CA_{KOH}:TiO_2$ , mostró los mejores resultados en la foto-degradación del colorante azul BRL, puesto que se alcanzó una eficiencia de degradación del colorante del 90 % luego de 4 h de tratamiento, y se obtuvo una constante cinética de pseudo-primer orden de  $10,533E-03 \text{ min}^{-1}$ , una foto-actividad relativa promedio de 2,199 y una sinergia total promedio de 2,041.

Un análisis estadístico permitió determinar que existieron diferencias significativas entre los procesos llevados a cabo con las suspensiones  $C_{SA}:TiO_2$  y  $CA_{KOH}:TiO_2$  respecto al proceso llevado a cabo con la suspensión  $TiO_2$ , y que los mejores resultados fueron obtenidos mediante la adición del carbón  $CA_{KOH}$ .

Estos comportamientos se ven justificados al analizar el instante en el que se da una colisión de una partícula de carbón activado con una  $TiO_2$ . En dicho instante, ocurre una transferencia de electrones entre la superficie del carbón activado y la del  $TiO_2$  (Yu et al., 2005); lo cual se vio favorecido al incorporar los carbones  $C_{SA}$  y  $CA_{KOH}$ , los mismos que presentaron las mayores concentraciones de grupos funcionales ácidos. Matos et al., (2013b) mencionan que, mediante la adición de este tipo de carbones, se produce una coordinación entre dichos grupos funcionales y los centros activos disponibles del  $TiO_2$ . Esta coordinación hace posible que el reordenamiento del par electrón-hueco ( $e_{CB}^- + h_{VB}^+$ ) sea retrasado, lo que posiblemente acelera la producción de radicales hidroxilo ( $\cdot OH$ ), superóxido ( $O_2^{\cdot -}$ ) y perhidroxilo ( $HO_2^{\cdot}$ ), y favorece la eficiencia del proceso a causa de una mayor interacción del colorante con los radicales generados (Matos et al., 2009, Matos et al., 2016 y Yu et al., 2005).

Finalmente, el proceso desarrollado con la suspensión  $CA_{CO_2}:TiO_2$  degradó el 90 % del colorante en un período muy similar al del  $TiO_2$  puro; con lo que se obtuvo una constante cinética de pseudo-primer orden promedio de una  $5,200E-03 \text{ min}^{-1}$ , una foto-actividad relativa ( $\Phi_{rel}$ ) de 1,089 y sinergia total (Sy) de 1,068.

Mediante un análisis estadístico, se pudo definir que el proceso llevado a cabo con las suspensiones  $TiO_2$  y  $CA_{CO_2}:TiO_2$  no presentaron diferencias significativas respecto al tiempo de tratamiento y a la cantidad de colorante degradado, lo cual puede ser atribuido a que el carbón  $CA_{CO_2}$  presentó la menor concentración de grupos funcionales ácidos, en comparación con los carbones  $C_{SA}$  y  $CA_{KOH}$ , respectivamente (Matos et al., 2009, Matos et al., 2016 y Yu et al., 2005).

#### 4. CONCLUSIONES

La pirólisis del residuo lignocelulósico presentó los mejores resultados a una temperatura de 600 °C y un tiempo de 2 h.

El carbón obtenido bajo las mejores condiciones de pirólisis ( $C_{SA}$ ) presentó un índice de yodo de 361 mg  $I_2/g$ , un índice de

azul de metileno de 9  $g_{AM}/100 g_{CA}$ , un índice de decoloración de azúcar de 84,72 UBR y una superficie específica de 467  $m^2/g$ .

Las mejores condiciones de activación química con KOH se obtuvieron con una relación KOH:Carbón de 3:1, una temperatura de 900 °C y un tiempo de activación de 2 h.

El carbón activado obtenido bajo las mejores condiciones de activación química con KOH ( $CA_{KOH}$ ) presentó un índice de yodo de 920 mg  $I_2/g$ , un índice de azul de metileno de 25  $g_{AM}/100 g_{CA}$ , un índice de decoloración de azúcar de 39,98 UBR y una superficie específica de 910,2  $m^2/g$ .

Las mejores condiciones del proceso de activación física con  $CO_2$  se alcanzaron a una temperatura de 800 °C y un tiempo de activación de 2 h.

El carbón activado obtenido bajo las mejores condiciones de activación física ( $CA_{CO_2}$ ) presentó un índice de yodo de 703 mg  $I_2/g$ , un índice de azul de metileno de 9  $g_{AM}/100 g_{CA}$ , un índice de decoloración de azúcar de 81,64 UBR y una superficie específica de 684,2  $m^2/g$ .

El carbón activado obtenido a las mejores condiciones de activación química ( $CA_{KOH}$ ) presentó una mayor acidez total, con respecto a los carbones obtenidos con las mejores condiciones de pirólisis ( $C_{SA}$ ) y activación física ( $CA_{CO_2}$ ).

El proceso de adsorción en condiciones de oscuridad alcanzó el equilibrio en un tiempo de 90 min, que fue considerado antes de iniciar el proceso fotocatalítico.

Los mejores resultados de la foto-degradación del colorante azul BRL fueron obtenidos con la suspensión  $CA_{KOH}:TiO_2$ , con la que se obtuvo una constante cinética de pseudo-primer orden de  $10,533E-03 \text{ min}^{-1}$ , una foto-actividad relativa de 2,199, una sinergia total de 2,041 y degradó el 90 % del colorante azul BRL luego de 4 h de tratamiento, dichos resultados fueron atribuidos a la acidez total del carbón  $CA_{KOH}$  puro.

#### 5. AGRADECIMIENTO

Los autores agradecen el financiamiento otorgado por la Escuela Politécnica Nacional para la realización del proyecto PIMI-14-13 – “Estudio de la incorporación de  $TiO_2$  sobre soportes de carbón activado para su uso en la degradación fotocatalítica de colorantes y fenoles”

#### 6. REFERENCIAS

Abdul-Khalil, H., Siti-Alwani, M., y Mohd-Omar, A. (2006). Chemical composition, anatomy, lignin distribution, and cell wall structure of Malaysian plant waste fibers. *Bio Resources*, 1(220-232). Recuperado de: [http://ojs.cnr.ncsu.edu/index.php/BioRes/article/view/BioRes\\_01\\_2\\_220\\_232\\_AbdulKhalil\\_SM\\_Chemical\\_Composition\\_Mayalsian\\_Plant\\_Fibers/128](http://ojs.cnr.ncsu.edu/index.php/BioRes/article/view/BioRes_01_2_220_232_AbdulKhalil_SM_Chemical_Composition_Mayalsian_Plant_Fibers/128) (Mayo, 2016).

Acelas, N., Ruiz, W., y Lopez, D. (2010). Determinación de los parámetros cinéticos en la pirólisis del pino ciprés. *Química Nova*, 33(7), 1 500-1 505. doi:10.1590/S0100-40422010000700014.

- Ahmad, F., Daud, W., Ahmad, M., Radzi, R., y Azmi, A. (2013). The effects of CO<sub>2</sub> activation, on porosity and surface functional groups of cocoa (Theobroma cacao)-Shell based activated carbon. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 1(3), 378-388. doi:10.1016/j.jece.2013.06.004.
- Araña, J., Doña-Rodríguez, J., Tello, E., Garriga, C., Gonzalez-Díaz, O., Herrera-Melián, J., Perez-Peña, J., Colón, G., y Navío, J. (2003). TiO<sub>2</sub> activation by using activated carbon as a support Part I. Surface characterisation and decantability study. *Applied Catalysis*, 11(3), 161-172. doi:10.1016/S0926-3373(03)00107-3.
- Association for Testing Materials (2016). *ASTM-D2854-09:Standard test method for apparent density of activated carbon*. Recuperado de: <http://compass.astm.org/download/D2854.25766.pdf> (Junio, 2016).
- Association for Testing Materials (2016). *ASTM-D3173:Standard test method for moisture in the analysis sample of coal and coke*. Recuperado de: <http://compass.astm.org/download/D3173.8775.pdf> (Junio, 2016).
- Association for Testing Materials (2016). *ASTM-D3174:Standard test method for ash in the analysis sample of coal and coke from coal*. Recuperado de: <http://compass.astm.org/download/D3174.12223.pdf> (Junio, 2016).
- Association for Testing Materials (2016). *ASTM-D3175:Standard Test Method for Volatile Matter in the Analysis Sample of Coal*. Recuperado de: <http://compass.astm.org/download/D3175.10720.pdf> (Junio, 2016).
- Association for Testing Materials (2016). ASTM-D854-14:Standard test methods for specific gravity of soil solids by water pycnometer. Recuperado de: <http://compass.astm.org/download/D854.5460.pdf> (Junio, 2016).
- Bayramoglu, G., y Arica, M. (2007). Biosorption of benzidine based textile dyes "Direct Blue 1 and Direct Red 128" using native and heat-treated biomass of *Trametes versicolor*. *Journal of Hazardous Materials*, 143(1-2), 135-143. doi:10.1016/j.jhazmat.2006.09.002.
- Daneshvar, N., Salari, D., y Khataee, A. (2003). Photocatalytic degradation of azo dye acid red 14 in water: investigation of the effect of operational parameters. *Journal of photochemistry and photobiology*, 157(1), 111-116. doi:10.1016/S1010-6030(03)00015-7.
- Deng, H., Li, G., Yang, H., Tang, J., y Tang, J. (2010). Preparation of activated carbons from cotton stalk by microwave assisted KOH and K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> activation. *Chemical Engineering Journal*, 163(3), 373-381. doi:10.1016/j.cej.2010.08.019.
- Djilani, C., Zaghdoudi, R., Djazi, F., Bouchekima, B., Lallam, A., Modarressi, A., y Rogalski, M. (2015). Adsorption of dyes on activated carbon prepared from apricot stones and commercial activated carbon. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, 53, 1-10. doi:10.1016/j.jtice.2015.02.025.
- Ghouma, I., Jeguirim, M., Dorge, S., Limousy, L., Ghimbeu, C., y Ouederni, A. (2014). Activated carbon prepared by physical activation of olive stones for the removal of NO<sub>2</sub> at ambient temperature. *Comptes Rendus Chimie*, 18(1), 63-74. doi:10.1016/j.crci.2014.05.006.
- Instituto Ecuatoriano de Normalización. (1995). *Norma Técnica Ecuatoriana NTE:INEN 1988:94:Determinación del número de yodo*. Recuperado de: <http://www.inen.gov.ec/images/pdf/nte/1988.pdf> (Junio, 2016).
- Jantawasu, P., Sreethawong, T., y Chavadej, S. (2009). Photocatalytic activity of nanocrystalline mesoporous-assembled TiO<sub>2</sub> photocatalyst for degradation of methyl orange monoazo dye in aqueous wastewater. *Chemical Engineering Journal*, 155(1-2), 223-233. doi:10.1016/j.cej.2009.07.036.
- Janus, M., Kusiak, E., Choina, J., Ziebro, J. y Morawski, A. (2009). Enhanced adsorption of two azo dyes produced by carbon modification of TiO<sub>2</sub>. *Desalination*, 249(1), 359-363. doi: 10.1016/j.desal.2009.04.013.
- Jerez, C. (2014). *Diseño de una planta para la obtención de carbón activado a partir de casca de palmiste (Elaeis guineensis) mediante activación química con cloruro de zinc*. (Proyecto de titulación previo a la obtención del título de Ingeniero Químico), Escuela Politécnica Nacional, Quito, Ecuador.
- Jung, S., y Kim, J. (2014). Production of biochars by intermediate pyrolysis and activated carbons from oak by three activation methods using CO<sub>2</sub>. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 107, 116-122. doi:10.1016/j.jaap.2014.02.011.
- Kan, Y., Yue, Q., Gao, B., y Li, Q. (2015). Preparation of epoxy resin-based activated carbons from waste printed circuit boards by steam activation. *Materials letters*, 159(15), 443-446. doi:10.1016/j.matlet.2015.07.053.
- Konstantinou, I., y Albanis, T. (2004). TiO<sub>2</sub>-assisted photocatalytic degradation of azo dyes in aqueous solution: kinetic and mechanistic investigations A review. *Applied Catalysis*, 49(1), 1-14. doi:10.1016/j.apcatb.2003.11.010.
- Lee, S., Yoo, H., Park, S., Park, S., Oh, Y., Rhee, K. y Park, S. (2014). Preparation and characterization of pitch-based nanoporous carbons for improving CO<sub>2</sub> capture. *Journal of Solid State Chemistry*, 215, 201-205. doi: 10.1016/j.jssc.2014.03.038.
- Li Puma, G., Bono, A., Krishnaiah, D., y Collin, J. (2008). Preparation of titanium dioxide photocatalyst loaded onto activated carbon support using chemical vapor deposition: A review paper. *Journal of hazardous materials*, 157(2-3), 209-219. doi:10.1016/j.jhazmat.2008.01.040.
- Lua, A., y Yang, T. (2004). Effect of activation temperature on the textural and chemical properties of potassium hydroxide activated carbon prepared from pistachio-nut shell. *Journal of Colloid and Interface Science*, 274(2), 594-601. doi:10.1016/j.jcis.2003.10.001.
- Maneerung, T., Licew, J., Dai, Y., Kawi, S., Chong, C., y Wang, C. (2016). Activated carbon derived from carbon residue from biomass gasification and its application for dye adsorption: kinetics, isotherms and thermodynamic studies. *Bioresour. technology*, 200, 350-359. doi:10.1016/j.biortech.2015.10.047.
- Matos J., Fierro, V., Montaña, R., Rivero, E., Martínez de Yuso, A., Zhao, W y Celzard, A. (2016). High surface area microporous carbons as photoreactors for the catalytic photodegradation of methylene blue under UV-vis irradiation. *Applied Catalysis A: General*, 517, 1-11. doi: 10.1016/j.apcata.2016.02.031..
- Matos, J., García, A., y Poon, P. (2010). Environmental green chemistry applications of nanoporous carbons. *Journal of Materials Science*, 45(28), 4 934-4 944. doi:10.1007/s10853-009-4184-2.
- Matos, J., García, A., Cordero, T., Chovelon, J., y Ferronato, C. (2009). Eco-friendly TiO<sub>2</sub>-AC Photocatalyst for the Selective Photooxidation of 4-Chlorophenol. *Catalysis Letters*, 130(2), 568-574. doi:10.1007/s10562-009-9989-8.
- Matos, J., Hofman, M., y Pietrzak, R. (2013a). Synergy effect in the photocatalytic degradation of methylene blue on a suspended mixture of TiO<sub>2</sub> and N-containing carbons. *Carbon*, 54, 460-471. doi:10.1016/j.carbon.2012.12.002.
- Matos, J., Montaña, R., y Rivero, E. (2013b). Influence of activated carbon upon the photocatalytic degradation of methylene blue under UV-vis irradiation. *Environmental Science and Pollution Research*, 22(2), 784-791. Doi: 10.1007/s11356-014-2832-9.
- Matos, J., Rosales, M., García, A., Nieto-Delgado, C., y Rangel-Mendez, J. (2011). Hybrid photoactive materials from municipal sewage sludge for the photocatalytic degradation of methylene blue. *Green Chemistry*, 13, 3 431-3 439. doi:10.1039/c1gc15644f.
- Meng, L., y Park, S. (2010). Effect of heat treatment on CO<sub>2</sub> adsorption of KOH-activated graphite nanofibers. *Journal of Colloid and Interface Science*, 352(2), 498-503. doi:10.1016/j.jcis.2010.08.048.
- Meza, I. (2014). *Diseño de una planta para la obtención de carbón activado a partir de neumáticos de automóvil fuera de uso NFU's*. (Proyecto de titulación previo a la obtención del título de Ingeniero Químico), Escuela Politécnica Nacional, Quito, Ecuador.
- Municipio de Pelileo. (2014). *Plan de desarrollo local*. Recuperado de: <http://goo.gl/15zb1L> (Junio, 2016).

Njoku, V., Foo, K., Asif, M., y Hameed, B. (2014). Preparation of activated carbons from rambutan (*Nephelium lappaceum*) peel by microwave-induced KOH activation for acid yellow 17 dye adsorption. *Chemical Engineering Journal*, 250, 198-204. doi:10.1016/j.ccej.2014.03.115.

Oyedum, A., Gebreegziabher, T., y Hui, C. (2012). Mechanism and modeling of bamboo pyrolysis. *Fuel processing technology*, 106, 595-604. doi:10.1016/j.fuproc.2012.09.031.

Sariyildiz, T., y Anderson, J. (2003). Interactions between litter quality, decomposition and soil fertility: a laboratory study. *Soil Biology and Biochemistry*, 35(3), 391-399. doi:10.1016/S0038-0717(02)00290-0.

Suresh, P., Vijaya, J., y Kennedy, J. (2014). Photocatalytic degradation of textile-dyeing wastewater by using a microwave combustion-synthesized zirconium oxide supported activated carbon. *Materials Science in Semiconductor Processing*, 27, 482-493. doi:10.1016/j.mssp.2014.06.050.

Sütçü, H., y Demiral, H. (2008). Production of granular activated carbons from loquats stones by chemical activation. *Journal of analytical and applied pyrolysis*, 84(1), 47-52. doi:10.1016/j.jaap.2008.10.008.

Yang, H., Yan, R., Chin, T., Tee, D., Chen, H., y Zheng, C. (2004). Thermogravimetric analysis-Fourier transform infrared analysis of palm oil waste pyrolysis. *Energy and fuels*, 18(6), 1 814-1 821. doi:10.1021/ef030193m.

Yu, Y., Yu, J., Chan, C., Che, Y., Zhao, J., Ding, L., Ge, W., y Wong, P. (2005). Enhancement of adsorption and photocatalytic activity of TiO<sub>2</sub> by using carbon nanotubes for the treatment of azo dye. *Applied Catalysis B: Environmental*, 61(1-2), 1-11. doi:10.1016/j.apcatb.2005.03.008.

Zhao, W., Fierro, V., Fernandez-Huerta, N., Izquierdo, M., y Celzard, A. (2012). Impact of synthesis conditions of KOH activated carbons on their hydrogen storage capacities. *International journal of hydrogen energy*, 37(19), 14 278 - 14 284. doi:10.1016/j.ijhydene.2012.06.110.

## **FICHAS TÉCNICAS**

## FICHA TÉCNICA I

### DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE HUMEDAD DEL RESIDUO LIGNOCELULOSICO

**Muestra:** Residuo industrial

**Objetivo:** Determinar el contenido de humedad del residuo utilizado para el desarrollo de la presente investigación, con base en la norma ASTM D3173 “Standard test method for moisture in the analysis sample of coal and coke”.

**Tabla FTI.1** Datos experimentales obtenidos para la determinación del contenido de humedad del residuo lignocelulósico

Repetición	Peso Crisol (g)	Muestra inicial (g)	Crisol + muestra final (g)	Humedad (%)	Humedad promedio (%)
1	20,9947	1,0019	21,5057	49,00	46,34
2	24,1212	1,0010	24,6798	44,20	
3	19,7968	1,0019	20,3396	45,82	

**Ejemplo de cálculo:**

$$\% \text{ Humedad} = \frac{(\text{masa}_{\text{crisol+m.final}} - \text{masa}_{\text{crisol}}) - \text{masa}_{\text{inicial}}}{\text{masa}_{\text{inicial}}} \times 100 \quad [\text{FTI.1}]$$

$$\% \text{ Humedad} = \frac{(21,5957 - 20,9947) - 1,0019}{1,0019} \times 100$$

$$\% \text{ Humedad} = 49,00 \%$$

$$\% \text{ Humedad promedio} = \frac{49,00 + 44,20 + 55,82}{3}$$

$$\% \text{ Humedad promedio} = 46,34 \%$$

## FICHA TÉCNICA II

### DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE VOLÁTILES DEL RESIDUO LIGNOCELULOSICO

**Muestra:** Residuo industrial

**Objetivo:** Determinar el contenido de volátiles del residuo utilizado para el desarrollo de la presente investigación, con base en la norma ASTM D3175 “*Standard Test Method for Volatile Matter in the Analysis Sample of Coal and Coke*”.

**Tabla FTII.1** Datos obtenidos para la determinación del contenido de volátiles del residuo lignocelulósico

Repetición	Masa crisol (g)	Masa inicial (g)	Masa sin humedad (g)	Crisol + masa final (g)	Volátiles* (%)	Volátiles promedio (%)
1	20,9947	1,0019	0,5110	21,1688	65,93	65,60
2	24,1212	1,0010	0,5586	24,3078	66,60	
3	19,7968	1,0019	0,5428	19,9907	64,28	

\* Cálculos realizados en base seca

#### Ejemplo de cálculo:

$$\% \text{ Volátiles} = \frac{\text{masa}_{\text{sin humedad}} - (\text{masa}_{\text{crisol+m.final}} - \text{masa}_{\text{crisol}})}{\text{masa}_{\text{sin humedad}}} \times 100 \quad [\text{FTII.1}]$$

$$\% \text{ Volátiles} = \frac{0,5110 - (21,1688 - 20,9947)}{0,5110} \times 100$$

$$\% \text{ Volátiles} = 65,93 \%$$

## FICHA TÉCNICA III

### DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE CENIZAS Y CARBÓN FIJO DEL RESIDUO LIGNOCELULOSICO

**Muestra:** Residuo industrial

**Objetivo:** Determinar el contenido de cenizas y carbón fijo del residuo utilizado para el desarrollo de la presente investigación, con base en la norma ASTM D3174 “Standard test method for ash in the analysis sample of coal and coke from coal”.

**Tabla FTIII.1** Datos obtenidos para la determinación del contenido de cenizas y carbón fijo del residuo lignocelulósico

Rep	Masa crisol (g)	Masa inicial (g)	Masa sin humedad (g)	Crisol + masa final (g)	Cenizas* (%)	Cenizas* promedio (%)	Carbón fijo* (%)	Carbón fijo* promedio (%)
1	20,9947	1,0019	0,5110	21,0757	15,85	16,67	18,22	17,73
2	24,1212	1,0010	0,5586	24,2108	16,04		17,36	
3	19,7968	1,0019	0,5428	19,8951	18,11		17,61	

\* Cálculos realizados en base seca

#### Ejemplo de cálculo:

$$\% \text{ Cenizas} = \frac{\text{masa}_{\text{crisol+m.final}} - \text{masa}_{\text{crisol}}}{\text{masa}_{\text{sin humedad}}} \times 100 \quad [\text{FTIII.1}]$$

$$\% \text{ Cenizas} = \frac{21,0757 - 20,9947}{0,5110} \times 100$$

$$\% \text{ Cenizas} = 15,85 \%$$

$$\% \text{ Carbón fijo} = 100 - \% \text{ Volátiles} - \% \text{ Cenizas} \quad [\text{FTIII.2}]$$

$$\% \text{ Carbón fijo} = 100 - 65,93 - 16,67$$

$$\% \text{ Carbón fijo} = 18,22 \%$$

## FICHA TÉCNICA IV

### DETERMINACIÓN DE LA DENSIDAD REAL DEL RESIDUO LIGNOCELULÓSICO

**Muestra:** Residuo industrial seco

**Objetivo:** Determinar la densidad real del residuo utilizado para el desarrollo de la presente investigación, con base en la norma ASTM D854 14 "Standard test methods for specific gravity of soil solids by water pycnometer".

**Tabla FTIV.1** Datos obtenidos para la determinación de la densidad real del residuo lignocelulósico

Repetición	Masa pycnómetro (g)	Masa pycnómetro + muestra (g)	Masa pycnómetro + muestra + agua (g)	Masa pycnómetro + agua (g)	Densidad real (kg/m <sup>3</sup> )
1	16,0152	17,0166	39,9943	41,7001	369,90
2	23,9620	24,9612	47,1065	48,8035	370,60
3	24,0121	25,0094	47,0536	48,7742	366,94

**Ejemplo de cálculo:**

$$\rho_{\text{real}} = \rho_{\text{H}_2\text{O}} \times \frac{1}{1 + \frac{m_{\text{pic+agua}} - m_{\text{pic+muestra+agua}}}{m_{\text{pic+muestra}} - m_{\text{pic}}}} \quad [\text{FTIV.1}]$$

Donde:

$\rho_{\text{real}}$ : Densidad real de la muestra

$\rho_{\text{H}_2\text{O}}$ : Densidad del agua

$$\rho_{\text{real}} = 1000 \times \frac{1}{1 + \frac{41,7001 - 39,9943}{17,0166 - 16,0152}}$$

$$\rho_{\text{real}} = 369,90 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3}$$

## FICHA TÉCNICA V

### DETERMINACIÓN DE LA DENSIDAD APARENTE DEL RESIDUO LIGNOCELULÓSICO

**Muestra:** Residuo industrial seco

**Objetivo:** Determinar la densidad aparente del residuo utilizado para el desarrollo de la presente investigación, con base en la norma ASTM D2854 09 “*Standard test method for apparent density of activated carbon*”.

**Tabla FTV.1** Datos obtenidos para la determinación de la densidad aparente del residuo lignocelulósico

Repetición	Peso muestra (g)	Volumen muestra (mL)	Densidad aparente (kg/m <sup>3</sup> )
1	39,5	100	395
2	42,2	100	422
3	38,2	100	382

**Ejemplo de cálculo:**

$$\rho_{ap} = \frac{\text{masa muestra}}{\text{volumen muestra}} \quad [\text{FTV.1}]$$

Donde:

$\rho_{ap}$ : Densidad aparente de la muestra

$$\rho_{ap} = \frac{39,5 \text{ g}}{100 \text{ mL}} \times \frac{1000 \text{ mL}}{1 \text{ L}} \times \frac{1000 \text{ L}}{1 \text{ m}^3} \times \frac{1 \text{ kg}}{1000 \text{ g}}$$

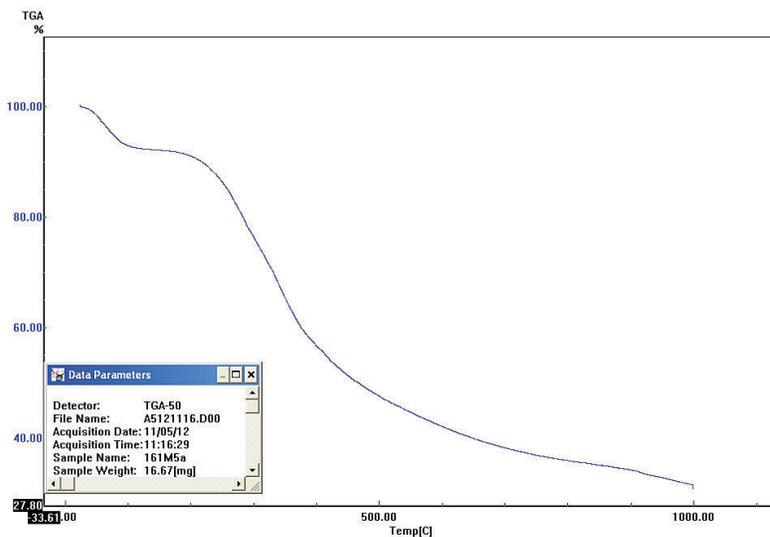
$$\rho_{ap} = 395 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3}$$

## FICHA TÉCNICA VI

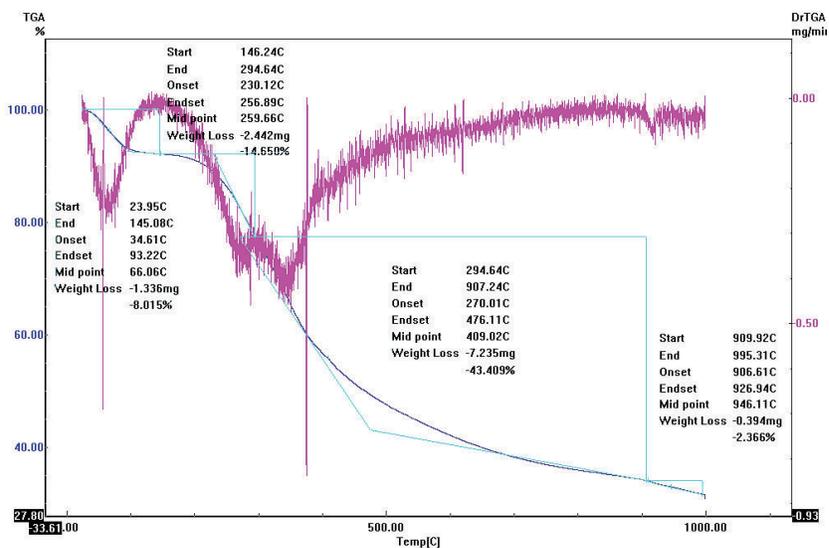
### ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO

**Muestra:** Residuo industrial pulverizado a 45  $\mu\text{m}$

**Objetivo:** Determinar los intervalos de temperatura a los que se degradan los componentes principales de la materia prima (hemicelulosa, celulosa y lignina).



**Figura FTVI.1** Curva de degradación térmica del residuo lignocelulósico con una velocidad de calentamiento de 10  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , un flujo de  $\text{N}_2$  de 50  $\text{cm}^3/\text{min}$



**Figura FTVI.2** Zonas de degradación de los componentes principales del residuo lignocelulósico

## FICHA TÉCNICA VII

### DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE HEMICELULOSA, CELULOSA Y LIGNINA DEL RESIDUO LIGNOCELULÓSICO

**Muestra:** Residuo industrial pulverizado a 45  $\mu\text{m}$

**Objetivo:** Determinar el contenido de hemicelulosa, celulosa y lignina correspondiente al residuo utilizado para el desarrollo de la presente investigación, mediante la aplicación del método de deconvolución con base en los datos obtenidos de la curva de degradación térmica de la muestra.

#### Ejemplo de cálculo:

Inicialmente se procedió a calcular los parámetros correspondientes a la pérdida de peso de la muestra con respecto al tiempo, para un proceso llevado a cabo con una velocidad de calentamiento de 10  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  con un flujo de  $\text{N}_2$  de 50  $\text{cm}^3/\text{min}$  desde la temperatura ambiente hasta 1 000  $^{\circ}\text{C}$ .

**Tabla FTVII.1** Datos de las curvas TGA y DTGA del cambio del peso del residuo lignocelulósico con velocidad de calentamiento de 10  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  y flujo de  $\text{N}_2$  de 50  $\text{cm}^3/\text{min}$

Tiempo		Temperatura		TGA (mg)	dx/dt (mg/min)	Tiempo		Temperatura		TGA (mg)	dx/dt (mg/min)
(s)	(min)	( $^{\circ}\text{C}$ )	(K)			(s)	(min)	(s)	(min)		
0	0,00	23,95	297,10	16,660	0,000	450	7,50	87,06	360,21	15,590	-0,160
30	0,50	24,32	297,47	16,650	-0,020	480	8,00	91,96	365,11	15,520	-0,140
60	1,00	25,10	298,25	16,630	-0,040	510	8,50	97,39	370,54	15,470	-0,100
90	1,50	26,54	299,69	16,620	-0,020	540	9,00	102,70	375,85	15,430	-0,080
120	2,00	30,02	303,17	16,600	-0,040	570	9,50	107,70	380,85	15,410	-0,040
150	2,50	35,58	308,73	16,570	-0,060	600	10,00	112,60	385,75	15,390	-0,040
180	3,00	41,47	314,62	16,510	-0,120	630	10,50	117,80	390,95	15,370	-0,040
210	3,50	47,12	320,27	16,430	-0,160	660	11,00	123,00	396,15	15,360	-0,020
240	4,00	52,19	325,34	16,330	-0,200	690	11,50	128,10	401,25	15,350	-0,020
270	4,50	57,00	330,15	16,190	-0,280	720	12,00	133,20	406,35	15,340	-0,020
360	6,00	72,30	345,45	15,870	-0,240	750	12,50	138,30	411,45	15,330	-0,020
390	6,50	77,47	350,62	15,760	-0,220	780	13,00	143,40	416,55	15,330	0,000
420	7,00	82,50	355,65	15,670	-0,180	810	13,50	148,40	421,55	15,320	-0,020

**Tabla FTVII.1** Datos de las curvas TGA y DTGA del cambio del peso del residuo lignocelulósico con velocidad de calentamiento de 10 °C/min y flujo de N<sub>2</sub> de 50 cm<sup>3</sup>/min (continuación...)

Tiempo		Temperatura		TGA (mg)	dx/dt (mg/min)	Tiempo		Temperatura		TGA (mg)	dx/dt (mg/min)
(s)	(min)	(°C)	(K)			(s)	(min)	(s)	(min)		
840	14,00	153,50	426,65	15,310	-0,020	2130	35,50	369,60	642,75	10,170	-0,340
870	14,50	158,50	431,65	15,300	-0,020	2160	36,00	374,50	647,65	10,010	-0,320
900	15,00	163,50	436,65	15,290	-0,020	2190	36,50	379,70	652,85	9,869	-0,282
930	15,50	168,50	441,65	15,280	-0,020	2220	37,00	384,60	657,75	9,746	-0,246
960	16,00	173,60	446,75	15,270	-0,020	2250	37,50	389,60	662,75	9,637	-0,218
990	16,50	178,80	451,95	15,250	-0,040	2280	38,00	394,70	667,85	9,535	-0,204
1020	17,00	183,80	456,95	15,230	-0,040	2310	38,50	399,30	672,45	9,433	-0,204
1050	17,50	188,90	462,05	15,210	-0,040	2340	39,00	404,40	677,55	9,335	-0,196
1080	18,00	193,90	467,05	15,180	-0,060	2370	39,50	410,70	683,85	9,234	-0,202
1110	18,50	198,90	472,05	15,150	-0,060	2400	40,00	415,00	688,15	9,137	-0,194
1140	19,00	203,90	477,05	15,110	-0,080	2430	40,50	420,00	693,15	9,038	-0,198
1170	19,50	208,70	481,85	15,060	-0,100	2460	41,00	423,60	696,75	8,947	-0,182
1200	20,00	213,70	486,85	15,010	-0,100	2490	41,50	429,40	702,55	8,859	-0,176
1230	20,50	218,80	491,95	14,950	-0,120	2520	42,00	434,10	707,25	8,777	-0,164
1260	21,00	223,70	496,85	14,880	-0,140	2550	42,50	439,30	712,45	8,691	-0,172
1290	21,50	228,60	501,75	14,800	-0,160	2580	43,00	444,20	717,35	8,611	-0,160
1320	22,00	233,10	506,25	14,720	-0,160	2610	43,50	449,30	722,45	8,534	-0,154
1350	22,50	238,30	511,45	14,620	-0,200	2640	44,00	454,30	727,45	8,459	-0,150
1380	23,00	243,70	516,85	14,510	-0,220	2670	44,50	459,30	732,45	8,381	-0,156
1410	23,50	248,90	522,05	14,390	-0,240	2700	45,00	465,30	738,45	8,321	-0,120
1440	24,00	254,30	527,45	14,250	-0,280	2730	45,50	470,30	743,45	8,251	-0,140
1470	24,50	260,00	533,15	14,100	-0,300	2760	46,00	475,10	748,25	8,185	-0,132
1620	27,00	284,90	558,05	13,240	-0,360	2790	46,50	480,20	753,35	8,125	-0,120
1650	27,50	288,70	561,85	13,070	-0,340	2820	47,00	485,00	758,15	8,067	-0,116
1680	28,00	293,50	566,65	12,910	-0,320	2850	47,50	490,10	763,25	8,009	-0,116
1710	28,50	298,90	572,05	12,750	-0,320	2880	48,00	495,00	768,15	7,954	-0,110
1860	31,00	323,90	597,05	11,890	-0,360	2910	48,50	500,00	773,15	7,894	-0,120
1890	31,50	329,50	602,65	11,700	-0,380	2940	49,00	504,90	778,05	7,842	-0,104
1920	32,00	334,40	607,55	11,510	-0,380	2970	49,50	508,10	781,25	7,793	-0,098
1950	32,50	339,40	612,55	11,300	-0,420	3000	50,00	514,20	787,35	7,745	-0,096
2070	34,50	359,60	632,75	10,510	-0,380	3030	50,50	519,00	792,15	7,695	-0,100
2100	35,00	364,70	637,85	10,340	-0,340	3060	51,00	524,20	797,35	7,648	-0,094

**Tabla FTVII.1** Datos de las curvas TGA y DTGA del cambio del peso del residuo lignocelulósico con velocidad de calentamiento de 10 °C/min y flujo de N<sub>2</sub> de 50 cm<sup>3</sup>/min (continuación...)

Tiempo		Temperatura		TGA (mg)	dx/dt (mg/min)	Tiempo		Temperatura		TGA (mg)	dx/dt (mg/min)
(s)	(min)	(°C)	(K)			(s)	(min)	(s)	(min)		
3090	51,50	529,10	802,25	7,599	-0,098	4050	67,50	690,90	964,05	6,382	-0,056
3120	52,00	534,30	807,45	7,555	-0,088	4080	68,00	695,90	969,05	6,358	-0,048
3150	52,50	539,30	812,45	7,503	-0,104	4110	68,50	700,80	973,95	6,331	-0,054
3180	53,00	544,30	817,45	7,458	-0,090	4140	69,00	705,80	978,95	6,311	-0,040
3210	53,50	549,30	822,45	7,413	-0,090	4170	69,50	710,10	983,25	6,286	-0,050
3240	54,00	554,30	827,45	7,370	-0,086	4200	70,00	715,10	988,25	6,265	-0,042
3270	54,50	559,30	832,45	7,325	-0,090	4230	70,50	720,00	993,15	6,241	-0,048
3300	55,00	564,40	837,55	7,279	-0,092	4260	71,00	725,00	998,15	6,222	-0,038
3330	55,50	569,40	842,55	7,237	-0,084	4290	71,50	730,00	1003,15	6,199	-0,046
3360	56,00	574,40	847,55	7,195	-0,084	4320	72,00	735,00	1008,15	6,179	-0,040
3390	56,50	579,30	852,45	7,152	-0,086	4350	72,50	740,00	1013,15	6,157	-0,044
3420	57,00	584,30	857,45	7,108	-0,088	4380	73,00	744,90	1018,05	6,134	-0,046
3450	57,50	589,20	862,35	7,067	-0,082	4410	73,50	749,30	1022,45	6,118	-0,032
3480	58,00	594,30	867,45	7,027	-0,080	4440	74,00	754,30	1027,45	6,099	-0,038
3510	58,50	599,30	872,45	6,989	-0,076	4470	74,50	759,30	1032,45	6,081	-0,036
3540	59,00	604,40	877,55	6,949	-0,080	4500	75,00	764,40	1037,55	6,063	-0,036
3570	59,50	609,50	882,65	6,909	-0,080	4530	75,50	769,70	1042,85	6,045	-0,036
3600	60,00	614,60	887,75	6,869	-0,080	4560	76,00	774,90	1048,05	6,029	-0,032
3630	60,50	619,60	892,75	6,833	-0,072	4590	76,50	780,00	1053,15	6,013	-0,032
3660	61,00	624,30	897,45	6,798	-0,070	4620	77,00	785,10	1058,25	5,996	-0,034
3690	61,50	629,10	902,25	6,762	-0,072	4650	77,50	790,40	1063,55	5,979	-0,034
3720	62,00	634,30	907,45	6,727	-0,070	4680	78,00	795,30	1068,45	5,966	-0,026
3750	62,50	639,50	912,65	6,693	-0,068	4710	78,50	800,30	1073,45	5,949	-0,034
3780	63,00	644,60	917,75	6,659	-0,068	4740	79,00	805,30	1078,45	5,933	-0,032
3810	63,50	649,80	922,95	6,623	-0,072	4770	79,50	810,40	1083,55	5,922	-0,022
3840	64,00	655,00	928,15	6,592	-0,062	4800	80,00	815,40	1088,55	5,908	-0,028
3870	64,50	660,10	933,25	6,558	-0,068	4830	80,50	820,10	1093,25	5,895	-0,026
3900	65,00	665,30	938,45	6,523	-0,070	4860	81,00	826,20	1099,35	5,881	-0,028
3930	65,50	670,50	943,65	6,493	-0,060	4890	81,50	831,30	1104,45	5,869	-0,024
3960	66,00	675,70	948,85	6,465	-0,056	4920	82,00	836,20	1109,35	5,854	-0,030
3990	66,50	681,30	954,45	6,437	-0,056	4950	82,50	840,40	1113,55	5,840	-0,028
4020	67,00	686,00	959,15	6,410	-0,054	4980	83,00	844,70	1117,85	5,830	-0,020

**Tabla FTVII.1** Datos de las curvas TGA y DTGA del cambio del peso del residuo lignocelulósico con velocidad de calentamiento de 10 °C/min y flujo de N<sub>2</sub> de 50 cm<sup>3</sup>/min (continuación...)

Tiempo		Temperatura		TGA (mg)	dx/dt (mg/min)	Tiempo		Temperatura		TGA (mg)	dx/dt (mg/min)
(s)	(min)	(°C)	(K)			(s)	(min)	(s)	(min)		
5010	83,50	849,70	1122,85	5,815	-0,030	5580	93,00	945,30	1218,45	5,455	-0,042
5040	84,00	854,80	1127,95	5,802	-0,026	5610	93,50	950,30	1223,45	5,436	-0,038
5070	84,50	859,80	1132,95	5,788	-0,028	5640	94,00	955,30	1228,45	5,416	-0,040
5190	86,50	879,90	1153,05	5,731	-0,024	5670	94,50	960,30	1233,45	5,394	-0,044
5220	87,00	885,00	1158,15	5,716	-0,030	5700	95,00	965,30	1238,45	5,370	-0,048
5250	87,50	890,00	1163,15	5,699	-0,034	5730	95,50	970,20	1243,35	5,346	-0,048
5280	88,00	895,00	1168,15	5,684	-0,030	5790	96,50	980,30	1253,45	5,300	-0,046
5310	88,50	900,10	1173,25	5,668	-0,032	5820	97,00	985,30	1258,45	5,278	-0,044
5340	89,00	905,10	1178,25	5,650	-0,036	5850	97,50	990,20	1263,35	5,255	-0,046
5370	89,50	910,10	1183,25	5,629	-0,042	5880	98,00	995,30	1268,45	5,236	-0,038
5400	90,00	915,10	1188,25	5,600	-0,058	5910	98,50	999,50	1272,65	5,214	-0,044
5430	90,50	920,20	1193,35	5,564	-0,072	5940	99,00	999,60	1272,75	5,196	-0,036
5460	91,00	925,20	1198,35	5,538	-0,052	5760	96,00	975,30	1248,45	5,323	-0,046
5490	91,50	930,20	1203,35	5,516	-0,044	5970	99,50	999,70	1272,85	5,178	-0,036
5520	92,00	935,30	1208,45	5,495	-0,042	6000	100,00	999,80	1272,95	5,159	-0,038
5550	92,50	940,30	1213,45	5,476	-0,038	6030	100,50	999,90	1273,05	5,144	-0,030
5100	85,00	864,80	1137,95	5,777	-0,022	6060	101,00	999,90	1273,05	5,125	-0,038
5130	85,50	869,90	1143,05	5,762	-0,030	6090	101,50	1000,00	1273,15	5,109	-0,032
5160	86,00	874,90	1148,05	5,743	-0,038	6102	101,70	1000,00	1273,15	5,103	-0,030

Se evidenció que luego del análisis termogravimétrico, existió una masa residual de 5,103 mg, la cual no se degradó durante el análisis TGA, por lo que se normalizó la masa degradada durante el proceso de acuerdo con la ecuación FTVII.1

$$W_N = W_i - W_\infty \quad \text{[FTVII.1]}$$

Donde:

$W_i$ : Masa inicial de la muestra utilizada para el análisis termo gravimétrico

$W_\infty$ : Masa residual de la muestra luego del análisis termo gravimétrico

$W_N$ : Masa normalizada

$$W_N = 16,660 - 5,103$$

$$W_N = 11,557 \text{ mg}$$

Finalmente, se analizaron los datos normalizados en la zona de degradación de la lignina, la misma que se dio a temperaturas superiores a 700 °C (Yang et al, 2004), con la finalidad de cuantificar la masa del componente en el residuo.

**Tabla FTVII.2** Resultados de la deconvolución de la Lignina

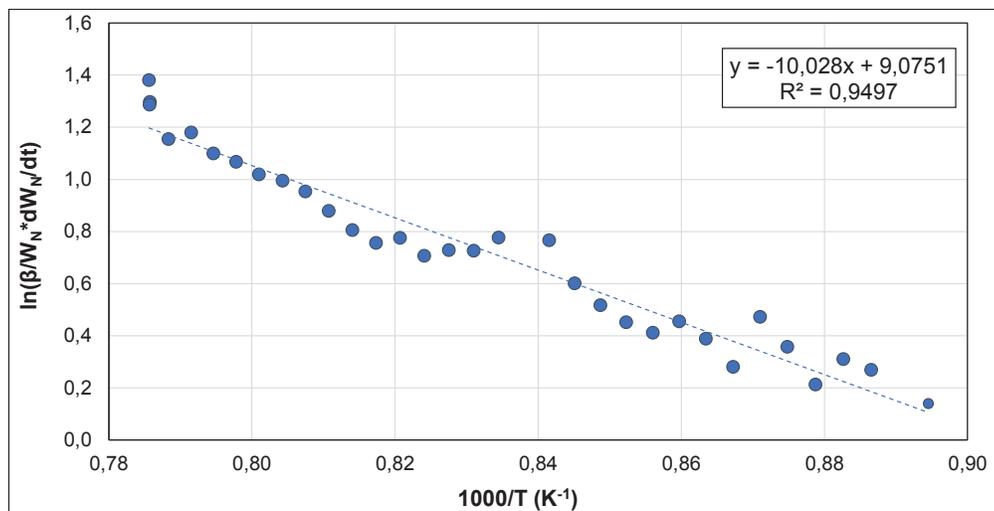
Temperatura		W <sub>N</sub> (mg)	dW <sub>N</sub> /dt (mg/min)	1/T (K <sup>-1</sup> )	ln(β/W <sub>N</sub> *dW <sub>N</sub> /dt)	W <sub>LIG</sub> (mg)
(°C)	(K)					
705,80	978,95	1,208	-0,040	0,0010215	-0,4800	2,251
710,10	983,25	1,183	-0,050	0,00101704	-0,3740	2,001
715,10	988,25	1,162	-0,042	0,00101189	-0,4419	2,115
720,00	993,15	1,138	-0,048	0,0010069	-0,3749	2,102
725,00	998,15	1,119	-0,038	0,00100185	-0,4690	2,041
730,00	1003,15	1,096	-0,046	0,00099686	-0,3770	1,901
740,00	1013,15	1,054	-0,044	0,00098702	-0,4297	2,102
744,90	1018,05	1,031	-0,046	0,00098227	-0,3793	2,314
749,30	1022,45	1,015	-0,032	0,00097804	-0,3505	1,841
754,30	1027,45	0,996	-0,038	0,00097328	-0,5013	2,142
759,30	1032,45	0,978	-0,036	0,00096857	-0,4184	2,125
764,40	1037,55	0,960	-0,036	0,00096381	-0,4340	2,001
774,90	1048,05	0,926	-0,032	0,00095415	-0,4259	2,128
785,10	1058,25	0,893	-0,034	0,00094496	-0,417	1,512
790,40	1063,55	0,876	-0,034	0,00094025	-0,4614	1,993
795,30	1068,45	0,863	-0,026	0,00093594	-0,4538	2,102
790,40	1063,55	0,876	-0,034	0,00094025	-0,4193	1,993
795,30	1068,45	0,863	-0,026	0,00093594	-0,4110	2,102
800,30	1073,45	0,846	-0,034	0,00093158	-0,5210	2,242
805,30	1078,45	0,830	-0,032	0,00092726	-0,3958	2,145
815,40	1088,55	0,805	-0,028	0,00091865	-0,4139	2,102
820,10	1093,25	0,792	-0,026	0,0009147	-0,5708	2,004
826,20	1099,35	0,778	-0,028	0,00090963	-0,4586	2,013
831,30	1104,45	0,766	-0,024	0,00090543	-0,4837	2,259
840,40	1113,55	0,737	-0,028	0,00089803	-0,4438	1,956
844,70	1117,85	0,727	-0,020	0,00089457	-0,5040	2,014
849,70	1122,85	0,712	-0,030	0,00089059	-0,3985	2,052
864,80	1137,95	0,674	-0,022	0,00087877	-0,5605	2,058
874,90	1148,05	0,640	-0,038	0,00087104	-0,3753	1,761

**Tabla FTVII.2** Resultados de la deconvolución de la Lignina (Continuación...)

Temperatura		W <sub>N</sub> (mg)	dW <sub>N</sub> /dt (mg/min)	1/T (K <sup>-1</sup> )	ln(β/W <sub>N</sub> *dW <sub>N</sub> /dt)	W <sub>LIG</sub> (mg)
(°C)	(K)					
879,90	1153,05	0,628	-0,024	0,00086727	-0,3103	1,512
885,00	1158,15	0,613	-0,030	0,00086345	-0,2437	1,612
895,00	1168,15	0,581	-0,030	0,00085605	-0,2870	2,152
900,10	1173,25	0,565	-0,032	0,00085233	-0,2468	2,231
910,10	1183,25	0,526	-0,042	0,00084513	-0,1816	2,512
915,10	1188,25	0,497	-0,058	0,00084157	-0,0977	2,012
920,20	1193,35	0,461	-0,072	0,00083798	0,0670	1,253
930,20	1203,35	0,413	-0,044	0,00083101	0,1936	1,952
935,30	1208,45	0,392	-0,042	0,00082751	0,0775	2,512
940,30	1213,45	0,373	-0,038	0,0008241	0,0275	2,011
955,30	1228,45	0,313	-0,040	0,00081403	0,3203	1,512
960,30	1233,45	0,291	-0,044	0,00081073	0,3682	2,264
980,30	1253,45	0,197	-0,046	0,0007978	0,4004	1,794
985,30	1258,45	0,175	-0,044	0,00079463	0,4809	1,956
990,20	1263,35	0,152	-0,046	0,00079155	0,4559	2,015
995,30	1268,45	0,133	-0,038	0,00078836	0,5981	2,104
999,60	1272,75	0,093	-0,036	0,0007857	0,5878	1,953
999,70	1272,85	0,075	-0,036	0,00078564	0,6812	1,712
999,80	1272,95	0,056	-0,038	0,00078558	0,8315	1,987
999,90	1273,05	0,041	-0,030	0,00078552	0,8643	2,412
999,90	1273,05	0,022	-0,038	0,00078552	1,2373	2,120
1000,00	1273,15	0,006	-0,032	0,00078545	1,7269	2,166
<b>Promedio</b>						2,182

Adicionalmente se determinó la Energía de activación (E<sub>a</sub>) y el factor de frecuencia (A<sub>i</sub>), cuyos valores se encuentran en la tabla FTVIII.5 y fueron determinados con la pendiente y el punto de corte, obtenidos de la linealización de la recta

$\ln\left(-\frac{\beta}{W_N} \times \frac{dW_N}{dT}\right)$  vs  $\frac{1000}{T}$  de acuerdo con lo establecido por la ecuación FTVII.2.



**Figura FTVII.1** Deconvolución de la lignina

$$\ln\left(-\frac{\beta}{W_N} \times \frac{dW_N}{dT}\right) = \ln(A_i) - \left(\frac{E_i}{R}\right) \frac{1000}{T} \quad [\text{FTVII.2}]$$

Donde:

$\beta$ : Velocidad de calentamiento

$A_i$ : Factor de frecuencia del componente  $i$

$E_i$ : Energía de activación del componente  $i$

$R$ : Constante de los gases

$$W_{\text{LIG}} = W_N \exp\left\{-\frac{A_{\text{LIG}} RT^2}{\beta E_{\text{LIG}}}\left[1 - \frac{2RT}{E_{\text{LIG}}} + 4\left(\frac{RT}{E_{\text{LIG}}}\right)^2\right]\exp\left(-\frac{E_{\text{LIG}}}{RT}\right)\right\} \quad [\text{FTVII.3}]$$

$$W_{\text{LIG}} = (1,208) \exp(0,622408)$$

$$W_{\text{LIG}} = 2,251 \text{ mg}$$

Posteriormente, se estudiaron los parámetros correspondientes a la celulosa, la misma que se degradó en el rango de 300 y 340 °C (Yang et al, 2004). Además, tras haber determinado la cantidad de lignina degradada, se procedió a normalizar nuevamente los datos de la masa de la muestra de acuerdo con la ecuación FTVII.4.

$$W'_N = W_i - W_\infty - W_{\text{LIG}} \quad [\text{FTVII.4}]$$

Donde:

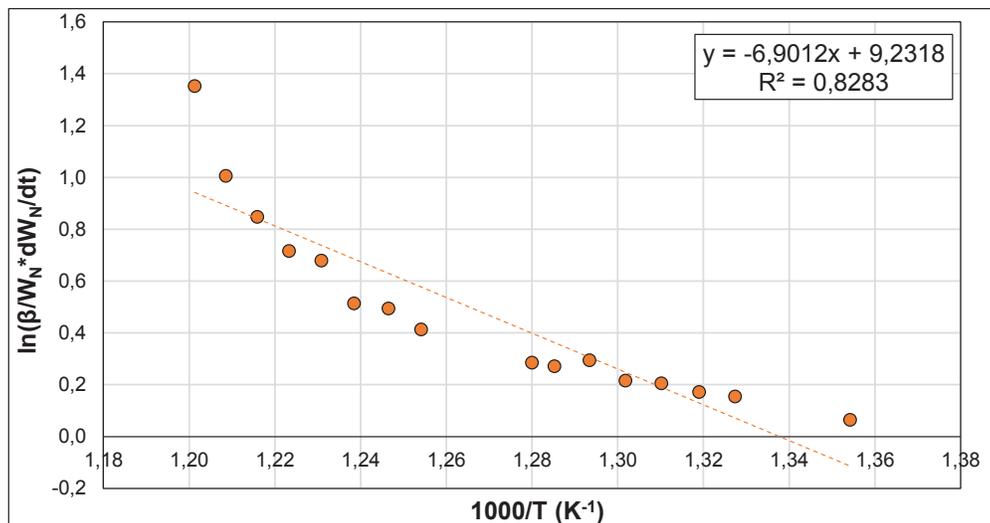
$W_{\text{LIG}}$ : Masa de lignina degradada en el proceso

$$W'_N = 16,660 - 5,103 - 2,182$$

$$W'_N = 5,702 \text{ mg}$$

**Tabla FTVII.3** Resultados de la deconvolución de la celulosa

Temperatura		W <sub>N</sub> (mg)	dW <sub>N</sub> /dt (mg/min)	1/T (K <sup>-1</sup> )	ln(β/W <sub>N</sub> *dW <sub>N</sub> /dt)	W <sub>CEL</sub> (mg)
(°C)	(K)					
288,70	561,85	4,773	-0,340	0,00177983	-0,1473	5,702
293,50	566,65	4,613	-0,320	0,00176476	-0,1588	5,921
298,90	572,05	4,453	-0,320	0,0017481	-0,1435	5,152
323,90	597,05	3,593	-0,360	0,0016749	0,0008	5,237
329,50	602,65	3,403	-0,380	0,00165934	0,0479	5,414
334,40	607,55	3,213	-0,380	0,00164596	0,0728	5,835
339,40	612,55	3,003	-0,420	0,00163252	0,1456	4,984
359,60	632,75	2,213	-0,380	0,0015804	0,2348	5,913
364,70	637,85	2,043	-0,340	0,00156777	0,2212	6,151
369,60	642,75	1,873	-0,340	0,00155581	0,2589	5,512
374,50	647,65	1,713	-0,320	0,00154404	0,2713	4,731
379,70	652,85	1,572	-0,282	0,00153175	0,2537	4,912
384,60	657,75	1,449	-0,246	0,00152033	0,2298	4,871
<b>Promedio</b>						5,410



**Figura FTVII.2** Deconvolución de la celulosa

$$W_{CEL} = W'_N \exp \left\{ -\frac{A_{CEL} RT^2}{\beta E_{CEL}} \left[ 1 - \frac{2RT}{E_{CEL}} + 4 \left( \frac{RT}{E_{CEL}} \right)^2 \right] \exp \left( -\frac{E_{CEL}}{RT} \right) \right\} \quad \text{[FTVII.5]}$$

$$W_{CEL} = 4,773 \exp(0,1777842)$$

$$W_{CEL} = 5,702 \text{ mg}$$

Finalmente, se repitió el proceso en el rango de 220 a 300 °C, el cual favorece la degradación de la hemicelulosa (Yang et al, 2004). Además, se efectuó una normalización de la masa total de la muestra, luego de haber determinado la masa tanto de la lignina como de la celulosa, de acuerdo con la ecuación FTVII.6.

$$W_N'' = W_i - W_\infty - W_{LIG} - W_{CEL} \quad \text{[FTVII.6]}$$

Donde:

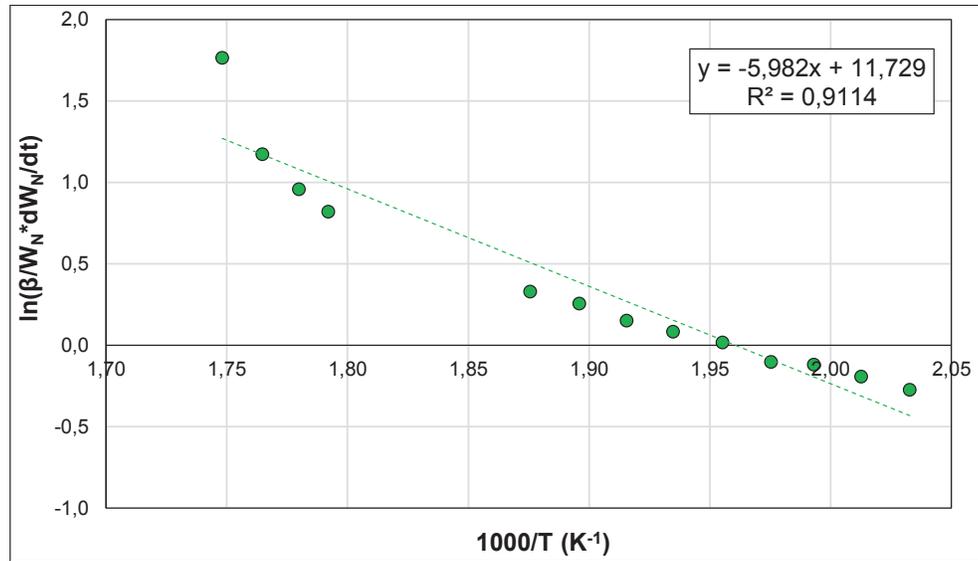
$W_{CEL}$ : Masa de celulosa degradada en el proceso

$$W_N'' = 16,660 - 5,103 - 2,182 - 5,410$$

$$W_N'' = 3,956 \text{ mg}$$

**Tabla FTVII.4** Resultados de la deconvolución de la hemicelulosa

Temperatura		$W_N$ (mg)	$dW_N/dt$ (mg/min)	$1/T$ ( $K^{-1}$ )	$\ln(\beta/W_N \cdot dW_N/dt)$	$W_{HEM}$ (mg)
(°C)	(K)					
213,70	486,85	2,315	-0,100	0,00205402	-0,3645	3,213
218,80	491,95	2,255	-0,120	0,00203273	-0,2739	3,051
223,70	496,85	2,185	-0,140	0,00201268	-0,1933	2,985
228,60	501,75	2,105	-0,160	0,00199302	-0,1191	3,897
233,10	506,25	2,025	-0,160	0,00197531	-0,1023	3,012
238,30	511,45	1,925	-0,200	0,00195523	0,0165	3,523
243,70	516,85	1,815	-0,220	0,0019348	0,0835	3,120
248,90	522,05	1,695	-0,240	0,00191553	0,1510	3,015
254,30	527,45	1,555	-0,280	0,00189591	0,2554	3,012
260,00	533,15	1,405	-0,300	0,00187564	0,3294	3,153
284,90	558,05	0,545	-0,360	0,00179195	0,8199	3,676
288,70	561,85	0,375	-0,340	0,00177983	0,9574	3,120
293,50	566,65	0,215	-0,320	0,00176476	1,1727	2,761
<b>Promedio</b>						3,279



**Figura FTVII.3** Deconvolución de la hemicelulosa

$$W_{\text{HEM}} = W_{\text{N}}'' \exp \left\{ -\frac{A_{\text{CEL}} RT^2}{\beta E_{\text{CEL}}} \left[ 1 - \frac{2RT}{E_{\text{CEL}}} + 4 \left( \frac{RT}{E_{\text{CEL}}} \right)^2 \right] \exp \left( -\frac{E_{\text{CEL}}}{RT} \right) \right\} \quad [\text{FTVII.7}]$$

$$W_{\text{HEM}} = 2,315 \exp(0,327795)$$

$$W_{\text{HEM}} = 3,213 \text{ mg}$$

**Tabla FTVII.5** Resultados del contenido de hemicelulosa, celulosa y lignina del residuo lignocelulósico

Componente	Energía de activación (kJ/mol)	Factor de frecuencia (min <sup>-1</sup> )	Masa del componente en la muestra (mg)	Contenido (%)	Coefficiente de correlación (R <sup>2</sup> )
Lignina	84,433	0,873E04	2,182	20,07	0,9497
Celulosa	57,418	1,021E04	5,410	49,76	0,8283
Hemicelulosa	49,7702	12,411E04	3,279	30,16	0,9114

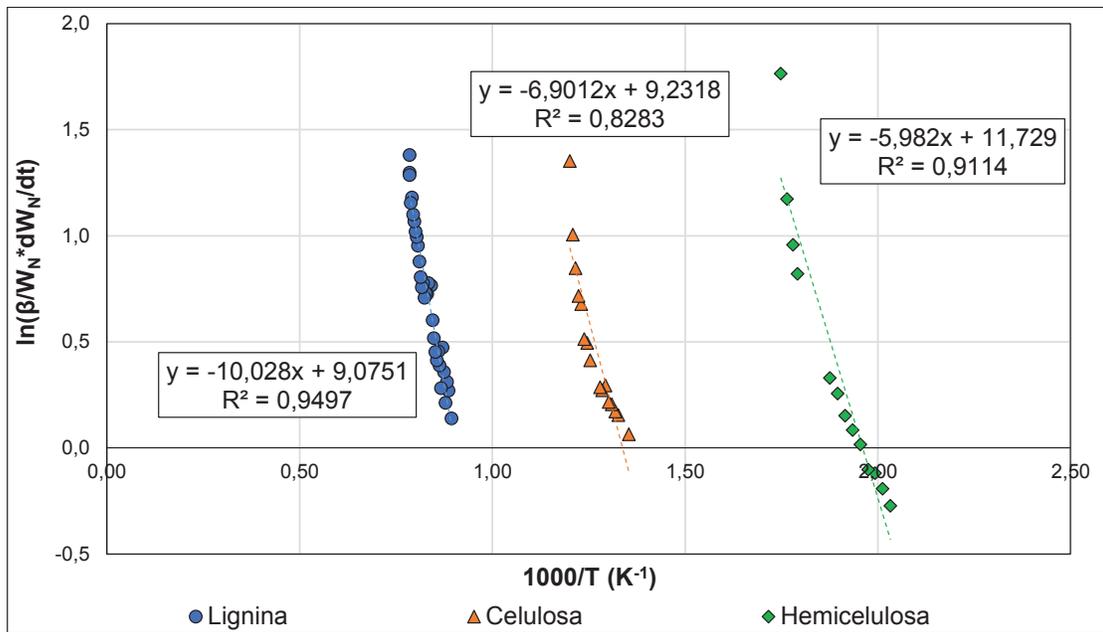


Figura FTVII.4 Deconvolución de los componentes principales del residuo utilizado

## FICHA TÉCNICA VIII

### ESTUDIOS DE PIRÓLISIS DEL RESIDUO INDUSTRIAL

**Muestra:** Residuo seco y con un tamaño de partícula menor a 300  $\mu\text{m}$

**Objetivo:** Evaluar el comportamiento del residuo lignocelulósico a diferentes condiciones de pirólisis, mediante un diseño experimental factorial  $3^2$ , con el uso del contenido de carbón fijo como variable de respuesta, obtenido con base en la norma ASTM D3174 “*Standard test method for ash in the analysis sample of coal and coke from coal*”.

**Tabla FTVIII.1** Datos experimentales para la determinación del contenido de cenizas, volátiles y carbón fijo de los carbones obtenidos a diferentes temperaturas y tiempos de pirólisis

Temperatura (°C)	Tiempo (h)	Repetición	Peso crisol (g)	Peso muestra (g)	Volátiles	Cenizas
					Peso muestra + crisol (g)	Peso muestra + crisol (g)
400	1,0	1	36,4926	1,0077	37,1626	36,7299
		2	36,7977	1,0018	37,4549	37,0556
		3	35,3425	1,0031	36,0167	35,5961
	1,5	1	35,3061	1,0009	36,0320	35,5616
		2	36,6142	1,0001	37,3499	36,8817
		3	36,7624	1,0021	37,4651	37,0178
	2,0	1	35,0185	1,0009	35,7713	35,3352
		2	35,5701	1,0024	36,3508	35,8198
		3	36,4109	1,0004	37,1701	36,6842
500	1,0	1	35,3164	1,0022	36,0831	35,5549
		2	36,7214	1,0035	37,4837	36,9713
		3	36,6173	1,0032	37,3844	36,8502
	1,5	1	35,3385	1,0009	36,1439	35,6112
		2	36,6871	1,0001	37,5271	37,0145
		3	36,9144	1,0014	37,7613	37,2147
	2,0	1	35,3391	1,0022	36,1831	35,6141
		2	36,7533	1,0035	37,6037	37,0832
		3	36,6359	1,0032	37,4714	36,9374

**Tabla FTVIII.1** Datos obtenidos para la determinación del contenido de cenizas, volátiles y carbón fijo de los carbones obtenidos a diferentes temperaturas y tiempos de pirólisis (continuación...)

Temperatura (°C)	Tiempo (h)	Repetición	Peso crisol (g)	Peso muestra (g)	Volátiles	Cenizas
					Peso muestra + crisol (g)	Peso muestra + crisol (g)
600	1,0	1	35,3391	1,0022	36,2031	35,6542
		2	36,7533	1,0035	37,6137	37,0188
		3	36,6259	1,0032	37,4724	36,9339
	1,5	1	36,6369	1,0003	37,5202	36,9382
		2	35,6686	1,0021	36,5430	35,9392
		3	35,3364	1,0052	36,2300	35,6949
	2,0	1	36,4951	1,0015	37,4161	36,8202
		2	35,3375	1,0012	36,2590	35,6721
		3	35,6183	1,0030	36,5411	35,9488

Posteriormente, se determinó el contenido de cenizas, volátiles y carbón fijo de los carbones obtenidos bajo cada condición de pirólisis en estudio, de acuerdo con las ecuaciones FTII.1, FTIII.1 y FTIII.2, con lo que se obtuvo la tabla FTVIII.2, mostrada a continuación:

**Tabla FTVIII.2** Resultados de los ensayos de determinación del contenido de cenizas, volátiles y carbón fijo de los carbones obtenidos bajo cada condición en estudio

Temperatura (°C)	Tiempo (h)	Repetición	Volátiles (%)	Cenizas (%)	Carbón fijo (%)
400	1,0	1	33,51	23,55	42,94
		2	34,40	25,74	39,86
		3	32,79	25,28	41,93
	1,5	1	27,48	25,53	47,00
		2	26,44	26,75	46,82
		3	29,88	25,49	44,64
	2,0	1	24,79	31,64	43,57
		2	22,12	24,91	52,97
		3	24,11	27,32	48,57

**Tabla FTVIII.2** Resultados de los ensayos de determinación del contenido de cenizas, volátiles y carbón fijo de los carbones obtenidos bajo cada condición en estudio (continuación...)

Temperatura (°C)	Tiempo (h)	Repetición	Volátiles (%)	Cenizas (%)	Carbón fijo (%)
500	1,0	1	23,50	23,80	52,70
		2	24,04	24,90	51,06
		3	23,53	23,22	53,25
	1,5	1	19,53	27,25	53,22
		2	16,01	32,74	51,25
		3	15,43	29,99	54,58
	2,0	1	15,79	27,44	56,78
		2	15,26	32,87	51,87
		3	16,72	30,05	53,23
600	1,0	1	13,79	31,44	54,77
		2	14,26	26,46	59,28
		3	15,62	30,70	53,68
	1,5	1	11,70	30,12	58,18
		2	12,74	27,00	60,25
		3	11,10	35,66	53,23
	2,0	1	8,04	32,46	59,50
		2	7,96	33,42	58,62
		3	8,00	32,95	59,05

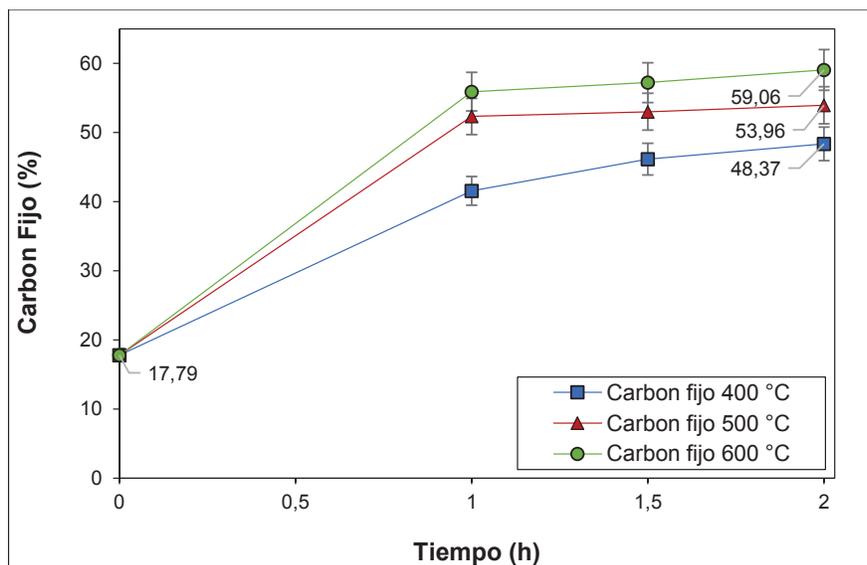
Finalmente, se determinó el contenido de cenizas, volátiles y carbón fijo promedio de los carbones obtenidos bajo cada condición de pirólisis en estudio, cuyos resultados se encuentran en la tabla FTVIII.3 mostrada a continuación:

**Tabla FTVIII.3** Resultados de los ensayos de determinación del contenido de cenizas, volátiles y carbón fijo promedio de los carbones obtenidos bajo cada condición en estudio

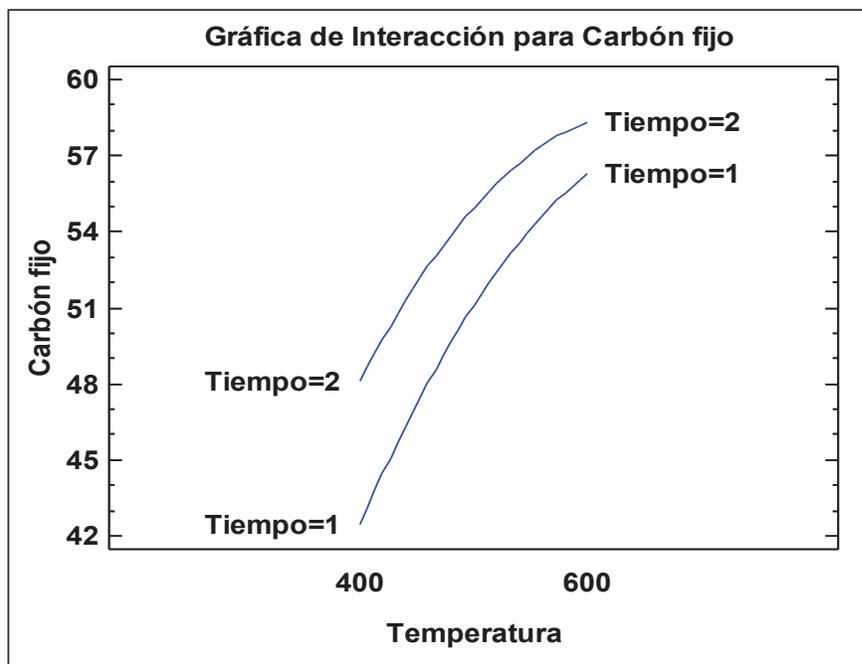
Temperatura (°C)	Tiempo (h)	Volátiles (%)	Cenizas (%)	Carbón fijo (%)
400	1,0	33,57 ± 0,46	24,86 ± 0,66	41,58 ± 0,90
	1,5	27,93 ± 1,01	25,92 ± 0,41	46,15 ± 0,75
	2,0	23,67 ± 0,80	27,96 ± 1,96	48,37 ± 2,71

**Tabla FTVIII.3** Resultados de los ensayos de determinación del contenido de cenizas, volátiles y carbón fijo promedio de los carbones obtenidos bajo cada condición en estudio (continuación...)

Temperatura (°C)	Tiempo (h)	Volátiles (%)	Cenizas (%)	Carbón fijo (%)
500	1,0	23,69 ± 0,17	23,97 ± 0,49	52,34 ± 0,65
	1,5	16,99 ± 1,28	29,99 ± 1,58	53,02 ± 0,96
	2,0	15,92 ± 0,42	30,12 ± 1,56	53,96 ± 1,46
600	1,0	14,56 ± 0,54	29,53 ± 1,55	55,91 ± 1,71
	1,5	11,85 ± 0,47	30,93 ± 2,53	57,22 ± 2,08
	2,0	8,00 ± 0,02	32,94 ± 0,27	59,06 ± 0,25



**Figura FTVIII.1** Variación del contenido de carbón fijo con respecto al tiempo de los carbones obtenidos a diferentes temperaturas de pirólisis



**Figura FTVIII. 2** Grafica de interacción entre el tiempo y la temperatura de pirolisis para la maximización del contenido de carbón fijo

## FICHA TÉCNICA IX

### ESTUDIO DE LA INFLUENCIA DE LA RELACIÓN DE IMPREGNACIÓN “KOH:CARBÓN” SOBRE EL ÍNDICE DE YODO EN EL PROCESO DE ACTIVACIÓN QUÍMICA CON KOH

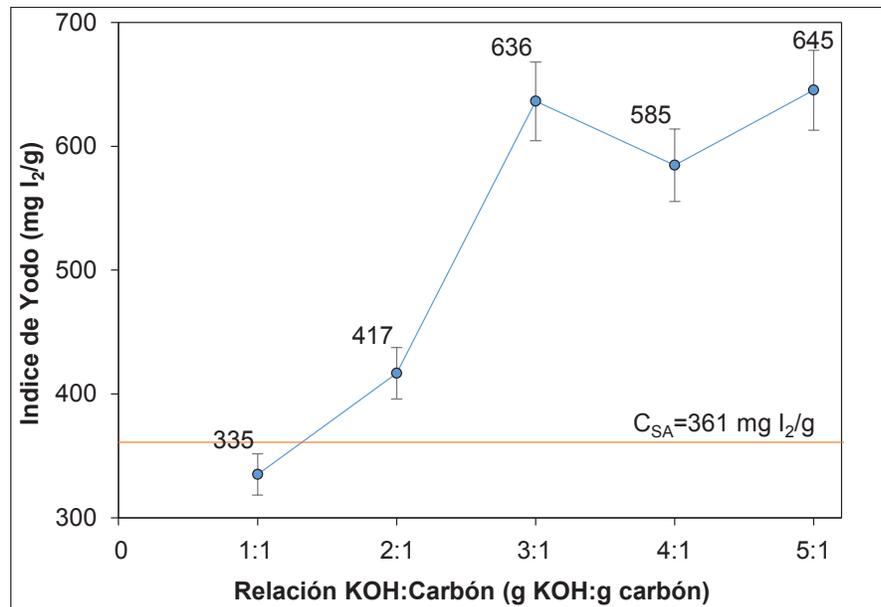
**Muestra:** Carbón activado pulverizado a 45  $\mu\text{m}$

**Objetivo:** Evaluar la influencia de la cantidad de agente activante en las propiedades superficiales del carbón obtenido, mediante un diseño experimental completamente al azar, con el uso del índice de yodo como variable de respuesta.

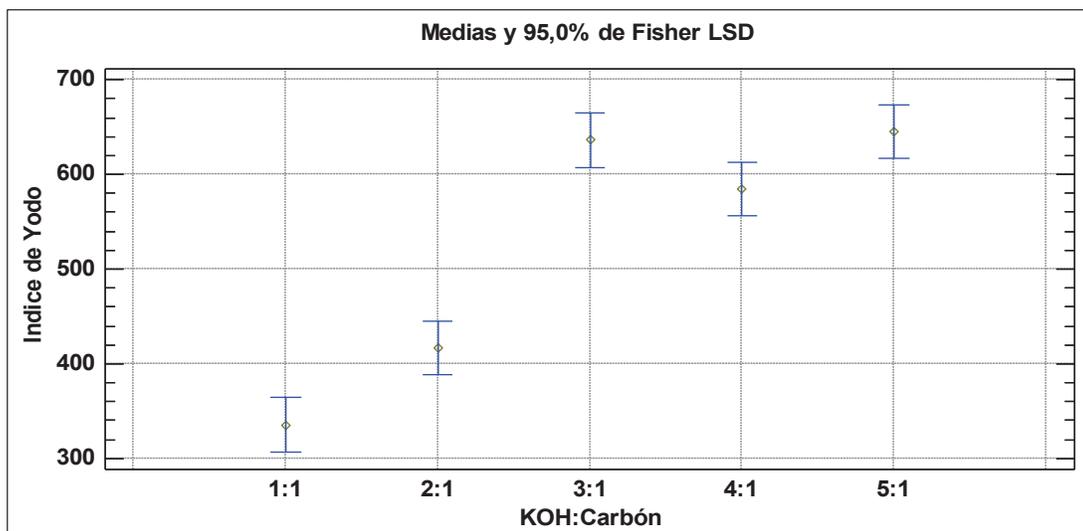
Se evaluó el proceso de activación química mediante un diseño completamente al azar, para lo que se mantuvieron fijas las variables de temperatura y tiempo en valores de 700 °C y 2 h, respectivamente.

**Tabla FTIX.1** Resultados de los ensayos de determinación del índice del índice de yodo de los carbones activados químicamente con KOH bajo diferentes relaciones “KOH:Carbón”

Relación KOH:Carbón	Repetición	Masa de carbón (g)	Gasto real de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (mL)	Gasto corregido (mL)	Índice de yodo (mg $\text{I}_2/\text{g}$ )	Índice de yodo promedio (mg $\text{I}_2/\text{g}$ )
1:1	1	1,50	5,1	10,2	327	335 $\pm$ 11,13
	2	1,50	4,1	8,2	357	
	3	1,50	5,3	10,6	321	
2:1	1	1,00	2,8	5,6	408	416,67 $\pm$ 12,87
	2	1,00	2,1	4,2	442	
	3	1,00	3,0	6,0	400	
3:1	1	1,00	1,9	3,8	681	636,33 $\pm$ 25,14
	2	1,00	3,1	6,2	594	
	3	1,50	2,5	5,0	634	
4:1	1	0,75	6,2	12,4	593	584,67 $\pm$ 19,22
	2	0,75	7,1	14,2	548	
	3	0,75	5,8	11,6	613	
5:1	1	0,75	4,8	9,6	673	645,33 $\pm$ 19,37
	2	0,75	5,1	10,2	655	
	3	0,75	5,9	11,8	608	



**Figura FTIX.1** Variación del índice de yodo del carbón activado químicamente con KOH con respecto a la relación de impregnación “KOH:Carbón”



**Figura FTIX.2** Gráfica de medias del índice de yodo del carbón activado químicamente con KOH en función de la relación de impregnación “KOH:Carbón”

## FICHA TÉCNICA X

### ESTUDIO DE LA INFLUENCIA DE LA TEMPERATURA DE ACTIVACIÓN SOBRE EL ÍNDICE DE YODO EN EL PROCESO DE ACTIVACIÓN QUÍMICA CON KOH

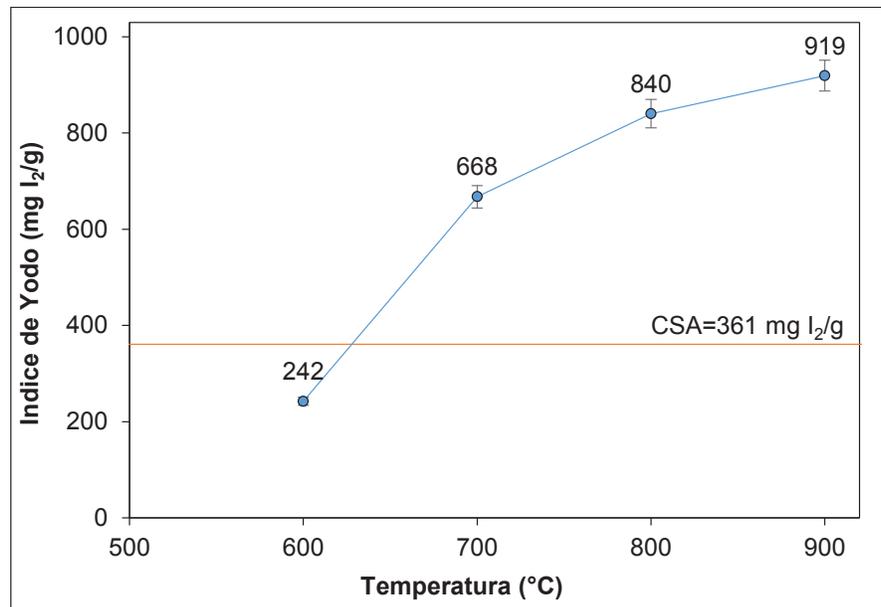
**Muestra:** Carbón activado pulverizado a 45  $\mu\text{m}$

**Objetivo:** Evaluar la influencia de la temperatura de activación en las propiedades superficiales del carbón obtenido, mediante un diseño experimental completamente al azar con el índice de yodo como variable de respuesta.

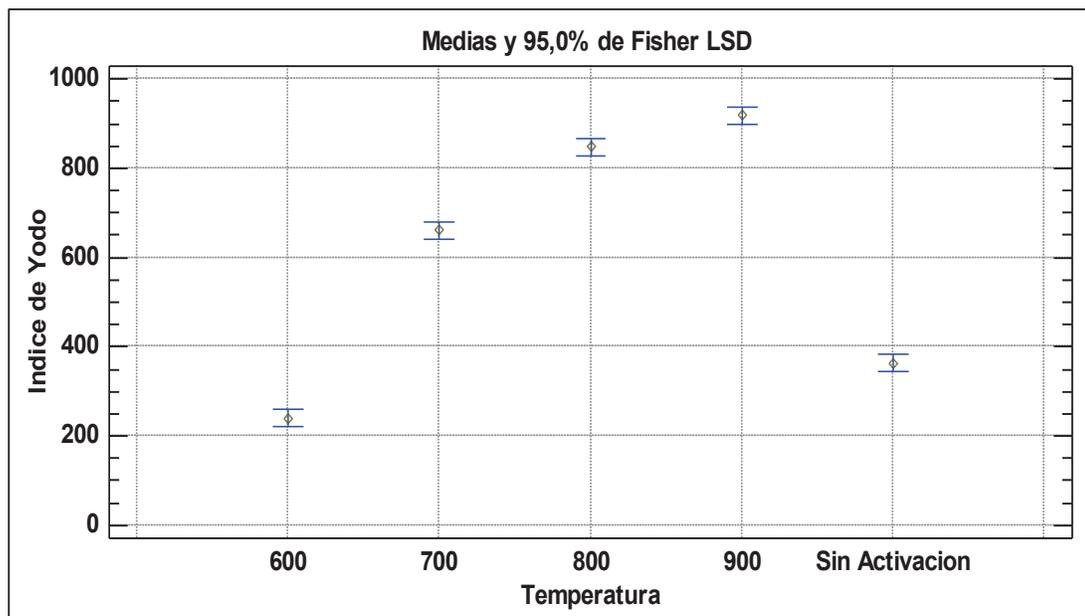
Se evaluó la influencia de la temperatura de activación en las propiedades superficiales de los carbones activados obtenidos, en un proceso de activación llevado a cabo con la relación KOH:Carbón determinada previamente y por un período de 2 h.

**Tabla FTX.1** Resultados de los ensayos de determinación del índice del índice de yodo de los carbones activados obtenidos con diferentes temperaturas de activación

Temperatura de activación (°C)	Repetición	Masa de carbón (g)	Gasto real de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (mL)	Gasto corregido (mL)	Índice de yodo (mg $\text{I}_2/\text{g}$ )	Índice de yodo promedio (mg $\text{I}_2/\text{g}$ )
600	1	1,50	8,5	17,0	243	242,30 $\pm$ 5,03
	2	1,50	8,3	16,6	247	
	3	1,50	8,8	17,6	237	
700	1	0,75	4,9	9,8	667	667,70 $\pm$ 13,01
	2	0,75	5,1	10,2	655	
	3	1,00	1,9	3,8	681	
800	1	0,50	7,1	14,2	824	840,30 $\pm$ 22,50
	2	0,50	6,5	13,0	866	
	2	0,50	7,0	14,0	831	
900	1	0,50	5,8	11,6	922	919,30 $\pm$ 4,61
	2	0,50	5,9	11,8	914	
	3	0,50	5,8	11,6	922	



**Figura FTX.1** Variación del índice de yodo del carbón activado químicamente con KOH con respecto a la temperatura de activación



**Figura FTX.2** Gráfica de medias del índice de yodo del carbón activado químicamente con KOH en función de la temperatura de activación

## FICHA TÉCNICA XI

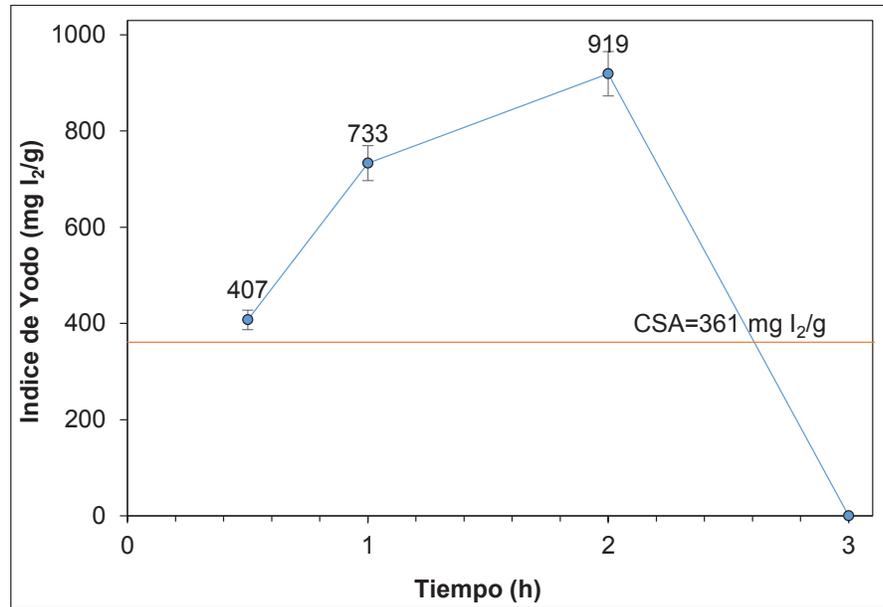
### ESTUDIO DE LA INFLUENCIA DEL TIEMPO DE ACTIVACIÓN SOBRE EL ÍNDICE DE YODO EN EL PROCESO DE ACTIVACIÓN QUÍMICA CON KOH

**Muestra:** Carbón activado pulverizado a 45  $\mu\text{m}$

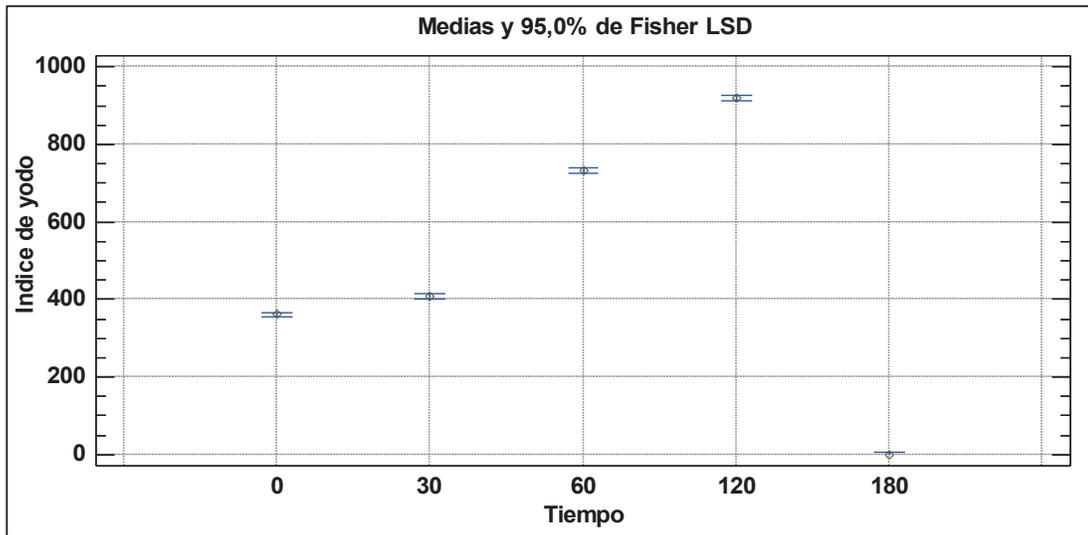
**Objetivo:** Evaluar la influencia del tiempo de activación en las propiedades superficiales del carbón obtenido, mediante un diseño experimental completamente al azar con el índice de yodo como variable de respuesta.

**Tabla FTXI.1** Resultados de los ensayos de determinación del índice del índice de yodo de los carbones activados obtenidos a diferentes tiempos de activación

Temperatura de activación (°C)	Repetición	Masa de carbón (g)	Gasto real de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (mL)	Gasto corregido (mL)	Índice de yodo (mg $\text{I}_2/\text{g}$ )	Índice de yodo promedio (mg $\text{I}_2/\text{g}$ )
Sin activación	1	1,00	8,6	17,2	361	361,00 $\pm$ 4,94
	2	1,00	8,5	17,0	364	
	3	1,00	8,7	17,4	358	
0,50	1	1,00	7,2	14,4	408	407,33 $\pm$ 0,81
	2	1,00	7,3	14,6	406	
	3	1,00	7,2	14,4	408	
1,00	1	0,75	4,1	8,2	717	733,33 $\pm$ 10,30
	2	0,75	3,8	7,6	738	
	3	0,75	3,7	7,4	745	
2,00	1	0,50	5,8	11,6	922	919,33 $\pm$ 3,26
	2	0,50	5,9	11,8	914	
	3	0,50	5,8	11,6	922	
3,00	1	0,00	0,0	0,0	0	0,00 $\pm$ 0,00
	2	0,00	0,0	0,0	0	
	3	0,00	0,0	0,0	0	



**Figura FTXI.1** Variación del índice de yodo del carbón activado químicamente con KOH con respecto al tiempo de activación



**Figura FTXI.2** Gráfica de medias del índice de yodo del carbón activado químicamente con KOH en función del tiempo de activación

## FICHA TÉCNICA XII

### ESTUDIO DE LA INFLUENCIA DE LA TEMPERATURA Y EL TIEMPO SOBRE EL ÍNDICE DE YODO EN EL PROCESO DE ACTIVACIÓN FÍSICA CON CO<sub>2</sub>

**Muestra:** Carbón activado pulverizado a 45 µm

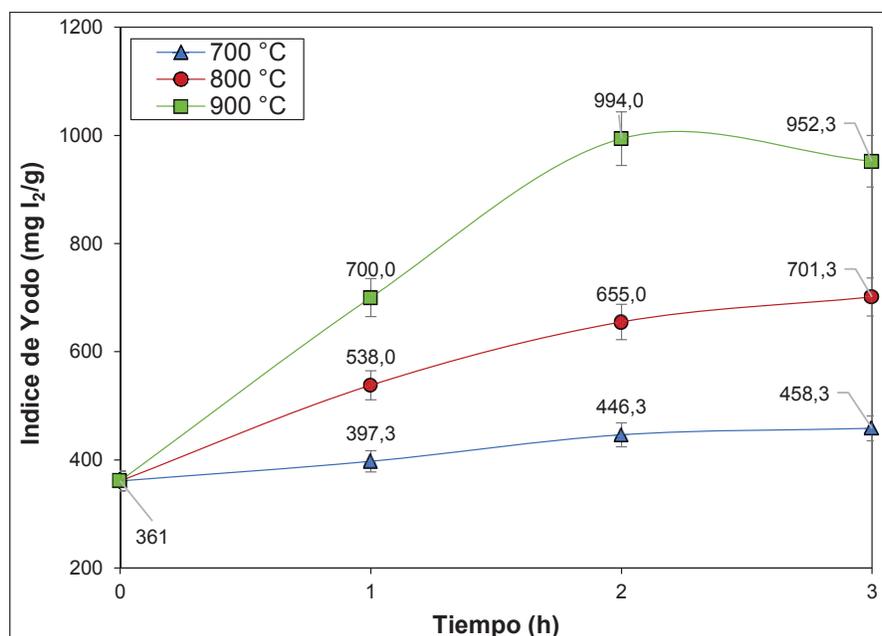
**Objetivo:** Evaluar la influencia de la temperatura y el tiempo de activación en las propiedades superficiales del carbón obtenido mediante activación física con CO<sub>2</sub>, con la aplicación de un diseño experimental factorial 3<sup>2</sup> con el índice de yodo como variable de respuesta.

**Tabla FTXII.1** Resultados de los ensayos de determinación del índice del índice de yodo de los carbones activados obtenidos a diferentes condiciones de activación

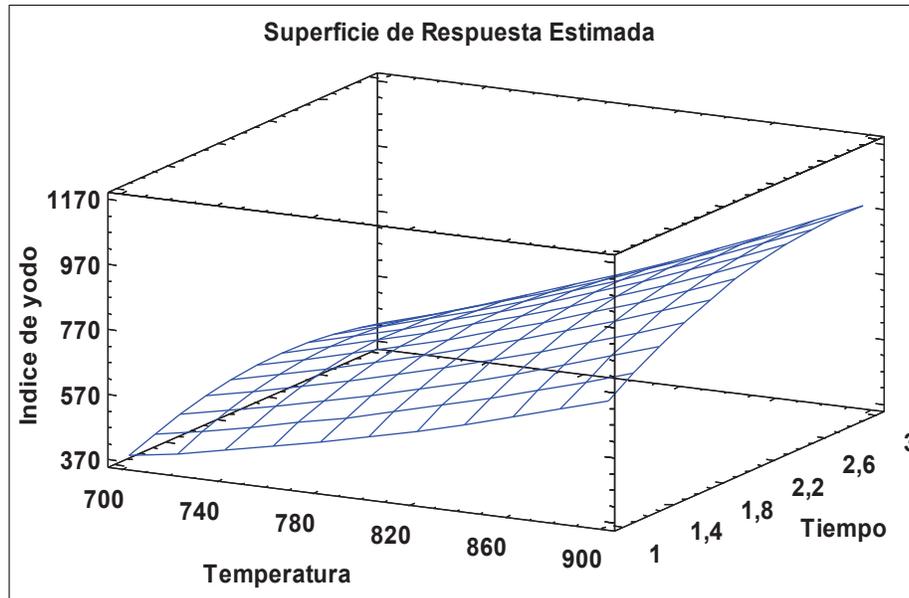
Temperatura de activación (°C)	Tiempo (h)	Repetición	Masa de carbón (g)	Gasto real de Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (mL)	Gasto corregido (mL)	Índice de yodo (mg I/g)	Índice de yodo promedio (mg I/g)
Sin activación	0	1	1,00	8,6	17,2	361	361,00 ± 4,94
		2	1,00	8,5	17,0	364	
		3	1,00	8,7	17,4	358	
700	1	1	1,50	3,0	6,0	400	397,3 ± 8,3
		2	1,50	3,3	6,6	388	
		3	1,50	2,9	5,8	404	
	2	1	1,00	5,8	11,6	461	446,3 ± 14,0
		2	1,00	6,5	13,0	433	
		3	1,00	6,2	12,4	445	
	3	1	1,00	5,9	11,8	457	458,3 ± 6,1
		2	1,00	5,7	11,4	465	
		3	1,00	6,0	12,0	453	
800	1	1	1,00	4,0	8,0	543	538,0 ± 5,0
		2	1,00	4,2	8,4	533	
		3	1,00	4,1	8,2	538	
	2	1	0,75	5,1	10,2	655	655,0 ± 6,0
		2	0,75	5,2	10,4	649	
		3	0,75	5,0	10,0	661	

**Tabla FTXII.1** Resultados de los ensayos de determinación del índice del índice de yodo de los carbones activados obtenidos a diferentes condiciones de activación (continuación...)

Temperatura de activación (°C)	Tiempo (h)	Repetición	Masa de carbón (g)	Gasto real de Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (mL)	Gasto corregido (mL)	Índice de yodo (mg I <sub>2</sub> /g)	Índice de yodo promedio (mg I <sub>2</sub> /g)
800	3	1	0,75	4,3	8,6	703	701,3 ± 9,6
		2	0,75	4,2	8,4	710	
		3	0,75	4,5	9,0	691	
900	1	1	1,00	1,8	3,6	690	700,0 ± 10,0
		2	1,00	1,6	3,2	710	
		3	1,00	1,7	3,4	700	
	2	1	0,50	4,8	9,6	1009	994,0 ± 13,7
		2	0,50	5,1	10,2	982	
		3	0,50	5,0	10,0	991	
	3	1	0,50	5,3	10,6	964	952,3 ± 13,2
		2	0,50	5,6	11,2	938	
		3	0,50	5,4	10,8	955	



**Figura FTXII.1** Variación del índice de yodo del carbón activado obtenido mediante activación física con CO<sub>2</sub> con respecto al tiempo para los carbones activados obtenidos a diferentes temperaturas de activación



**Figura FTXII.2** Superficie de respuesta del índice de yodo del carbón activado obtenido mediante activación física con  $\text{CO}_2$  en función de la temperatura y el tiempo de activación

## FICHA TÉCNICA XIII

### ESTUDIO DE LA INFLUENCIA DE LA TEMPERATURA Y EL TIEMPO EN EL “BURN OFF” DEL PROCESO DE ACTIVACIÓN FÍSICA CON CO<sub>2</sub>

**Muestra:** Carbón activado pulverizado a 45 µm

**Objetivo:** Evaluar la influencia de la temperatura y el tiempo de activación en la tasa de gasificación de los carbones obtenidos mediante activación física con CO<sub>2</sub>, con la aplicación de un diseño experimental factorial 3<sup>2</sup> con el “burn off” como variable de respuesta.

**Tabla FTXIII.1** Resultados de los ensayos de determinación del “burn off” de los carbones activados obtenidos mediante activación física con CO<sub>2</sub> a diferentes condiciones de activación

Temperatura de activación (°C)	Tiempo (h)	Repetición	Masa de carbon inicial (g)	Masa de carbón obtenido (g)	Burn off (%)	Burn off promedio (%)
700	1	1	1,04	0,92	11,5	12,3 ± 1,1
		2	1,03	0,88	14,6	
		3	1,01	0,90	10,9	
	2	1	1,01	0,86	14,9	16,0 ± 0,6
		2	1,05	0,88	16,2	
		3	1,06	0,88	17,0	
	3	1	1,03	0,73	29,1	28,5 ± 2,0
		2	1,04	0,71	31,7	
		3	1,01	0,76	24,8	
800	1	1	1,07	0,79	26,2	24,9 ± 1,5
		2	1,05	0,82	21,9	
		3	1,09	0,80	26,6	
	2	1	1,01	0,54	46,5	47,7 ± 1,1
		2	1,02	0,51	50,0	
		3	1,05	0,56	46,7	
	3	1	1,03	0,37	64,1	60,3 ± 2,1
		2	1,02	0,44	56,9	
		3	1,05	0,42	60,0	

**Tabla FTXIII.1** Resultados de los ensayos de determinación del “burn off” de los carbones activados obtenidos mediante activación física con CO<sub>2</sub> a diferentes condiciones de activación (continuación...)

Temperatura de activación (°C)	Tiempo (h)	Repetición	Masa de carbón inicial (g)	Masa de carbón obtenido (g)	Burn off (%)	Burn off promedio (%)
900	1	1	1,01	0,30	70,3	71,1 ± 0,6
		2	1,01	0,28	72,3	
		3	0,99	0,29	70,7	
	2	1	1,01	0,13	87,1	86,6 ± 0,5
		2	1,00	0,13	87,0	
		3	1,04	0,15	85,6	
	3	1	1,00	0,05	95,0	95,3 ± 0,3
		2	1,00	0,05	95,0	
		3	1,00	0,04	96,0	

### Ejemplo de cálculo

$$\text{"Burn off"} = \frac{\text{masa}_{\text{inicial}} - \text{masa}_{\text{final}}}{\text{masa}_{\text{inicial}}} \times 100$$

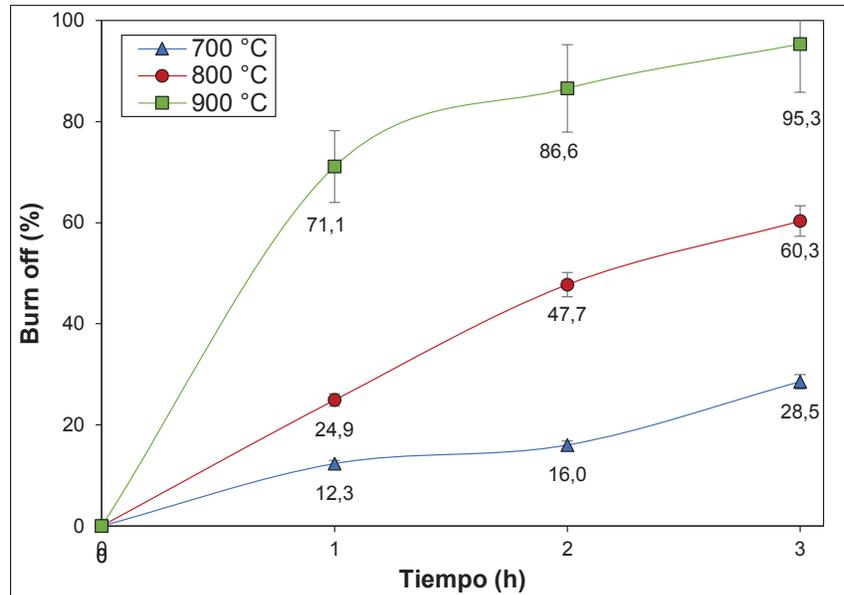
[FTXIII.1]

$$\text{"Burn off"} = \frac{1,01 - 0,30}{1,03} \times 100$$

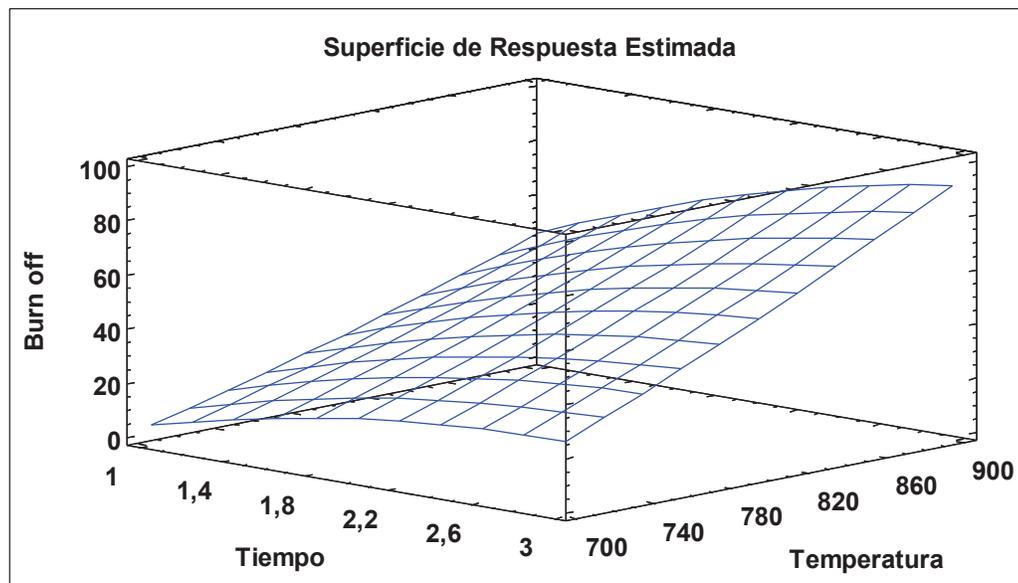
$$\text{"Burn off"} = 70,3 \%$$

$$\text{"Burn off"} \text{ promedio} = \frac{70,3 + 72,3 + 70,7}{3}$$

$$\text{"Burn off"} \text{ promedio} = 71,1 \%$$



**Figura FTXIII.1** Variación del “burn off” con respecto al tiempo para los carbones activados obtenidos mediante activación física con CO<sub>2</sub> a diferentes temperaturas de activación



**Figura FTXIII.2** Superficie de respuesta del “burn off” de los carbones activados obtenidos mediante activación física con CO<sub>2</sub> en función de la temperatura y el tiempo de activación física

## FICHA TÉCNICA XIV

### DETERMINACIÓN DEL ÍNDICE DE AZUL DE METILENO

**Muestra:** Carbón activado pulverizado a 45  $\mu\text{m}$

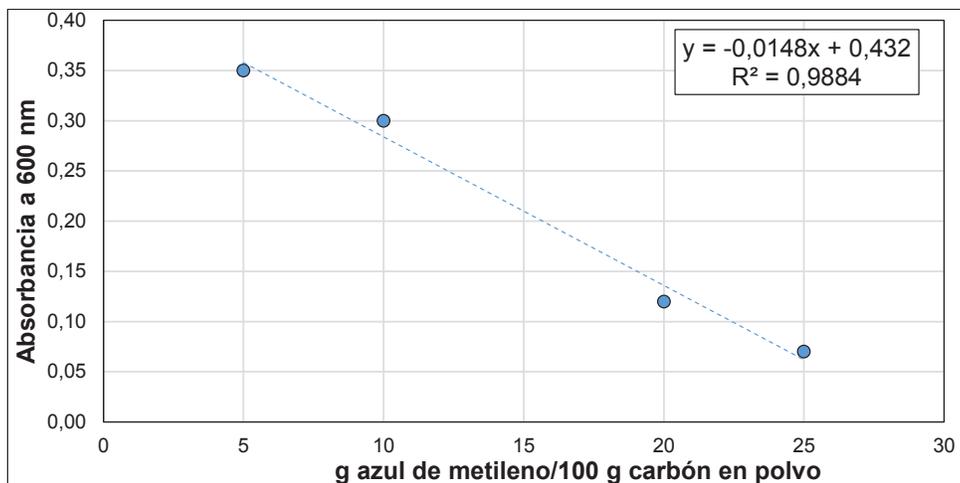
**Objetivo:** Determinar el índice de azul de metileno de los carbones obtenidos bajo las mejores condiciones de pirolisis ( $C_{SA}$ ), activación química ( $CA_{KOH}$ ) y activación física ( $CA_{CO_2}$ ), con base en el procedimiento detallado por Meza (2014).

- Se preparó una solución de ácido acético 5 % (v/v).
- Se preparó una solución madre de azul de metileno, para lo que se disolvieron 1,20 g de azul de metileno en 1 L de solución de ácido acético 5 % (v/v), previamente preparada.
- Se colocaron 0,1 g de carbón junto con 25 mL de la solución madre de azul de metileno y se agitó a razón de 1 000 RPM por el lapso de 30 min.
- Se filtró la muestra con un papel Whatman grado 42 cuantitativo y se descartaron los primeros 5 mL.
- Se tomó 1 mL de la solución filtrada y se aforó a 100 mL con ácido acético 0,25 % (v/v).
- Se midió la absorbancia de la solución en un fotocolorímetro Cornin colorimeter 252 a una longitud de onda de 600 nm.

Finalmente, se construyó una curva de calibración con base en los resultados reportados por Meza (2014) mostrados en la tabla FTXIV.1.

**Tabla FTXIV.1** Datos para la construcción de la curva de calibración para la determinación del índice de azul de metileno

Dilución	Equivalente de azul de metileno (g azul de metileno/100 g carbón)	Absorbancia a 600 nm
1:600	25	0,07
1:300	20	0,12
1:150	10	0,30
1:120	5	0,35



**Figura FTXIV.1** Curva de calibración para la determinación del índice de azul de metileno de los carbones obtenidos bajo las mejores condiciones de pirólisis ( $C_{SA}$ ), activación química ( $CA_{KOH}$ ) y activación física ( $CA_{CO_2}$ )

**Tabla FTXIV.2** Resultados de los índices de azul de metileno de los carbones obtenidos bajo las mejores condiciones de pirólisis ( $C_{SA}$ ), activación química ( $CA_{KOH}$ ) y activación física ( $CA_{CO_2}$ )

Código del carbón	Absorbancia a 600 nm	Índice de azul de metileno (g azul de metileno/100 g carbón)
$C_{SA}$	0,310	9
$CA_{KOH}$	0,075	25
$CA_{CO_2}$	0,310	9

## FICHA TÉCNICA XV

### DETERMINACIÓN DEL ÍNDICE DE DECOLORACIÓN DE AZÚCAR DE LOS CARBONES ACTIVADOS OBTENIDOS

**Muestra:** Carbón activado pulverizado a 45 µm

**Objetivo:** Determinar el índice de decoloración de azúcar de los carbones obtenidos bajo las mejores condiciones de pirolisis (C<sub>SA</sub>), activación química (CA<sub>KOH</sub>) y activación física (CA<sub>CO<sub>2</sub></sub>).

Los ensayos de determinación del índice de decoloración de azúcar de los carbones activados fueron llevados a cabo en función de la metodología seguida por Meza (2014), la misma que se resume a continuación:

- Se preparó una solución de sacarosa con una concentración de 60 °Brix, para lo que se disolvieron 300 g de azúcar morena en 500 mL de agua destilada con agitación magnética a una temperatura de 90 °C.
- En un matraz Erlenmeyer, se colocaron 100 mL de la solución de sacarosa preparada, con 0,6 g de carbón activado.
- Se agito la muestra a una temperatura de 80 °C por un lapso de 45 min.
- Se filtró la muestra al vacío, para lo que se agregó tierras filtrantes en igual proporción al carbón añadido, con la finalidad de acelerar la filtración.
- Se midió la absorbancia de la solución clarificada en un fotocolorímetro Cornin colorimeter 252, a longitudes de onda de 430 y 710 nm.
- Se determinó el índice de decoloración de azúcar de acuerdo a la formula FTXV.1

**Ejemplo de cálculo:**

$$IDA = \frac{1000 \times Abs_{430} - 2 \times Abs_{710}}{0,77188} \quad [FTXV.1]$$

**Donde:**

IDA: Índice de decoloración de azúcar del carbón activado (UBR)

Abs<sub>430</sub>: Absorbancia de la solución de azúcar a 430 nm.

$Abs_{710}$ : Absorbancia de la solución de azúcar a 710 nm.

$$IDA = \frac{1000 \times 0,050 - 2 \times 0,020}{0,77188}$$

$$IDA = 64,73 \text{ UBR}$$

**Tabla FTXV.1** Resultados de los índices de decoloración de azúcar de los carbones obtenidos bajo las mejores condiciones de pirolisis ( $C_{SA}$ ), activación química ( $CA_{KOH}$ ) y activación física ( $CA_{CO_2}$ )

Código del carbón	Absorbancia a 430 nm	Absorbancia a 710 nm	Índice de decoloración de azúcar UBR
$C_{SA}$	0,050	0,020	64,73
$CA_{KOH}$	0,028	0,013	36,98
$CA_{CO_2}$	0,047	0,018	61,65

## FICHA TÉCNICA XVI

### MICROSCOPIA ELECTRONICA DE BARRIDO (MEB)

**Muestra:** Carbón activado

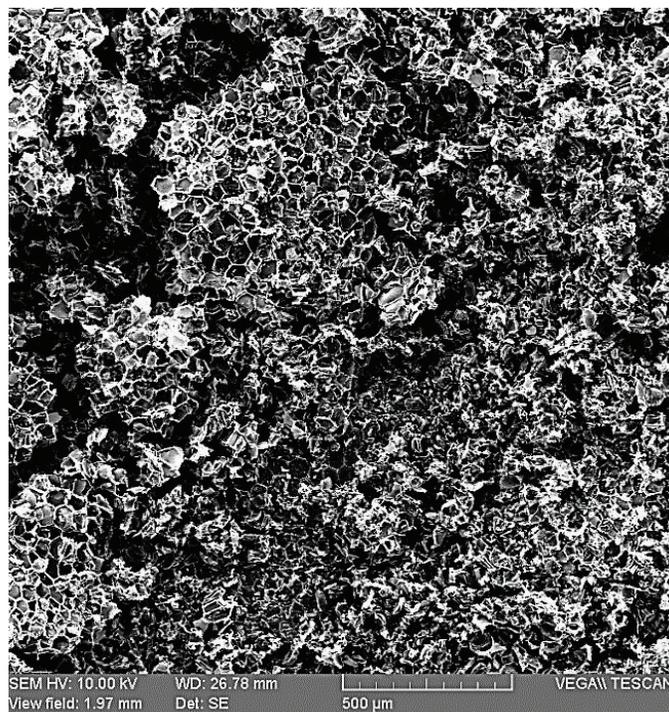
**Objetivo:** Estudiar la morfología de los carbones obtenidos bajo las mejores condiciones de pirólisis ( $C_{SA}$ ), activación química ( $CA_{KOH}$ ) y activación física ( $CA_{CO_2}$ ), mediante un análisis de microscopía electrónica de barrido MEB.



**Figura FTXVI.1** Carbón obtenido bajo las mejores condiciones de pirólisis ( $C_{SA}$ ) a un aumento de 100x



**Figura FTXVI.2** Carbón obtenido bajo las mejores condiciones de activación química (CA<sub>KOH</sub>) a un aumento de 100x



**Figura FTXVI.3** Carbón obtenido bajo las mejores condiciones de activación física (CA<sub>CO<sub>2</sub></sub>) a un aumento de 100x

## FICHA TÉCNICA XVII

### ANÁLISIS BET

**Muestra:** Carbón activado pulverizado a 45  $\mu\text{m}$

**Objetivo:** Determinar el área superficial BET de los carbones obtenidos bajo las mejores condiciones de pirólisis ( $C_{SA}$ ), activación química ( $CA_{KOH}$ ) y activación física ( $CA_{CO_2}$ ) mediante adsorción típica de  $N_2$ .

ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL		DEPARTAMENTO DE METALURGIA EXTRACTIVA-DEMEX		Quantachrome	
Quantachrome NovaWin ©1994-2010, Quantachrome Instruments v11.0				Quantachrome CORPORATION Coulombic particle performance	
<b>Analysis</b>		<b>Report</b>			
Operator:IM	Date:2015/12/15	Operator:DEMEX	Date:12/15/2015		
Sample ID: RM-8192	Filename:	C:\QCdata\Physisorb\CV.qps			
Volume/Area Summary					
Surface Area Data					
MultiPoint BET.....		4.674e+02 m <sup>2</sup> /g			
BJH method cumulative adsorption surface area.....		9.184e+00 m <sup>2</sup> /g			
BJH method cumulative desorption surface area.....		6.970e+00 m <sup>2</sup> /g			
DH method cumulative adsorption surface area.....		9.302e+00 m <sup>2</sup> /g			
DH method cumulative desorption surface area.....		7.131e+00 m <sup>2</sup> /g			
t-method external surface area.....		4.727e+00 m <sup>2</sup> /g			
t-method micropore surface area.....		4.627e+02 m <sup>2</sup> /g			
DR method micropore area.....		5.168e+02 m <sup>2</sup> /g			
NLDFT cumulative surface area.....		3.911e+02 m <sup>2</sup> /g			
Pore Volume Data					
BJH method cumulative adsorption pore volume.....		1.574e-02 cc/g			
BJH method cumulative desorption pore volume.....		1.123e-02 cc/g			
DH method cumulative adsorption pore volume.....		1.534e-02 cc/g			
DH method cumulative desorption pore volume.....		1.102e-02 cc/g			
t-method micropore volume.....		1.876e-01 cc/g			
DR method micropore volume.....		1.836e-01 cc/g			
HK method cumulative pore volume.....		1.779e-01 cc/g			
SF method cumulative pore volume.....		1.788e-01 cc/g			
NLDFT method cumulative pore volume.....		1.753e-01 cc/g			
Pore Size Data					
BJH method adsorption pore Radius (Mode Dv(r)).....		1.734e+01 Å			
BJH method desorption pore Radius (Mode Dv(r)).....		1.578e+01 Å			
DH method adsorption pore Radius (Mode Dv(r)).....		1.734e+01 Å			
DH method desorption pore Radius (Mode Dv(r)).....		1.578e+01 Å			
DR method micropore Half pore width.....		7.227e+00 Å			
DA method pore Radius (Mode).....		7.800e+00 Å			
HK method pore Radius (Mode).....		1.838e+00 Å			
SF method pore Radius (Mode).....		1.754e+00 Å			
NLDFT pore Radius (Mode).....		5.629e+00 Å			

**Figura FTXVII.1** Resumen del análisis BET del carbón obtenido bajo las mejores condiciones de pirólisis ( $C_{SA}$ )

ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL  
 DEPARTAMENTO DE METALURGIA EXTRACTIVA-DEMEX  
 Quantachrome NovaWin ©1994-2010, Quantachrome Instruments v11.0

  
Quantachrome INSTRUMENTS  
Optimizing particle performance

---

**Analysis**  
 Operator:IM Date:2015/11/27 Report Operator:DEMEX Date:12/15/2015  
 Sample ID: RM-8192 Filename: C:\QCdata\Physisorb\CAKOH900C2.qps

**Volume/Area summary**

<u>Surface Area Data</u>	
MultiPoint BET.....	9.102e+02 m <sup>2</sup> /g
Langmuir surface area.....	9.587e+02 m <sup>2</sup> /g
BJH method cumulative adsorption surface area.....	3.537e+01 m <sup>2</sup> /g
BJH method cumulative desorption surface area.....	6.106e+01 m <sup>2</sup> /g
DH method cumulative adsorption surface area.....	3.581e+01 m <sup>2</sup> /g
DH method cumulative desorption surface area.....	6.261e+01 m <sup>2</sup> /g
t-method external surface area.....	3.620e+01 m <sup>2</sup> /g
t-method micropore surface area.....	8.740e+02 m <sup>2</sup> /g
DR method micropore area.....	1.001e+03 m <sup>2</sup> /g
NLDFT cumulative surface area.....	7.280e+02 m <sup>2</sup> /g
<u>Pore Volume Data</u>	
BJH method cumulative adsorption pore volume.....	8.056e-02 cc/g
BJH method cumulative desorption pore volume.....	9.109e-02 cc/g
DH method cumulative adsorption pore volume.....	7.854e-02 cc/g
DH method cumulative desorption pore volume.....	8.952e-02 cc/g
t-method micropore volume.....	3.870e-01 cc/g
DR method micropore volume.....	3.559e-01 cc/g
HK method cumulative pore volume.....	4.054e-01 cc/g
SF method cumulative pore volume.....	4.057e-01 cc/g
NLDFT method cumulative pore volume.....	4.076e-01 cc/g
<u>Pore Size Data</u>	
BJH method adsorption pore Radius (Mode Dv(r)).....	1.654e+01 Å
BJH method desorption pore Radius (Mode Dv(r)).....	1.736e+01 Å
DH method adsorption pore Radius (Mode Dv(r)).....	1.654e+01 Å
DH method desorption pore Radius (Mode Dv(r)).....	1.736e+01 Å
DR method micropore Half pore width.....	8.041e+00 Å
DA method pore Radius (Mode).....	6.900e+00 Å
HK method pore Radius (Mode).....	2.158e+00 Å
SF method pore Radius (Mode).....	1.754e+00 Å
NLDFT pore Radius (Mode).....	5.888e+00 Å

**Figura FTXVII.2** Resumen del análisis BET del carbón obtenido bajo las mejores condiciones de activación química (CA<sub>KOH</sub>)

ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL  
 DEPARTAMENTO DE METALURGIA EXTRACTIVA-DEMEX  
 Quantachrome NovaWin ©1994-2010, Quantachrome Instruments v11.0

  
Quantachrome INSTRUMENTS  
Optimizing particle performance

---

**Analysis**  
 Operator:IM Date:2015/12/11 Report Operator:DEMEX Date:12/11/2015  
 Sample ID: RM-8192 Filename: C:\QCdata\Physisorb\CA-CO2.qps

**Volume/Area summary**

<u>Surface Area Data</u>	
MultiPoint BET.....	6.842e+02 m <sup>2</sup> /g
BJH method cumulative adsorption surface area.....	1.228e+01 m <sup>2</sup> /g
BJH method cumulative desorption surface area.....	1.667e+01 m <sup>2</sup> /g
DH method cumulative adsorption surface area.....	1.244e+01 m <sup>2</sup> /g
DH method cumulative desorption surface area.....	1.709e+01 m <sup>2</sup> /g
t-method external surface area.....	7.101e+00 m <sup>2</sup> /g
t-method micropore surface area.....	6.771e+02 m <sup>2</sup> /g
DR method micropore area.....	7.916e+02 m <sup>2</sup> /g
NLDFT cumulative surface area.....	6.330e+02 m <sup>2</sup> /g
<u>Pore Volume Data</u>	
BJH method cumulative adsorption pore volume.....	2.021e-02 cc/g
BJH method cumulative desorption pore volume.....	2.206e-02 cc/g
DH method cumulative adsorption pore volume.....	1.972e-02 cc/g
DH method cumulative desorption pore volume.....	2.171e-02 cc/g
t-method micropore volume.....	2.747e-01 cc/g
DR method micropore volume.....	2.813e-01 cc/g
HK method cumulative pore volume.....	2.937e-01 cc/g
SF method cumulative pore volume.....	2.846e-01 cc/g
NLDFT method cumulative pore volume.....	2.573e-01 cc/g
<u>Pore Size Data</u>	
BJH method adsorption pore Radius (Mode Dv(r)).....	1.650e+01 Å
BJH method desorption pore Radius (Mode Dv(r)).....	1.737e+01 Å
DH method adsorption pore Radius (Mode Dv(r)).....	1.650e+01 Å
DH method desorption pore Radius (Mode Dv(r)).....	1.737e+01 Å
DR method micropore Half pore width.....	1.519e+01 Å
DA method pore Radius (Mode).....	5.300e+00 Å
HK method pore Radius (Mode).....	1.838e+00 Å
SF method pore Radius (Mode).....	1.754e+00 Å
NLDFT pore Radius (Mode).....	5.888e+00 Å

**Figura FTXVII.3** Resumen del análisis BET del carbón obtenido bajo las mejores condiciones de activación física (CA<sub>CO2</sub>)

## FICHA TÉCNICA XVIII

### TITULACIÓN BOEHM

**Muestra:** Carbón activado pulverizado a 45  $\mu\text{m}$

**Objetivo:** Determinar la concentración de los grupos funcionales lactónicos, fenólicos y carboxílicos presentes en la superficie de los carbones obtenidos bajo las mejores condiciones de pirolisis ( $C_{SA}$ ), activación química ( $CA_{KOH}$ ) y activación física ( $CA_{CO_2}$ ).

Los ensayos de determinación de los grupos funcionales ácidos presentes en la superficie de los carbones activados fueron llevados a cabo en función de la metodología seguida por Jerez (2014), la misma que se resume a continuación:

- Se colocó una muestra de 0,2 g de carbón activado pulverizado (45  $\mu\text{m}$ ) en tres recipientes de vidrio.
- En cada recipiente, se colocaron 50 mL de soluciones de NaOH,  $Na_2CO_3$ , y  $NaHCO_3$  en concentraciones de 0,1 N, respectivamente.
- Se agitaron las muestras por un lapso de 48 h a razón de 1 500 rpm.
- Luego de dicho tiempo, se dejó reposar que cada sistema por 24 h.
- Se tomó una alícuota de 8 mL de cada solución.
- A cada alícuota correspondiente a las soluciones de  $NaHCO_3$ ,  $Na_2CO_3$  y NaOH se le agregaron 3 gotas de fenolftaleína y se las acidificó con 10, 20 y 30 mL HCL 0,1 N, respectivamente.
- Se tituló cada solución con NaOH 0,1 N.
- Se repitió el proceso con las soluciones en ausencia de carbón activado, con la finalidad de obtener el valor respectivo a las soluciones patrón (blancos).
- Finalmente, se calcularon los equivalentes de cada solución ( $eq_i$ ) que reaccionaron con los grupos funcionales de los carbones activados, mediante la aplicación de la ecuación FTXVIII.1 mostrada a continuación:

$$eq_i = \frac{(V_{\text{Blanco}_i} - V_{CA})}{m_{\text{carbón}}} \times C_{\text{sol}_i}$$

[FTXVIII.1]

Donde:

$eq_i$ : Equivalentes de la solución  $i$  que reaccionaron con los grupos funcionales superficiales del carbón activado (meq/g)

$V_{Blanco_i}$ : Gasto de la solución patrón  $i$  (mL)

$V_{CA_i}$ : Gasto de la solución  $i$  en presencia de carbón activado (mL)

$C_{sol_i}$ : Concentración inicial de la solución  $i$  (eq/L)

$m_{carbón}$ : Masa de carbón activado utilizado (g)

### Ejemplo de cálculo:

El siguiente ejemplo de cálculo corresponde a la determinación de los equivalentes de  $NaHCO_3$  que reaccionaron con los grupos funcionales del carbón  $CA_{KOH}$ , para lo que se utilizaron los datos experimentales obtenidos en la primera repetición, los mismos que se muestran en las tablas FTXVIII.1 y FTXVIII.2.

$$eq_{NaHCO_3} = \frac{(2,1 - 1,3) \text{ mL}}{0,2 \text{ g}} \times \frac{0,1 \text{ eq}}{1000 \text{ mL}} \times \frac{1000 \text{ meq}}{1 \text{ eq}}$$

$$eq_{NaHCO_3} = 0,40 \frac{\text{meq}}{\text{g}}$$

Las concentraciones de los grupos funcionales superficiales carboxílicos, lactónicos y fenólicos de los carbones activados fueron determinadas mediante la aplicación de las ecuaciones FTXVIII.2, FTXVIII.3 y FTXVIII.4, respectivamente, mientras que la acidez total fue determinada mediante la aplicación de la ecuación FTXVIII.5.

$$[\text{carboxílicos}] = eq_{NaHCO_3} \quad [\text{FTXVIII.2}]$$

$$[\text{lactónicos}] = eq_{Na_2CO_3} - eq_{NaHCO_3} \quad [\text{FTXVIII.3}]$$

$$[\text{fenólicos}] = eq_{NaOH} - eq_{Na_2CO_3} \quad [\text{FTXVIII.4}]$$

$$\text{Acidez total} = [\text{carboxílicos}] + [\text{lactónicos}] + [\text{fenólicos}] \quad [\text{FTXVIII.5}]$$

### Ejemplo de cálculo

$$[\text{carboxílicos}]_{CA_{KOH}} = eq_{NaHCO_3-CA_{KOH}}$$

$$[\text{carboxílicos}]_{CA_{KOH}} = 0,40 \frac{\text{meq}}{\text{g}}$$

$$[\text{lactónicos}]_{\text{CA}_{\text{KOH}}} = \text{eq}_{\text{Na}_2\text{CO}_3-\text{CA}_{\text{KOH}}} - \text{eq}_{\text{NaHCO}_3-\text{CA}_{\text{KOH}}}$$

$$[\text{lactónicos}]_{\text{CA}_{\text{KOH}}} = 0,50 - 0,40$$

$$[\text{lactónicos}]_{\text{CA}_{\text{KOH}}} = 0,10 \frac{\text{meq}}{\text{g}}$$

$$[\text{fenólicos}]_{\text{CA}_{\text{KOH}}} = \text{eq}_{\text{NaOH}-\text{CA}_{\text{KOH}}} - \text{eq}_{\text{Na}_2\text{CO}_3-\text{CA}_{\text{KOH}}}$$

$$[\text{fenólicos}]_{\text{CA}_{\text{KOH}}} = 0,75 - 0,50$$

$$[\text{fenólicos}]_{\text{CA}_{\text{KOH}}} = 0,25 \frac{\text{meq}}{\text{g}}$$

$$\text{Acidez total}_{\text{CA}_{\text{KOH}}} = [\text{carboxílicos}]_{\text{CA}_{\text{KOH}}} + [\text{lactónicos}]_{\text{CA}_{\text{KOH}}} + [\text{fenólicos}]_{\text{CA}_{\text{KOH}}}$$

$$\text{Acidez total}_{\text{CA}_{\text{KOH}}} = 0,40 + 0,10 + 0,25$$

$$\text{Acidez total}_{\text{CA}_{\text{KOH}}} = 0,75 \frac{\text{meq}}{\text{g}}$$

**Tabla FT XVIII.1** Gastos obtenidos de las soluciones patrón (blancos)

Repetición	Gasto NaHCO <sub>3</sub> (mL)	Gasto Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> (mL)	Gasto NaOH (mL)
1	2,1	4,5	7,2
2	1,7	4,1	6,5

**Tabla FTXVIII.2** Datos experimentales correspondientes a los carbones obtenidos bajo las mejores condiciones de pirólisis (C<sub>SA</sub>), activación química (CA<sub>KOH</sub>) y activación física (CA<sub>CO<sub>2</sub></sub>)

Código carbón	Repetición	Gasto NaHCO <sub>3</sub> (mL)	Gasto Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> (mL)	Gasto NaOH (mL)
C <sub>SA</sub>	1	1,8	3,8	6,3
	2	1,3	3,5	5,8
CA <sub>CO<sub>2</sub></sub>	1	1,9	4,1	6,7
	2	1,6	3,7	5,9
CA <sub>KOH</sub>	1	1,3	3,5	5,7
	2	0,7	2,6	4,6

**Tabla FTXVIII.3** Resultados de la concentración de los grupos carboxílicos, lactónicos y fenólicos y de la acidez total de los carbones obtenidos bajo las mejores condiciones de pirólisis ( $C_{SA}$ ), activación química ( $CA_{KOH}$ ) y activación física ( $CA_{CO_2}$ )

Código carbón	Repetición	[carboxílicos] (meq/g)	[lactónicos] (meq/g)	[fenólicos] (meq/g)	Acidez total (meq/g)
$C_{SA}$	1	0,15	0,20	0,10	0,45
	2	0,20	0,10	0,05	0,35
$CA_{CO_2}$	1	0,10	0,10	0,05	0,25
	2	0,05	0,15	0,10	0,30
$CA_{KOH}$	1	0,40	0,10	0,25	0,75
	2	0,50	0,25	0,20	0,95

**Tabla FTXVIII.4** Resultados de la concentración de los grupos carboxílicos, lactónicos y fenólicos y de la acidez total promedio de los carbones obtenidos bajo las mejores condiciones de pirólisis ( $C_{SA}$ ), activación química ( $CA_{KOH}$ ) y activación física ( $CA_{CO_2}$ )

Código carbón	[carboxílicos] (meq/g)	[lactónicos] (meq/g)	[fenólicos] (meq/g)	Acidez total (meq/g)
$C_{SA}$	$0,18 \pm 0,02$	$0,15 \pm 0,05$	$0,08 \pm 0,02$	$0,40 \pm 0,05$
$CA_{CO_2}$	$0,08 \pm 0,03$	$0,13 \pm 0,02$	$0,07 \pm 0,03$	$0,28 \pm 0,02$
$CA_{KOH}$	$0,45 \pm 0,05$	$0,18 \pm 0,07$	$0,23 \pm 0,02$	$0,85 \pm 0,10$

## FICHA TÉCNICA XIX

### EJEMPLO DE CURVA DE CALIBRACIÓN

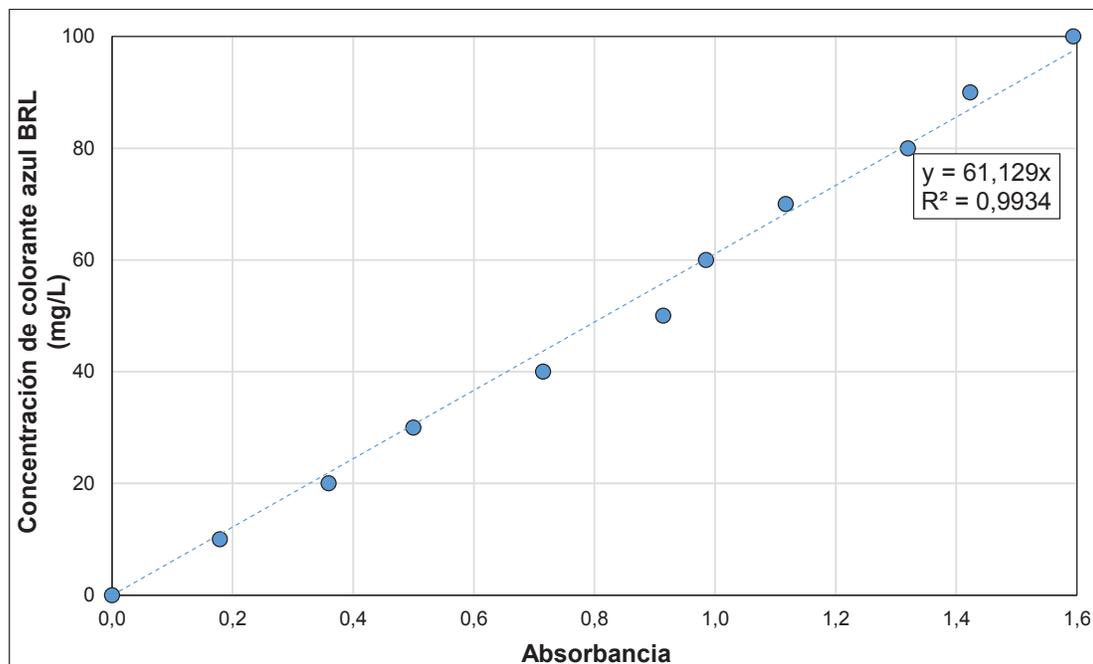
**Objetivo:** Construir la curva de calibración del colorante azul BRL a un pH de 2

Se prepararon soluciones de colorante azul BRL a diferentes concentraciones mediante la disolución de diferentes cantidades de colorante en agua destilada. El pH fue regulado a 2 mediante la adición de ácido clorhídrico 1 M.

Posteriormente, se midió la absorbancia de cada una de las soluciones preparadas en un espectrómetro UV-Vis Hitachi U-19000 a una longitud de onda de 565 nm, la misma que fue determinada mediante pruebas preliminares.

**Tabla FTXIX.1** Datos experimentales para la construcción de la curva de calibración del colorante azul BRL (pH=2,  $\lambda_{\text{max}}=565$  nm)

Concentración de colorante (mg/L)	Absorbancia
100	1,594
90	1,423
80	1,320
70	1,117
60	0,985
50	0,914
40	0,715
30	0,500
20	0,359
10	0,179
0	0,000



**Figura FTXIX.1** Curva de calibración del colorante azul BRL  
( $\lambda_{\max}=565$  nm, pH=2)

Con los resultados obtenidos de la linealización, se determinó que la concentración de la solución de colorante azul BRL puede ser calculada mediante la aplicación de la ecuación FTXIX.1.

$$C_{\text{ABRL}} = 61,129 \times A \quad [\text{FTXIX.1}]$$

Donde:

$C_{\text{ABRL}}$ : Concentración de colorante azul BRL

A: Absorbancia de la solución medida a una longitud de onda de 565 nm.

## FICHA TÉCNICA XX

### ESTUDIOS DE EQUILIBRIO DE ADSORCIÓN

**Objetivo:** Estudiar el equilibrio de adsorción de colorante azul BRL de los carbones obtenidos bajo las mejores condiciones de pirolisis ( $C_{SA}$ ), activación química ( $CA_{KOH}$ ), activación física ( $CA_{CO_2}$ ) y de las suspensiones  $TiO_2$ ,  $C_{SA}:TiO_2$ ,  $CA_{KOH}:TiO_2$  y  $CA_{CO_2}:TiO_2$ .

**Tabla FTXX.1** Datos experimentales para la determinación de la concentración de colorante azul BRL a diferentes tiempos de adsorción con el uso de la suspensión  $C_{SA}$  (Volumen de solución 25 mL; concentración inicial 50 mg/L; cantidad de catalizador 10 mg del carbón  $C_{SA}$ ; pH 2; velocidad de agitación 200 rpm)

Tiempo (min)	Primera repetición		Segunda repetición		Tercera repetición		Concentración promedio (mg/L)
	A	Concentración final (mg/L)	A	Concentración final (mg/L)	A	Concentración final (mg/L)	
0	-	50,00	-	50,00	-	50,00	50,00
10	0,694	40,16	0,707	40,92	0,691	40,01	40,36
20	0,687	39,74	0,685	39,63	0,669	38,71	39,38
30	0,659	38,15	0,683	39,54	0,704	40,76	39,48
45	0,676	39,12	0,668	38,65	0,690	39,94	39,24
60	0,687	39,74	0,673	38,97	0,698	40,43	39,71
90	0,656	37,96	0,619	35,85	0,617	35,7	36,50
120	0,631	36,55	0,646	37,39	0,608	35,22	36,37
180	0,654	37,85	0,637	36,87	0,654	37,87	37,53

**Tabla FTXX.2** Datos experimentales para la determinación de la concentración de colorante azul BRL a diferentes tiempos de adsorción con el uso de la suspensión  $CA_{KOH}$  (Volumen de solución 25 mL; concentración inicial 50 mg/L; cantidad de catalizador 10 mg del carbón  $CA_{KOH}$ ; pH 2; velocidad de agitación 200 rpm)

Tiempo (min)	Primera repetición		Segunda repetición		Tercera repetición		Concentración promedio (mg/L)
	A	Concentración final (mg/L)	A	Concentración final (mg/L)	A	Concentración final (mg/L)	
0	-	50,00	-	50,00	-	50,00	50,00
10	0,523	30,88	0,531	31,35	0,545	32,19	31,47
20	0,537	31,75	0,526	31,05	0,540	31,89	31,56

**Tabla FTXX.2** Datos experimentales para la determinación de la concentración de colorante azul BRL a diferentes tiempos de adsorción con el uso de la suspensión  $CA_{KOH}$  (Volumen de solución 25 mL; concentración inicial 50 mg/L; cantidad de catalizador 10 mg del carbón  $CA_{KOH}$ ; pH 2; velocidad de agitación 200 rpm, continuación...)

Tiempo (min)	Primera repetición		Segunda repetición		Tercera repetición		Concentración promedio (mg/L)
	A	Concentración final (mg/L)	A	Concentración final (mg/L)	A	Concentración final (mg/L)	
30	0,509	30,07	0,537	31,70	0,541	31,98	31,25
45	0,506	29,91	0,532	31,43	0,530	31,30	30,88
60	0,518	30,59	0,524	30,98	0,520	30,71	30,76
90	0,537	31,73	0,491	29,01	0,531	31,36	30,70
120	0,465	27,45	0,466	27,52	0,476	28,10	27,69
180	0,466	27,51	0,464	27,41	0,474	27,97	27,63

**Tabla FTXX.3** Datos experimentales para la determinación de la concentración de colorante azul BRL a diferentes tiempos de adsorción con el uso de la suspensión  $CA_{CO_2}$  (Volumen de solución 25 mL; concentración inicial 50 mg/L; cantidad de catalizador 10 mg del carbón  $CA_{CO_2}$ ; pH 2; velocidad de agitación 200 rpm)

Tiempo (min)	Primera repetición		Segunda repetición		Tercera repetición		Concentración promedio (mg/L)
	A	Concentración final (mg/L)	A	Concentración final (mg/L)	A	Concentración final (mg/L)	
0	-	50,00	-	50,00	-	50,00	50,00
10	0,641	37,12	0,570	32,99	0,525	30,38	33,50
20	0,607	35,11	0,595	34,46	0,615	35,61	35,06
30	0,586	33,93	0,551	31,88	0,562	32,53	32,78
45	0,592	34,28	0,554	32,05	0,549	31,77	32,70
60	0,587	33,96	0,556	32,21	0,546	31,60	32,59
90	0,583	33,76	0,600	34,73	0,549	31,77	33,42
120	0,523	30,29	0,576	33,33	0,511	29,56	31,06
180	0,548	31,73	0,598	34,63	0,560	32,40	32,92

Debido a que las suspensiones  $TiO_2$ ,  $CSA:TiO_2$ ,  $CA_{KOH}:TiO_2$  y  $CA_{CO_2}:TiO_2$  presentaron una considerable adsorción, fue necesario efectuar un estudio con una concentración de 100 mg/L, con la finalidad de determinar la concentración de la solución en el equilibrio y el tiempo que tarda el sistema en alcanzar dicha concentración.

**Tabla FTXX.4** Datos experimentales para la determinación de la concentración de colorante azul BRL a diferentes tiempos de adsorción con la suspensión  $\text{TiO}_2$  (Volumen de solución 25 mL; concentración inicial 100 mg/L; masa de catalizador 50 mg de  $\text{TiO}_2$ ; pH 2; velocidad de agitación 200 rpm)

Tiempo (min)	Primera repetición		Segunda repetición		Tercera repetición		Concentración promedio (mg/L)
	A	Concentración final (mg/L)	A	Concentración final (mg/L)	A	Concentración final (mg/L)	
0	-	100,00	-	100,00	-	100,00	100,00
10	0,858	51,11	0,917	54,61	0,958	57,09	54,27
20	0,815	48,58	0,860	51,24	0,881	52,46	50,76
30	0,839	49,98	0,808	48,16	0,846	50,39	49,51
45	0,787	46,87	0,733	43,67	0,769	45,81	45,45
60	0,770	45,89	0,753	44,83	0,736	43,86	44,86
90	0,786	46,82	0,738	43,97	0,738	43,97	44,92
120	0,733	43,66	0,719	42,85	0,708	42,16	42,89
180	0,705	42,02	0,711	42,33	0,736	43,84	42,73

**Tabla FTXX.5** Datos experimentales para la determinación de la concentración de colorante azul BRL a diferentes tiempos de adsorción con la suspensión  $\text{C}_{\text{SA}}:\text{TiO}_2$  (Volumen de solución 25 mL; concentración inicial 100 mg/L; masa de catalizador 50 mg de  $\text{TiO}_2$  y 10 mg del carbón  $\text{C}_{\text{SA}}$ ; pH 2; velocidad de agitación 200 rpm)

Tiempo (min)	Primera repetición		Segunda repetición		Tercera repetición		Concentración promedio (mg/L)
	A	Concentración final (mg/L)	A	Concentración final (mg/L)	A	Concentración final (mg/L)	
0	-	100,00	-	100,00	-	100,00	100,00
10	0,832	50,07	0,841	50,63	0,919	55,27	51,99
20	0,736	44,29	0,689	41,46	0,687	41,33	42,36
30	0,645	38,79	0,681	40,99	0,765	46,04	41,94
45	0,649	39,03	0,646	38,88	0,689	41,43	39,78
60	0,679	40,84	0,614	36,96	0,773	46,52	41,44
90	0,641	38,56	0,640	38,52	0,681	40,97	39,35
120	0,681	40,97	0,649	39,06	0,656	39,49	39,84
180	0,632	38,04	0,684	41,15	0,700	42,13	40,44

**Tabla FTXX.6** Datos experimentales para la determinación de la concentración de colorante azul BRL a diferentes tiempos de adsorción con la suspensión  $CA_{KOH}:TiO_2$  (Volumen de solución 25 mL; concentración inicial 100 mg/L; masa de catalizador 50 mg de  $TiO_2$  y 10 mg del carbón  $CA_{KOH}$ ; pH 2; velocidad de agitación 200 rpm)

Tiempo (min)	Primera repetición		Segunda repetición		Tercera repetición		Concentración promedio (mg/L)
	A	Concentración final (mg/L)	A	Concentración final (mg/L)	A	Concentración final (mg/L)	
0	-	100,00	-	100,00	-	100,00	100,00
10	0,713	41,52	0,660	38,43	0,640	37,29	39,08
20	0,670	39,01	0,650	37,85	0,657	38,28	38,38
30	0,581	33,85	0,608	35,42	0,650	37,83	35,7
45	0,628	36,58	0,620	36,11	0,573	33,36	35,35
60	0,526	30,62	0,580	33,77	0,625	36,41	33,6
90	0,686	39,94	0,524	30,53	0,599	34,89	35,12
120	0,628	36,58	0,479	27,87	0,645	37,58	34,01
180	0,590	34,33	0,520	30,29	0,606	35,31	33,31

**Tabla FTXX.7** Datos experimentales para la determinación de la concentración de colorante azul BRL a diferentes tiempos de adsorción con la suspensión  $CA_{CO_2}:TiO_2$  (Volumen de solución 25 mL; concentración inicial 100 mg/L; masa de catalizador 50 mg de  $TiO_2$  y 10 mg del carbón  $CA_{CO_2}$ ; pH 2; velocidad de agitación 200 rpm)

Tiempo (min)	Primera repetición		Segunda repetición		Tercera repetición		Concentración promedio (mg/L)
	A	Concentración final (mg/L)	A	Concentración final (mg/L)	A	Concentración final (mg/L)	
0	-	100,00	-	100,00	-	100,00	100,00
10	0,788	46,94	0,863	51,39	0,863	51,43	49,92
20	0,754	44,91	0,766	45,65	0,787	46,87	45,81
30	0,824	49,07	0,727	43,28	0,640	38,12	43,49
45	0,631	37,62	0,654	38,99	0,667	39,73	38,78
60	0,637	37,93	0,718	42,79	0,625	37,24	39,32
90	0,592	35,26	0,685	40,83	0,652	38,84	38,31
120	0,560	33,36	0,641	38,2	0,596	35,48	35,68
180	0,583	34,76	0,625	37,26	0,684	40,75	37,59

## FICHA TÉCNICA XXI

### ISOTERMAS DE ADSORCIÓN

**Muestra:** Colorante azul BRL

**Objetivo:** Construir las isotermas de adsorción de las suspensiones  $C_{SA}$ ,  $CA_{KOH}$ ,  $CA_{CO_2}$ ,  $TiO_2$ ,  $C_{SA}:TiO_2$ ,  $CA_{KOH}:TiO_2$  y  $CA_{CO_2}:TiO_2$ .

Para la determinación de las isotermas de adsorción se siguió la metodología detallada a continuación:

- Se pesaron 10 mg de carbón activado en un 6 recipientes de vidrio.
- Se agregaron 25 mL de solución de colorante azul BRL en concentraciones de 20, 40, 50, 60, 80 y 100 mg/L.
- Se agitó cada sistema a razón de 200 rpm por 24 h en condiciones de oscuridad.
- Luego de 24 h, se centrifugaron las soluciones en el equipo Wifug 2000E a razón de 4 000 rpm.
- Se midió la absorbancia de los sobrenadantes en un espectrómetro UV-Vis Hitachi U-19000 a 565 nm, para posteriormente determinar la concentración final de cada solución.
- Se repitió el proceso 50 mg  $TiO_2$  y con suspensiones de carbón activado y  $TiO_2$  en relación 10:50.

**Tabla FTXXI.1** Datos experimentales promedio para la construcción de las isotermas de adsorción de colorante azul BRL con la suspensión  $C_{SA}$  (Volumen de solución 25 mL; concentración inicial 100 mg/L; masa de catalizador 10 mg del carbón  $C_{SA}$ ; pH 2; velocidad de agitación 200 rpm)

Concentración inicial (mg/L)	Volumen de solución (L)	Masa de carbón (g)	Masa de $TiO_2$ (g)	Masa total de catalizador (g)	A	Concentración final (mg/L)	$q_e$ ( $\frac{mg \text{ colorante}}{g \text{ catalizador}}$ )
20	0,025	0,0106	0,0000	0,0106	0,298	18,22	4,21
40	0,025	0,0102	0,0000	0,0102	0,584	35,70	10,54
50	0,025	0,0105	0,0000	0,0105	0,730	44,62	12,80
60	0,025	0,0105	0,0000	0,0105	0,865	52,88	16,96
80	0,025	0,0100	0,0000	0,0100	1,202	73,48	16,31
100	0,025	0,0103	0,0000	0,0103	1,419	86,74	32,18

**Tabla FTXXI.2** Datos experimentales promedio para la construcción de las isothermas de adsorción de colorante azul BRL con la suspensión  $CA_{KOH}$  (Volumen de solución 25 mL; concentración inicial 100 mg/L; masa de catalizador 10 mg del carbón  $CA_{KOH}$ ; pH 2; velocidad de agitación 200 rpm)

Concentración inicial (mg/L)	Volumen de solución (L)	Masa de carbón (g)	Masa de $TiO_2$ (g)	Masa total de catalizador (g)	A	Concentración final (mg/L)	$q_e$ ( $\frac{mg \text{ colorante}}{g \text{ catalizador}}$ )
20	0,025	0,0106	0,0000	0,0106	0,227	13,88	14,44
40	0,025	0,0103	0,0000	0,0103	0,504	30,81	22,31
50	0,025	0,0108	0,0000	0,0108	0,592	36,19	31,97
60	0,025	0,0106	0,0000	0,0106	0,681	41,63	43,33
80	0,025	0,0103	0,0000	0,0103	0,982	60,03	48,47
100	0,025	0,0102	0,0000	0,0102	1,258	76,90	56,62

**Tabla FTXXI.3** Datos experimentales promedio para la construcción de las isothermas de adsorción de colorante azul BRL con la suspensión  $CA_{CO_2}$  (Volumen de solución 25 mL; concentración inicial 100 mg/L; masa de catalizador 10 mg del carbón  $CA_{CO_2}$ ; pH 2; velocidad de agitación 200 rpm)

Concentración inicial (mg/L)	Volumen de solución (L)	Masa de carbón (g)	Masa de $TiO_2$ (g)	Masa total de catalizador (g)	A	Concentración final (mg/L)	$q_e$ ( $\frac{mg \text{ colorante}}{g \text{ catalizador}}$ )
20	0,025	0,0103	0,0000	0,0103	0,283	17,30	6,55
40	0,025	0,0106	0,0000	0,0106	0,571	34,90	12,02
50	0,025	0,0106	0,0000	0,0106	0,671	41,02	21,19
60	0,025	0,0103	0,0000	0,0103	0,770	47,07	31,39
80	0,025	0,0104	0,0000	0,0104	1,098	67,12	30,96
100	0,025	0,0106	0,0000	0,0106	1,340	81,91	42,66

**Tabla FTXXI.4** Datos experimentales promedio para la construcción de las isothermas de adsorción de colorante azul BRL con la suspensión  $TiO_2$  (Volumen de solución 25 mL; concentración inicial 100 mg/L; masa de catalizador 50 mg de  $TiO_2$ ; pH 2; velocidad de agitación 200 rpm)

Concentración inicial (mg/L)	Volumen de solución (L)	Masa de carbón (g)	Masa de $TiO_2$ (g)	Masa total de catalizador (g)	A	Concentración final (mg/L)	$q_e$ ( $\frac{mg \text{ colorante}}{g \text{ catalizador}}$ )
20	0,025	0,0000	0,0502	0,0502	0,029	1,77	9,08
40	0,025	0,0000	0,0502	0,0502	0,165	10,09	14,90
50	0,025	0,0000	0,0506	0,0506	0,21	12,84	18,36

**Tabla FTXXI.4** Datos experimentales promedio para la construcción de las isothermas de adsorción de colorante azul BRL con la suspensión  $\text{TiO}_2$  (Volumen de solución 25 mL; concentración inicial 100 mg/L; masa de catalizador 50 mg de  $\text{TiO}_2$ ; pH 2; velocidad de agitación 200 rpm, continuación...)

Concentración inicial (mg/L)	Volumen de solución (L)	Masa de carbón (g)	Masa de $\text{TiO}_2$ (g)	Masa total de catalizador (g)	A	Concentración final (mg/L)	$q_e$ ( $\frac{\text{mg colorante}}{\text{g catalizador}}$ )
60	0,025	0,0000	0,0502	0,0502	0,273	16,69	21,57
80	0,025	0,0000	0,0500	0,0500	0,602	36,80	21,60
100	0,025	0,0000	0,0500	0,0500	0,698	42,67	28,67

**Tabla FTXXI.5** Datos experimentales promedio para la construcción de las isothermas de adsorción de colorante azul BRL con la suspensión  $\text{C}_{\text{SA}}:\text{TiO}_2$  (Volumen de solución 25 mL; concentración inicial 100 mg/L; masa de catalizador 10 mg del carbón  $\text{C}_{\text{SA}}$  y 50 mg de  $\text{TiO}_2$ ; pH 2; velocidad de agitación 200 rpm)

Concentración inicial (mg/L)	Volumen de solución (L)	Masa de carbón (g)	Masa de $\text{TiO}_2$ (g)	Masa total de catalizador (g)	A	Concentración final (mg/L)	$q_e$ ( $\frac{\text{mg colorante}}{\text{g catalizador}}$ )
20	0,025	0,0500	0,0102	0,0602	0,034	2,08	7,44
40	0,025	0,0507	0,0104	0,0611	0,111	6,79	13,59
50	0,025	0,0501	0,0104	0,0605	0,129	7,89	17,40
60	0,025	0,0506	0,0101	0,0607	0,196	11,98	19,78
80	0,025	0,0496	0,0104	0,0600	0,341	20,84	24,65
100	0,025	0,0501	0,0102	0,0603	0,661	40,41	24,71

**Tabla FTXXI.6** Datos experimentales promedio para la construcción de las isothermas de adsorción de colorante azul BRL con la suspensión  $\text{C}_{\text{KOH}}:\text{TiO}_2$  (Volumen de solución 25 mL; concentración inicial 100 mg/L; masa de catalizador 10 mg del carbón  $\text{C}_{\text{KOH}}$  y 50 mg de  $\text{TiO}_2$ ; pH 2; velocidad de agitación 200 rpm)

Concentración inicial (mg/L)	Volumen de solución (L)	Masa de carbón (g)	Masa de $\text{TiO}_2$ (g)	Masa total de catalizador (g)	A	Concentración final (mg/L)	$q_e$ ( $\frac{\text{mg colorante}}{\text{g catalizador}}$ )
20	0,025	0,0501	0,0102	0,0603	0,002	0,12	8,24
40	0,025	0,0506	0,0104	0,0610	0,015	0,92	16,02
50	0,025	0,0501	0,0102	0,0603	0,047	2,87	19,54
60	0,025	0,0502	0,0105	0,0607	0,056	3,42	23,30
80	0,025	0,0505	0,0100	0,0605	0,268	16,38	26,29
100	0,025	0,0505	0,0104	0,0609	0,546	33,38	27,35

**Tabla FTXXI.7** Datos experimentales promedio para la construcción de las isothermas de adsorción de colorante azul BRL con la suspensión  $CA_{CO_2}:TiO_2$  (Volumen de solución 25 mL; concentración inicial 100 mg/L; masa de catalizador 10 mg del carbón  $CA_{CO_2}$  y 50 mg de  $TiO_2$ ; pH 2; velocidad de agitación 200 rpm)

Concentración inicial (mg/L)	Volumen de solución (L)	Masa de carbón (g)	Masa de $TiO_2$ (g)	Masa total de catalizador (g)	A	Concentración final (mg/L)	$q_e$ (mg colorante / g catalizador)
0	0,000	0,0000	0,0000	0,0000	0,000	0,00	0,00
20	0,025	0,0501	0,0101	0,0602	0,001	0,06	8,28
40	0,025	0,0506	0,0103	0,0609	0,041	2,51	15,39
50	0,025	0,0503	0,0102	0,0605	0,082	5,01	18,59
60	0,025	0,0501	0,0100	0,0601	0,096	5,87	22,52
80	0,025	0,0500	0,0102	0,0602	0,395	24,15	23,20
100	0,025	0,0500	0,0106	0,0606	0,614	37,53	25,77

#### Ejemplo de cálculo:

El siguiente ejemplo de cálculo se será efectuado con base en los resultados obtenidos con el uso de la suspensión  $CA_{KOH}:TiO_2$ .

Inicialmente, se calculó la cantidad de colorante adsorbido mediante la aplicación de la ecuación FTXXI.1.

$$q_e = \frac{(C_i - C_f) \times V_s}{m_{cat}} \quad [FTXXI.1]$$

Donde:

$q_e$ : Cantidad de colorante adsorbido por unidad de masa  $\left(\frac{\text{mg colorante}}{\text{g catalizador}}\right)$

$C_i$ : Concentración inicial de la solución (mg/L)

$C_f$ : Concentración final de la solución (mg/L)

$V_s$ : Volumen de la solución (L)

$m_{cat}$ : Masa total de catalizador (g)

$$q_e = \frac{(100 - 76,90) \times 0,025}{0,0102}$$

$$q_e = 56,62 \frac{\text{mg colorante}}{\text{g catalizador}}$$

Posteriormente, se utilizó las linealizaciones de los modelos matemáticos de las isothermas de Langmuir y Freundlich, los mismos que son descritos en las ecuaciones FTXXI.2 y FTXXI.3, respectivamente.

$$\frac{C_e}{q} = \frac{1}{K_L \cdot q_{\max}} + \frac{1}{q_{\max}} \cdot C_e \quad [\text{FTXXI.2}]$$

Donde:

$q_{\max}$ : Cantidad máxima de colorante adsorbido por el catalizador utilizado

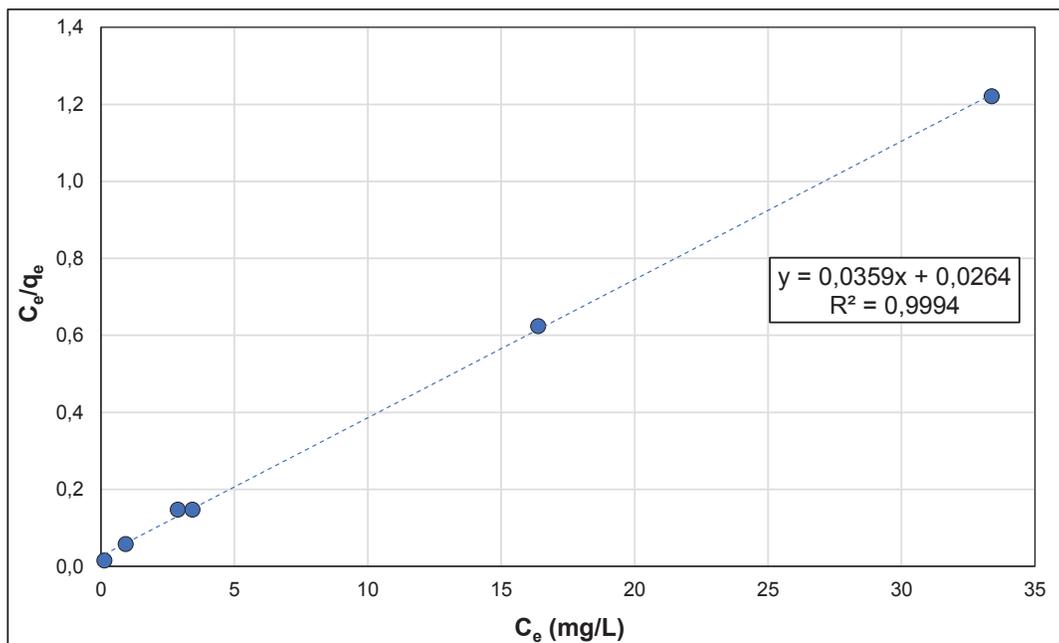
$K_L$ : Constante de Langmuir

$$\ln q = \frac{1}{n} \cdot \ln C_e + \ln K_f \quad [\text{FTXXI.3}]$$

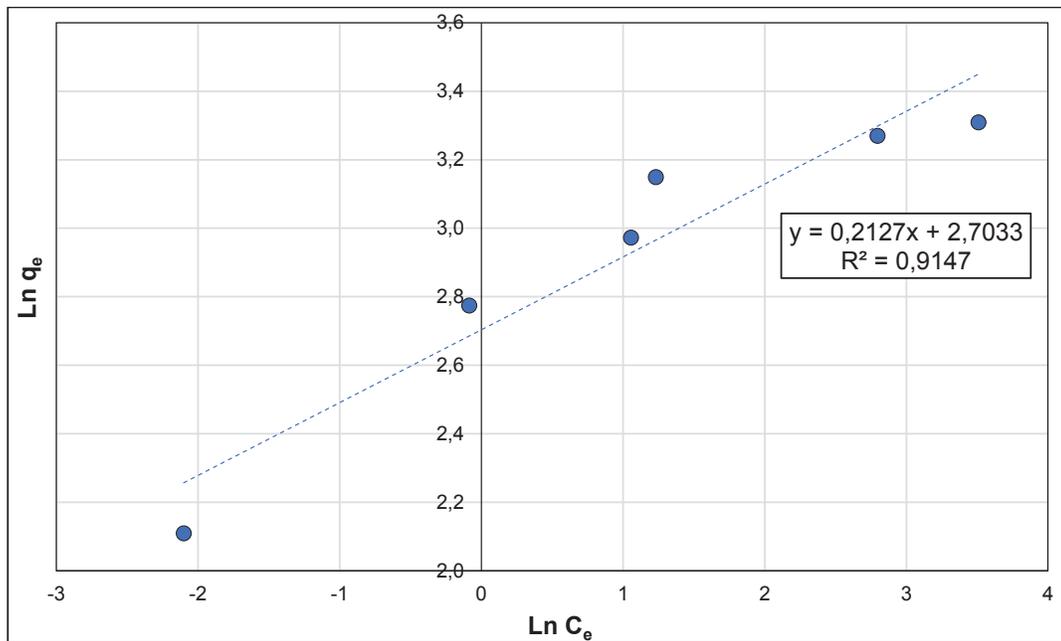
Donde:

$n$  y  $K_f$ : Constantes propias de la isoterma de Freundlich

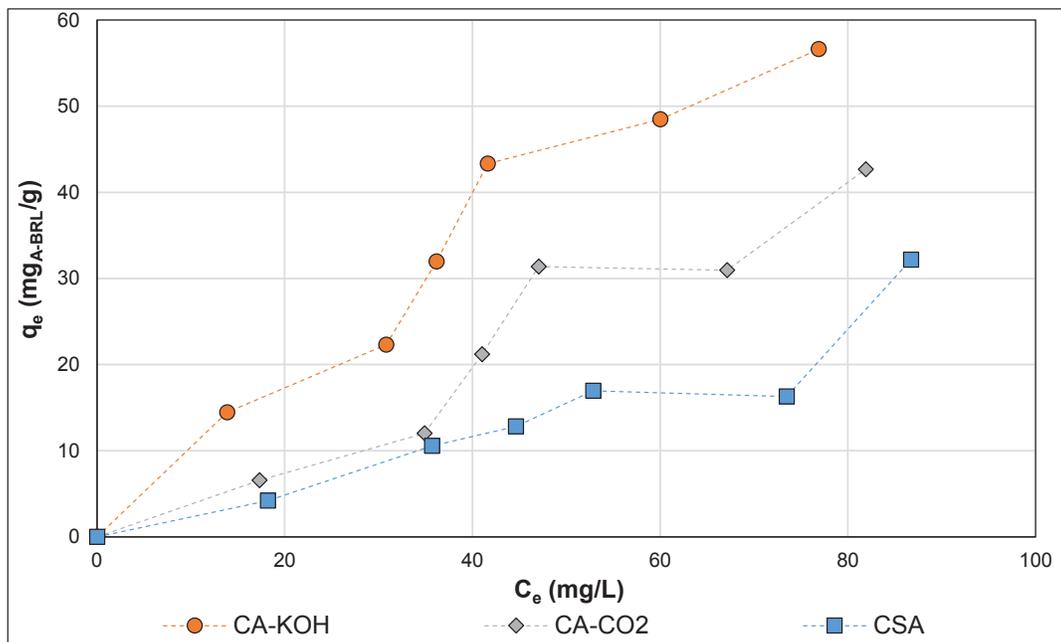
$C_e$ : Concentración de la solución en el equilibrio (mg/L)



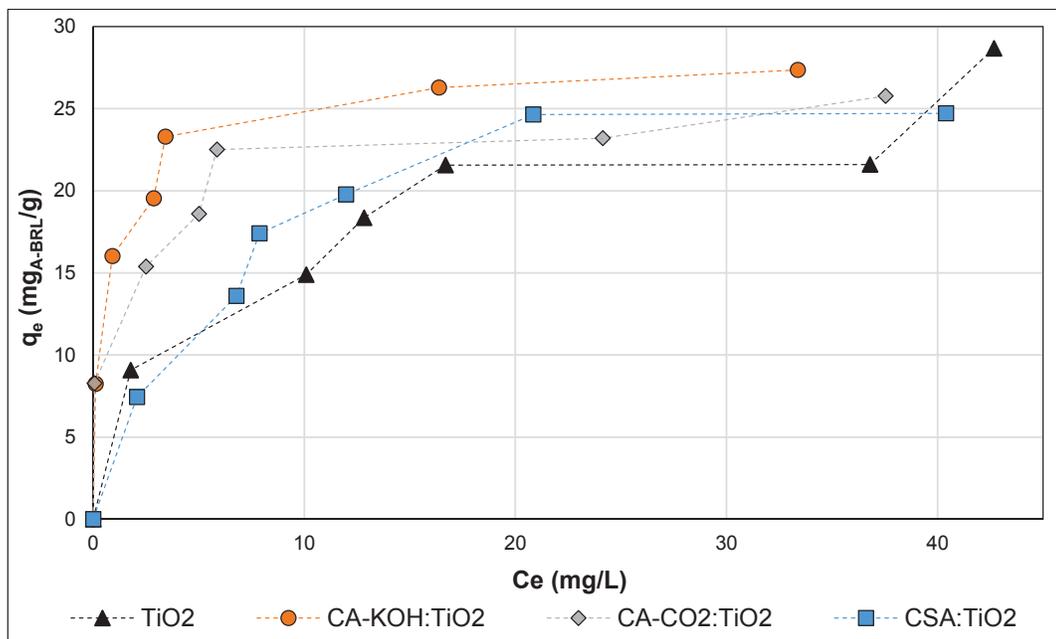
**Figura FTXXI.1** Linealización para la determinación de los parámetros de la isoterma de Langmuir para la suspensión  $CA_{KOH}:TiO_2$



**Figura FTXXI.2** Linealización para la determinación de los parámetros de la isoterma de Freundlich para la suspensión  $CA_{KOH}:TiO_2$



**Figura FTXXI.3** Isotermas de adsorción de colorante azul BRL de los carbones  $CSA$ ,  $CA_{KOH}$  y  $CA_{CO_2}$



**Figura FTXXI.4** Isotermas de adsorción de colorante azul BRL de las suspensiones TiO<sub>2</sub>, CSA:TiO<sub>2</sub>, CA<sub>KOH</sub>:TiO<sub>2</sub> y CA<sub>CO2</sub>:TiO<sub>2</sub>

**Tabla FTXXI.8** Parámetros de los modelos de las isotermas de Langmuir y Freundlich para las suspensiones estudiadas

Catalizador	Modelo de Langmuir			Modelo de Freundlich		
	R <sup>2</sup>	k <sub>L</sub> (L/mg)	Q <sub>max</sub> (mg/g)	R <sup>2</sup>	k <sub>F</sub> (L/mg)	n
CSA	0,1393	-0,0025	-95,2381	0,9334	0,1525	0,8610
CA <sub>KOH</sub>	0,3125	0,0048	212,7660	0,9351	1,5252	1,2002
CA <sub>CO2</sub>	0,2582	-0,0041	-88,4956	0,9170	0,1969	0,8121
TiO <sub>2</sub>	0,9324	0,1416	29,4985	0,9343	7,5127	2,9922
CSA:TiO <sub>2</sub>	0,9900	0,1734	28,8184	0,9069	6,2059	2,3574
CA <sub>KOH</sub> :TiO <sub>2</sub>	0,9994	1,3598	27,8552	0,9147	14,9289	4,7015
CA <sub>CO2</sub> :TiO <sub>2</sub>	0,9949	0,7639	25,9740	0,9587	13,9015	5,5960

## FICHA TÉCNICA XXII

### CINÉTICA DE DEGRADACIÓN FOTOCATALÍTICA DEL COLORANTE AZUL BRL

**Objetivo:** Determinar los parámetros cinéticos del proceso de degradación fotocatalítica del colorante azul BRL con el uso de las suspensiones:  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{C}_{\text{SA}}$ ,  $\text{CA}_{\text{KOH}}$ ,  $\text{CA}_{\text{CO}_2}$ ,  $\text{C}_{\text{SA}}:\text{TiO}_2$ ,  $\text{CA}_{\text{KOH}}:\text{TiO}_2$  y  $\text{CA}_{\text{CO}_2}:\text{TiO}_2$  luego de 90 min de adsorción.

Luego de que cada sistema alcanzó el equilibrio de adsorción, se acondicionó cada solución a una concentración de 50 mg/L mediante la adición de una alícuota de una solución madre de concentración 3,5 g/L. Finalmente, se hizo incidir luz UV con el uso de una lámpara de vapor de mercurio de baja presión.

**Tabla FTXXII.1** Datos experimentales de la foto-degradación del colorante azul BRL con el uso de la suspensión  $\text{TiO}_2$  luego de 90 min de adsorción en condiciones de oscuridad (Volumen de solución 25 mL; cantidad de catalizador 50 mg de  $\text{TiO}_2$ ; pH 2; velocidad de agitación 200 rpm)

Tiempo (min)	Primera repetición			Segunda repetición			Tercera repetición		
	A	Conc. final (mg/L)	Ln C	A	Conc. final (mg/L)	Ln C	A	Conc. final (mg/L)	Ln C
0	-	50,00	3,9120	-	50,00	3,9120	-	50,00	3,9120
30	0,702	42,91	3,7592	0,758	46,34	3,8359	0,742	45,36	3,8146
60	0,689	42,12	3,7405	0,618	37,78	3,6317	0,733	44,81	3,8024
90	0,601	36,74	3,6038	0,591	36,13	3,5870	0,643	39,31	3,6714
120	0,481	29,40	3,3811	0,566	34,60	3,5438	0,538	32,89	3,4931
180	0,396	24,21	3,1866	0,291	17,79	2,8786	0,481	29,40	3,3811
240	0,359	21,95	3,0886	0,312	19,07	2,9482	0,351	21,46	3,0660
300	0,177	10,82	2,3814	0,295	18,03	2,8922	0,319	19,50	2,9704
360	0,116	7,09	1,9588	0,189	11,55	2,4470	0,182	11,13	2,4092
420	0,101	6,17	1,8204	0,094	5,75	1,7485	0,095	5,81	1,7591
<b>R<sup>2</sup></b>	0,9661			0,9314			0,9336		
<b>k<sub>app</sub> (min<sup>-1</sup>)</b>	5,20E-03			4,60E-03			4,60E-03		
<b><math>\bar{k}_{\text{app}}</math> (min<sup>-1</sup>)</b>	4,80E-03 ± 2,00E-04								

**Tabla FTXXII.2** Datos experimentales de la foto-degradación del colorante azul BRL con el uso de la suspensión  $C_{SA}$  luego de 90 min de adsorción en condiciones de oscuridad (Volumen de solución 25 mL; cantidad de catalizador 10 mg de carbón; pH 2; velocidad de agitación 200 rpm)

Tiempo (min)	Primera repetición			Segunda repetición			Tercera repetición		
	A	Conc. final (mg/L)	Ln C	A	Conc. final (mg/L)	Ln C	A	Conc. final (mg/L)	Ln C
0	-	50,00	3,9120	-	50,00	3,9120	-	50,00	3,9120
30	0,813	49,70	3,9060	0,814	49,76	3,9072	0,816	49,88	3,9096
60	0,801	48,96	3,8911	0,810	49,51	3,9023	0,807	49,33	3,8986
90	0,792	48,41	3,8798	0,808	49,39	3,8998	0,802	49,03	3,8923
120	0,791	48,35	3,8785	0,806	49,27	3,8973	0,789	48,23	3,8760
180	0,786	48,05	3,8722	0,801	48,96	3,8911	0,782	47,80	3,8671
240	0,781	47,74	3,8658	0,797	48,72	3,8861	0,775	47,37	3,8581
300	0,761	46,52	3,8399	0,792	48,41	3,8798	0,771	47,13	3,8529
360	0,756	46,21	3,8333	0,771	47,13	3,8529	0,766	46,82	3,8464
420	0,751	45,91	3,8266	0,755	46,15	3,8319	0,759	46,40	3,8372
$R^2$	0,9639			0,9012			0,9500		
$k_{app}$ ( $min^{-1}$ )	0,2E-03			0,2E-03			0,2E-03		
$\bar{k}_{app}$ ( $min^{-1}$ )	0,2E-03 $\pm$ 0,0								

**Tabla FTXXII.3** Datos experimentales obtenidos de la foto-degradación del colorante azul BRL con el uso de la suspensión  $CA_{KOH}$  luego de 90 min de adsorción en condiciones de oscuridad (Volumen de solución 25 mL; cantidad de catalizador 10 mg de carbón; pH 2; velocidad de agitación 200 rpm)

Tiempo (min)	Primera repetición			Segunda repetición			Tercera repetición		
	A	Conc. final (mg/L)	Ln C	A	Conc. final (mg/L)	Ln C	A	Conc. final (mg/L)	Ln C
0	-	50,00	3,9120	-	50,00	3,9120	-	50,00	3,9120
30	0,804	49,15	3,8948	0,813	49,70	3,9060	0,811	49,58	3,9035
60	0,802	49,03	3,8923	0,814	49,76	3,9072	0,801	48,96	3,8911
90	0,799	48,84	3,8886	0,802	49,03	3,8923	0,785	47,99	3,8709
120	0,793	48,48	3,8811	0,792	48,41	3,8798	0,761	46,52	3,8399
180	0,786	48,05	3,8722	0,785	47,99	3,8709	0,753	46,03	3,8293
240	0,771	47,13	3,8529	0,762	46,58	3,8412	0,728	44,50	3,7955

**Tabla FTXII.3** Datos experimentales obtenidos de la foto-degradación del colorante azul BRL con el uso de la suspensión  $CA_{KOH}$  luego de 90 min de adsorción en condiciones de oscuridad (Volumen de solución 25 mL; cantidad de catalizador 10 mg de carbón; pH 2; velocidad de agitación 200 rpm, continuación...)

Tiempo (min)	Primera repetición			Segunda repetición			Tercera repetición		
	A	Conc. final (mg/L)	Ln C	A	Conc. final (mg/L)	Ln C	A	Conc. final (mg/L)	Ln C
300	0,755	46,15	3,8319	0,733	44,81	3,8024	0,725	44,32	3,7914
360	0,735	44,93	3,8051	0,722	44,14	3,7873	0,718	43,89	3,7817
420	0,723	44,20	3,7886	0,701	42,85	3,7577	0,709	43,34	3,7691
$R^2$	0,9766			0,9771			0,9429		
$k_{app}$ ( $min^{-1}$ )	0,30E-03			0,40E-03			0,40E-03		
$\bar{k}_{app}$ ( $min^{-1}$ )	0,30E-04 $\pm$ 3,33E-05								

**Tabla FTXII.4** Datos experimentales de la foto-degradación del colorante azul BRL con el uso de la suspensión  $CA_{CO_2}$  luego de 90 min de adsorción en condiciones de oscuridad (Volumen de solución 25 mL; cantidad de catalizador 10 mg de carbón; pH 2; velocidad de agitación 200 rpm)

Tiempo (min)	Primera repetición			Segunda repetición			Tercera repetición		
	A	Conc. final (mg/L)	Ln C	A	Conc. final (mg/L)	Ln C	A	Conc. final (mg/L)	Ln C
0	-	50,00	3,9120	-	50,00	3,9120	-	50,00	3,9120
30	0,811	49,58	3,9035	0,808	49,39	3,8998	0,807	49,33	3,8986
60	0,809	49,45	3,9010	0,805	49,21	3,8961	0,803	49,09	3,8936
90	0,809	49,45	3,9010	0,810	49,51	3,9023	0,799	48,84	3,8886
120	0,807	49,33	3,8986	0,807	49,33	3,8986	0,795	48,60	3,8836
180	0,798	48,78	3,8873	0,803	49,09	3,8936	0,791	48,35	3,8785
240	0,793	48,48	3,8811	0,790	48,29	3,8773	0,781	47,74	3,8658
300	0,792	48,41	3,8798	0,782	47,80	3,8671	0,779	47,62	3,8632
360	0,795	48,60	3,8836	0,779	47,62	3,8632	0,775	47,37	3,8581
420	0,785	47,99	3,8709	0,773	47,25	3,8555	0,771	47,13	3,8529
$R^2$	0,9117			0,9457			0,9497		
$k_{app}$ ( $min^{-1}$ )	0,09E-03			0,10E-03			0,10E-03		
$\bar{k}_{app}$ ( $min^{-1}$ )	0,097E-03 $\pm$ 3,33E-06								

**Tabla FTXXII.5** Datos experimentales de la foto-degradación del colorante azul BRL con el uso de la suspensión  $C_{SA}:TiO_2$  luego de 90 min de adsorción en condiciones de oscuridad (Volumen de solución 25 mL; cantidad de catalizador 10 mg de carbón y 50 mg de  $TiO_2$ ; pH 2; velocidad de agitación 200 rpm)

Tiempo (min)	Primera repetición			Segunda repetición			Tercera repetición		
	A	Conc. final (mg/L)	Ln C	A	Conc. final (mg/L)	Ln C	A	Conc. final (mg/L)	Ln C
0	-	50,00	3,9120	-	50,00	3,9120	-	50,00	3,9120
30	0,730	44,62	3,7983	0,762	46,58	3,8412	0,771	47,13	3,8529
60	0,688	42,06	3,7390	0,742	45,36	3,8146	0,751	45,91	3,8266
90	0,620	37,90	3,6350	0,671	41,02	3,7140	0,721	44,07	3,7859
120	0,578	35,33	3,5648	0,598	36,56	3,5988	0,698	42,67	3,7535
180	0,353	21,58	3,0717	0,503	30,75	3,4258	0,493	30,14	3,4057
240	0,270	16,50	2,8037	0,287	17,54	2,8647	0,351	21,46	3,0660
300	0,113	6,91	1,9326	0,103	6,30	1,8400	0,120	7,34	1,9927
360	0,048	2,93	1,0764	0,091	5,56	1,7161	0,098	5,99	1,7902
420	0,031	1,89	0,6392	0,071	4,34	1,4679	0,051	3,12	1,1371
$R^2$	0,9460			0,9365			0,9236		
$k_{app}$ ( $min^{-1}$ )	8,00E-03			6,50E-03			6,80E-03		
$\bar{k}_{app}$ ( $min^{-1}$ )	7,10E-03 $\pm$ 4,58E-04								

**Tabla FTXXII.6** Datos experimentales obtenidos de la foto-degradación del colorante azul BRL con el uso de la suspensión  $CA_{KOH}:TiO_2$  luego de 90 min de adsorción en condiciones de oscuridad (Volumen de solución 25 mL; cantidad de catalizador 10 mg de carbón y 50 mg de  $TiO_2$ ; pH 2; velocidad de agitación 200 rpm)

Tiempo (min)	Primera repetición			Segunda repetición			Tercera repetición		
	A	Conc. final (mg/L)	Ln C	A	Conc. final (mg/L)	Ln C	A	Conc. final (mg/L)	Ln C
0	-	50,00	3,9120	-	50,00	3,9120	-	50,00	3,9120
30	0,701	42,85	3,7577	0,708	43,28	3,7677	0,752	45,97	3,8280
60	0,639	39,06	3,6651	0,652	39,86	3,6853	0,614	37,53	3,6252
90	0,491	30,01	3,4017	0,593	36,25	3,5904	0,496	30,32	3,4118
120	0,403	24,63	3,2042	0,456	27,87	3,3277	0,421	25,74	3,2479
180	0,317	19,38	2,9641	0,305	18,64	2,9255	0,356	21,76	3,0802
240	0,123	7,52	2,0174	0,265	16,20	2,7850	0,212	12,96	2,5618
300	0,065	3,97	1,3796	0,143	8,74	2,1681	0,103	6,30	1,8400

**Tabla FTXXII.6** Datos experimentales obtenidos de la foto-degradación del colorante azul BRL con el uso de la suspensión  $CA_{KOH}:TiO_2$  luego de 90 min de adsorción en condiciones de oscuridad (Volumen de solución 25 mL; cantidad de catalizador 10 mg de carbón y 50 mg de  $TiO_2$ ; pH 2; velocidad de agitación 200 rpm, continuación..)

Tiempo (min)	Primera repetición			Segunda repetición			Tercera repetición		
	A	Conc. final (mg/L)	Ln C	A	Conc. final (mg/L)	Ln C	A	Conc. final (mg/L)	Ln C
360	0,014	0,86	-0,1557	0,022	1,34	0,2963	0,021	1,28	0,2498
420	0,01	0,61	-0,4922	0,007	0,43	-0,8489	0,009	0,55	-0,5975
$R^2$	0,9497			0,8706			0,9108		
$k_{app}$ ( $min^{-1}$ )	10,90E-03			10,40E-03			10,30E-03		
$\bar{k}_{app}$ ( $min^{-1}$ )	10,50E-03 $\pm$ 1,86E-04								

**Tabla FTXXII.7** Datos experimentales obtenidos de la foto-degradación del colorante azul BRL con el uso de la suspensión  $CA_{CO_2}:TiO_2$  luego de 90 min de adsorción en condiciones de oscuridad (Volumen de solución 25 mL; cantidad de catalizador 10 mg de carbón y 50 mg de  $TiO_2$ ; pH 2; velocidad de agitación 200 rpm)

Tiempo (min)	Primera repetición			Segunda repetición			Tercera repetición		
	A	Conc. final (mg/L)	Ln C	A	Conc. final (mg/L)	Ln C	A	Conc. final (mg/L)	Ln C
0	-	50,00	3,9120	-	50,00	3,9120	-	50,00	3,9120
30	0,792	48,41	3,8798	0,724	44,26	3,7900	0,814	49,76	3,9072
60	0,759	46,40	3,8372	0,721	44,07	3,7859	0,731	44,69	3,7996
90	0,717	43,83	3,7803	0,605	36,98	3,6105	0,701	42,85	3,7577
120	0,627	38,33	3,6462	0,501	30,63	3,4218	0,592	36,19	3,5887
180	0,500	30,56	3,4198	0,429	26,22	3,2667	0,491	30,01	3,4017
240	0,414	25,31	3,2311	0,331	20,23	3,0073	0,451	27,57	3,3167
300	0,213	13,02	2,5665	0,284	17,36	2,8542	0,251	15,34	2,7307
360	0,151	9,23	2,2225	0,152	9,29	2,2291	0,102	6,24	1,8302
420	0,122	7,46	2,0093	0,091	5,56	1,7161	0,072	4,40	1,4819
$R^2$	0,9540			0,9542			0,9045		
$k_{app}$ ( $min^{-1}$ )	4,90E-03			4,90E-03			5,80E-03		
$\bar{k}_{app}$ ( $min^{-1}$ )	5,20E-03 $\pm$ 3,00E-04								

**Ejemplo de cálculo:**

Los parámetros cinéticos de cada sistema fueron obtenidos mediante un ajuste de los datos experimentales a la linealización del modelo cinético de pseudo-primer orden, de acuerdo a la ecuación FTXXII.1.

$$\ln(C) = \ln(C_0) - kt \quad [\text{FTXXII.1}]$$

Donde:

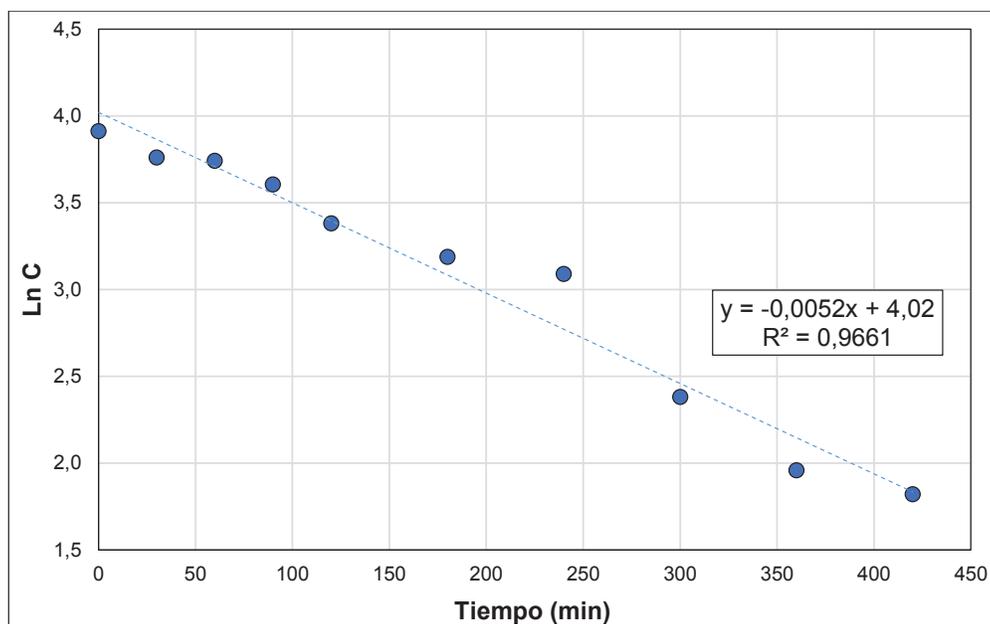
C: Concentración de la solución en un tiempo t

C<sub>0</sub>: Concentración inicial de la solución

k: Constante cinética de reacción ó pendiente de la recta

t: Tiempo de degradación

Por lo tanto, se calculó  $\ln(C)$  en cada tiempo estudiado y se realizó la gráfica  $\ln(C)$  vs tiempo con lo que se obtuvieron los siguientes resultados:



**Figura FTXXII.1** Linealización para la determinación de los parámetros cinéticos de la degradación fotocatalítica del colorante azul BRL con el uso de la suspensión TiO<sub>2</sub> (Primera repetición)

Posteriormente, se calcularon los valores correspondientes a la foto-actividad relativa ( $\Phi_{rel}$ ) y sinergia ( $Sy$ ) de cada suspensión estudiada de acuerdo a las ecuaciones FTXXII.2 y FTXXII.3.

$$\Phi_{rel-i} = \frac{k_{app-i}}{k_{app-TiO_2}} \quad [FTXXII.2]$$

Donde:

$\Phi_{rel}$ : Foto-actividad relativa de la suspensión i

$k_{app-i}$ : Constante cinética de reacción de la suspensión i.

$k_{app-TiO_2}$ : Constante cinética de reacción del  $TiO_2$  puro.

A continuación se muestra un ejemplo de cálculo para los resultados obtenidos con la primera repetición correspondiente a la suspensión  $CA_{KOH}:TiO_2$ :

$$\Phi_{rel-CA_{KOH}:TiO_2} = \frac{k_{app-CA_{KOH}:TiO_2}}{k_{app-TiO_2}}$$

$$\Phi_{rel-CA_{KOH}:TiO_2} = \frac{0,01090}{0,00520}$$

$$\Phi_{rel-CA_{KOH}:TiO_2} = 2,096$$

$$\Phi_{rel-CA_{KOH}:TiO_2} \text{ promedio} = \frac{2,096 + 2,261 + 2,239}{3}$$

$$\Phi_{rel-CA_{KOH}:TiO_2} \text{ promedio} = 2,199$$

$$Sy_{C_i:TiO_2} = \frac{k_{app-C_i:TiO_2}}{k_{app-C_i} + k_{app-TiO_2}} \quad [FTXXII.3]$$

Donde:

$Sy_{C_i:TiO_2}$ : Sinergia total de la suspensión conformada por  $TiO_2$  y el carbón i ( $C_{SA}$ ,  $CA_{KOH}$  o  $CA_{CO_2}$ ).

$k_{app-C_i:TiO_2}$ : Constante cinética aparente de reacción de la suspensión conformada por  $TiO_2$  y el carbón i.

$k_{app-C_i}$ : Constante cinética aparente de reacción de la suspensión conformada por el carbón i puro.

$$Sy_{CA_{KOH}:TiO_2} = \frac{k_{app-CA_{KOH}:TiO_2}}{k_{app-TiO_2} + k_{app-CA_{KOH}}}$$

$$Sy_{CA_{KOH}:TiO_2} = \frac{0,01090}{0,00520 + 0,00030}$$

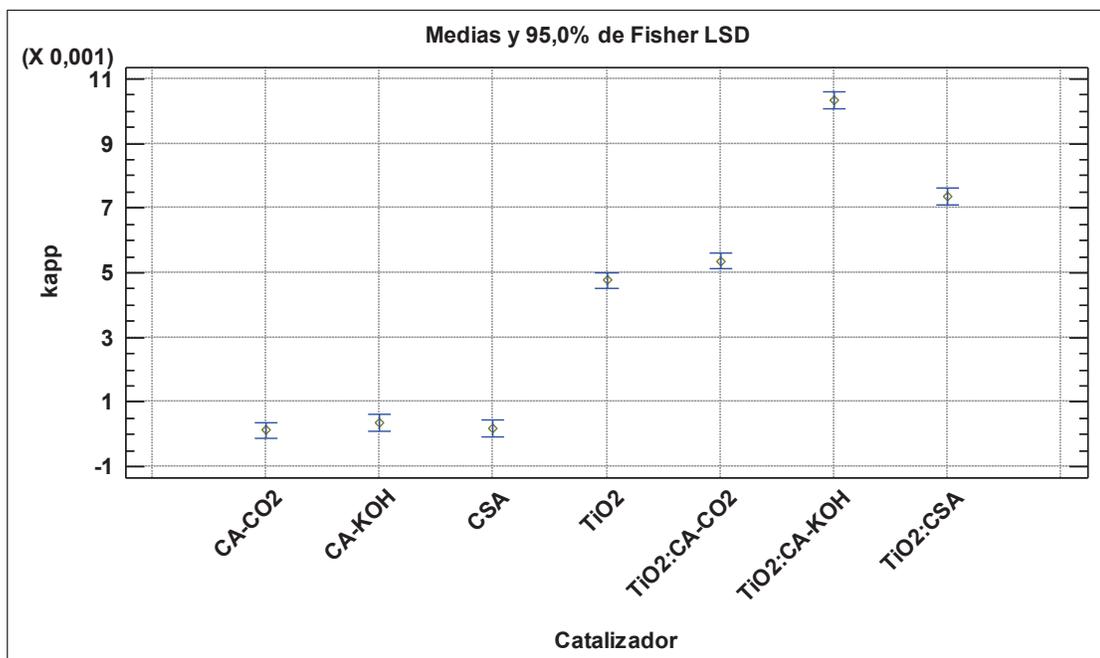
$$Sy_{CA_{KOH}:TiO_2} = 1,982$$

$$Sy_{CA_{KOH}:TiO_2} \text{ promedio} = \frac{1,982 + 2,080 + 2,060}{3}$$

$$Sy_{CA_{KOH}:TiO_2} \text{ promedio} = 2,041$$

**Tabla FTXXII.8** Resultados de la constante cinética aparente de reacción ( $k_{app}$ ), fotoactividad relativa ( $\Phi_{rel}$ ) y sinergia ( $Sy$ ) para las suspensiones estudiadas

Catalizador	$k_{app} \times 10^{-3}$ ( $\text{min}^{-1}$ )	$\Phi_{rel}$	$Sy$
$C_{SA}$	$0,200 \pm 0,000$	$0,042 \pm 0,001$	-
$CA_{KOH}$	$0,367 \pm 0,041$	$0,077 \pm 0,011$	-
$CA_{CO_2}$	$0,097 \pm 0,004$	$0,020 \pm 0,002$	-
$TiO_2$	$4,800 \pm 0,245$	$1,000 \pm 0,000$	$1,000 \pm 0,000$
$C_{SA}:TiO_2$	$7,000 \pm 0,442$	$1,458 \pm 0,027$	$1,399 \pm 0,028$
$CA_{KOH}:TiO_2$	$10,533 \pm 0,227$	$2,199 \pm 0,063$	$2,041 \pm 0,037$
$CA_{CO_2}:TiO_2$	$5,200 \pm 0,367$	$1,089 \pm 0,114$	$1,068 \pm 0,110$



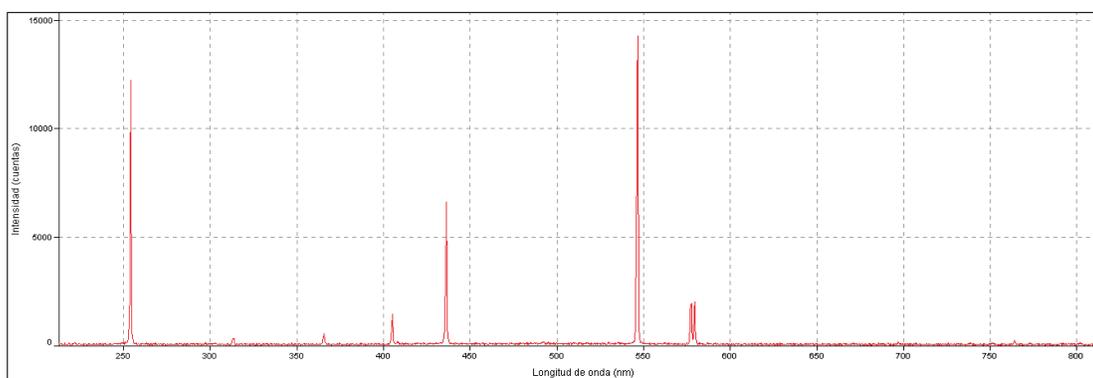
**Figura FTXXII.2** Gráfica de medias de la constante cinética de degradación de colorante azul BRL en función del catalizador utilizado

## FICHA TÉCNICA XXIII

### ESPECTRO DE EMISIÓN DE LA LÁMPARA DE VAPOR MERCURIO DE BAJA PRESIÓN DE 15 W

**Muestra:** Lámpara de vapor de mercurio de baja presión de 15 W

**Objetivo:** Obtener el espectro de emisión de la lámpara de mercurio de baja presión utilizada para el desarrollo de la presente investigación.



**Figura FTXXIII.1** Espectro emisión de la lámpara de vapor de mercurio de baja presión de 15 W utilizada en la presente investigación