



TECNOLÓGICO NACIONAL DE MÉXICO INSTITUTO TECNOLÓGICO DE NUEVO LEÓN

División de Estudios Profesionales

Trabajo de Titulación **Opción TI. Tesis**

Proyecto: “Obtención y activación de biocarbón vegetal para la eliminación de metales pesados por adsorción contenidos en agua residual”

ALUMNO(S):
No. CONTROL:
CARRERA:
ASESOR INTERNO:
REVISORES:

Sebastian Manuel Hidalgo González
12480809
Ingeniería Ambiental
Dra. Beatriz Eugenia Moreno Martínez (ITNL)
Dra. Rebeca Silva Rodrigo (ITCM)
Dr. Rigoberto Longoria Ramírez (ITNL)

Agradecimientos

Agradezco a Dios y a mi familia que son la fuente de apoyo constante en incondicional en toda la vida y más aún en mis años de carrera, ya que sin ayuda no hubiera sido posible concluir con mis estudios.

Agradezco a mi asesora de tesis y amiga la Dra. Beatriz Eugenia Moreno Martínez por sus conocimientos, orientaciones, su manera de trabajar, por su paciencia y motivación han sido fundamentales para mi formación como ingeniero.

A la Dra. Rebeca Silva Rodrigo por su apoyo y dedicación en la realización de este trabajo

Agradezco al Instituto Tecnológico de Nuevo León por abrirme sus puertas para poder estudiar mi carrera, así como también a los diferentes docentes especialmente a Biol. Cecilia Cepeda y al Dr. Rigoberto Longoria que me brindaron sus conocimientos y apoyo para seguir adelante en mis estudios.

Al Centro de investigación en petroquímica secundaria "TECNIA" por su apoyo y contribución en los resultados de este trabajo.

Y para finalizar agradezco a todos mis compañeros de clase durante todos estos años en especial a Daniela Juárez, André Hernández, Damián Ríos, Ocas Ávila, Emmanuel Martínez, Aida Camacho, Susana Garza, ya que gracias a su compañerismo y amistad hicieron de mi carrera una de las experiencias más bonitas de mi vida.

Dedicatoria

A Dios por darme la oportunidad de llegar a ese punto y haberme dado salud para lograr mis objetivos.

A mi familia quienes por ellos soy lo que soy.

A mis padres por su apoyo, consejos, comprensión, amor, ayuda en los momentos difíciles, y por ayudarme con los recursos necesarios para estudiar. Me han dado todo lo que soy como persona, mis valores, mis principios, mi carácter, mi empeño, mi perseverancia, mi coraje para conseguir mis objetivos.

A mis hermanos por estar siempre presentes, acompañándome para poderme realizar.

A Daniela Juárez por estar a mi lado desde el inicio de mi carrera, por tu amistad, por ser una de las personas más importantes en mi vida, jamás me dejaste sólo, gracias por impulsarme a seguir luchando por mis sueños y sobre todo gracias por amarme de la forma en que lo haces y por enseñarme a amarte de la misma forma.

A André Hernández por ser uno de mis mejores amigos, por todos los momentos que hemos compartido y por tu apoyo a lo largo de la carrera. Espero que nuestra amistad dure mucho más tiempo.

A la Dra. Betty que me brindó su tiempo, sus recursos, su apoyo, sus conocimientos, su amabilidad, su dedicación, muchas gracias por abrirme las puertas de su hogar, y el de su familia y sobre todo muchas gracias por su amistad, todo esto ha sido fundamental para mi formación como estudiante, ingeniero y ser humano, así como también para la realización de este trabajo.

Y a todos mis amigos y compañeros que me estuvieron apoyando durante todos estos años.

Índice

Agradecimientos	1
Dedicatoria	2
Índice	3
Introducción	8
Capítulo 1: Fundamento Teórico	11
1.1 Generalidades.....	12
1.2 Precursor Cáscara de Naranja.....	13
1.3 Carbón Activado.....	13
1.4 Pirólisis.....	14
1.5 Procesos de activación química.....	16
1.6 Transformación termoquímica.....	17
1.7 Adsorción	18
1.8 Absorción	19
1.9 Isotermas de Langmuir	20
1.10 Isoterma BET	21
1.11 Antecedentes	22
Capítulo 2: Metodología	24
2.1 Materiales	25
2.1.1 Ácido Fosfórico	25
2.1.2 Residuos cáscara de Naranja.....	26
2.2 Métodos	26
2.2.1 Método Artesanal.....	27
2.2.2 Método controlado	32
2.2.3 Técnicas de caracterización	36
Capítulo 3: Resultados	39
3.1 Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)	40

3.2 Espectroscopia de Infrarrojo por Transformada de Fourier, (FTIR)	53
3.3 Método BET	56
Conclusión	61
Bibliografía	63

Índice Figuras

Figura 1. 1 Productos de la pirólisis de la biomasa residual a partir de cáscara de naranja (<i>Citrus sinensis</i>).....	15
Figura 1. 2 Adsorción	18
Figura 1. 3 Absorción	19
Figura 2. 1 Proceso para la obtención de carbón.....	26
Figura 2. 2 Arreglo Pirolítico para la obtención de carbón vegetal	27
Figura 2. 3 Reactor pirolítico	30
Figura 2. 4 Carbón después del proceso de activación artesanal	31
Figura 2. 5 Apariencia de la biomasa residual después del proceso de pirólisis artesanal.....	31
Figura 2. 6 Mufla thermolyne y Material utilizado (cáscara de naranja, crisoles, arena).....	32
Figura 2. 7 Carbón con envoltura de aluminio.....	33
Figura 2. 8 (a) Crisol con arena y (b) Crisol con arena y envuelto con papel aluminio.....	33
Figura 2. 9 Introducción de la muestra a la mufla para someterse al proceso de pirólisis con temperatura controlada a 360 °C.....	34
Figura 2. 10 FTIR - Thermo Scientific	36
Figura 2. 11 CHN/S - Perkin Elmer	36
Figura 2. 12 SEM - JSM 7200	37

Figura 3. 1 (a) y (b). Micrografías de las muestras de biomasa residual.....	40
Figura 3. 2 Micrografía de la muestra de carbón activado por el método artesanal	42
Figura 3. 3 Microscopía electrónica de barrido del carbón activado a una concentración 1 N con un rango de aumento x30 a una escala de 500 μm	43
Figura 3. 4 Microscopía electrónica de barrido del carbón activado a una concentración 1 N con un rango de aumento x250 a una escala de 100 μm	44
Figura 3. 5 Microscopía electrónica de barrido del carbón activado a una concentración 1 N con un rango de aumento x1000 a una escala de 10 μm	44
Figura 3. 6 Microscopía electrónica de barrido del carbón activado a una concentración 1 N con un rango de aumento x5000 a una escala de 5 μm	45
Figura 3. 7 Microscopía electrónica de barrido del carbón activado a una concentración 1 N con un rango de aumento x5000 a una escala de 5 μm	45
Figura 3. 8 Microscopía electrónica de barrido del carbón activado a una concentración 1.5 N con un rango de aumento x30 a una escala de 500 μm	46
Figura 3. 9 Microscopía electrónica de barrido del carbón activado a una concentración 1.5 N con un rango de aumento x250 a una escala de 100 μm	46
Figura 3. 10 Microscopía electrónica de barrido del carbón activado a una concentración 1.5 N con un rango de aumento x1000 a una escala de 10 μm	47
Figura 3. 11 Microscopía electrónica de barrido del carbón activado a una concentración 1.5 N con un rango de aumento x5000 a una escala de 5 μm	47
Figura 3. 12 Microscopía electrónica de barrido del carbón activado a una concentración 2 N con un rango de aumento x30 a una escala de 500 μm	48
Figura 3. 13 Microscopía electrónica de barrido del carbón activado a una concentración 2 N con un rango de aumento x250 a una escala de 100 μm	48
Figura 3. 14 Microscopía electrónica de barrido del carbón activado a una concentración 2 N con un rango de aumento x1000 a una escala de 10 μm	49
Figura 3. 15 Microscopía electrónica de barrido del carbón activado a una concentración 3 N con un rango de aumento x30 a una escala de 500 μm	49
Figura 3. 16 Microscopía electrónica de barrido del carbón activado a una concentración 3 N con un rango de aumento x250 a una escala de 100 μm	50

Figura 3. 17 Microscopía electrónica de barrido del carbón activado a una concentración 3 N con un rango de aumento x1000 a una escala de 10 μm	50
Figura 3. 18 Microscopía electrónica de barrido del carbón activado a una concentración 3 N con un rango de aumento x5000 a una escala de 5 μm	51
Figura 3. 19 Microscopía electrónica de barrido del carbón activado a una concentración 3.5 N con un rango de aumento x100 a una escala de 100 μm	51
Figura 3. 20 Microscopía electrónica de barrido del carbón activado a una concentración 3.5 N con un rango de aumento x250 a una escala de 100 μm	52
Figura 3. 21 Microscopía electrónica de barrido del carbón activado a una concentración 3.5 N con un rango de aumento x1000 a una escala de 10 μm	52
Figura 3. 22 Espectro de infrarrojo de la muestra de cáscara de naranja previo al proceso de pirólisis artesanal	54
Figura 3. 23 Espectro de infrarrojo de la muestra de cáscara de naranja después del proceso de pirólisis artesanal.	55
Figura 3. 25 (a) y (b) Isotermas de adsorción y desorción y gráfica BET correspondiente a la muestra Carbón Activado Artesanal 1.5 N	57
Figura 3. 26 (c) y (d) Isotermas de adsorción y desorción y gráfica BET correspondiente a la muestra Carbón Activado Artesanal 2 N	58
Figura 3. 27 (e) y (f) Isotermas de adsorción y desorción y gráfica BET correspondiente a la muestra Carbón Activado a 360 °C 1.5 N	59
Figura 3. 28 (g) y (h) Isotermas de adsorción y desorción y gráfica BET correspondiente a la muestra Carbón Activado a 360 °C 2 N	60

Índice Tablas

Tabla 1. 1 Procesos termoquímicos	17
Tabla 2. 1 Propiedades físico-químicas	25
Tabla 2. 2 Diseño de experimentos	28
Tabla 2. 3 Concentraciones del H_3PO_4 para el proceso de activación	28
Tabla 2. 4 Condiciones de activación para el carbón vegetal obtenido	29
Tabla 2. 5 Activación química con H_3PO_4	34
Tabla 2. 6 Pirólisis a temperatura controlada	35
Tabla 3. 1 Área superficial del carbón activado obtenido artesanalmente y a temperatura controlada	56

Introducción

Actualmente los daños ocasionados al ambiente, generados por la falta de cultura ambiental, han proyectado el deterioro de los vasos acuíferos, así mismo, del suelo y del aire. Rescatar estos ecosistemas es una tarea difícil y con efectos irreversibles en los ecosistemas, ya que se ha encontrado que los vasos acuíferos una vez que son contaminados con desechos industriales de naturaleza orgánica e inorgánica presentan un porcentaje mínimo de recuperación, independientemente de que se haya realizado un saneamiento. Sin embargo, la prevención y la estabilización de los acuíferos si podría ser una actividad que lleve a la supervivencia del ecosistema. Actualmente el desarrollo industrial conlleva a la generación de residuos sólidos urbanos, ya sean orgánicos o inorgánicos, naturales o sintéticos, de fuente renovable y fuente no renovable, pero al final del proceso, son desechos de las industrias en todos los planos existentes a nivel mundial. Una de las problemáticas más importantes en el estado de Nuevo León, es la escasez de agua en ejidos y municipios de este estado del norte de México. El primer objetivo es lograr obtener carbón vegetal de manera artesanal y bajo condiciones controladas. Esto, con la finalidad de producir carbón vegetal y posteriormente activarlo para que este sea usado, entre otras cosas, para filtrar agua que está contaminada con residuos en general y específicamente con metales pesados. En Nuevo León, existen comunidades en donde el agua es casi inaccesible a la población como sucede en los ejidos San Juan de Dios y San Antonio de González, pertenecientes al Municipio de Galeana, N.L, en este sitio el agua es demasiado escasa, y la situación es cada vez más difícil, debido a que el agua para beber, de donde se abastecen los habitantes es la misma fuente de donde beben los animales, y casi siempre contaminada. La contaminación en municipios y ejidos de Nuevo León es considerable. Determinar una forma sencilla de producir carbón activado utilizando desechos agroindustriales puede ser pertinente, ya que este material es esencial para la elaboración de sistemas de filtraje, a bajo costo y al alcance del porcentaje de población que menos recursos económicos tiene.

La ciencia y la tecnología permiten el desarrollo y la implementación de nuevas técnicas, métodos para mantener vivo los sistemas naturales. La contaminación de suelos y las aguas subterráneas por metales es uno de los principales problemas medioambientales en los países industrializados y en vías de desarrollo, tal es el caso de México. Estos desechos son aprovechables para la generación de carbón activado de origen vegetal. El carbón activado es un material que se prepara bajo la acción de un proceso termoquímico conocido como pirólisis. Los carbones activados presentan una elevada área superficial e interna y así estos materiales tienen el poder de adsorber una gran cantidad de compuestos muy diversos tanto en fase gaseosa como en disolución. Los carbones activados presentan dos características fundamentales en las que se basan las aplicaciones de este material: *i) elevada capacidad y baja selectividad de retención.,ii) la elevada capacidad de eliminación de sustancias se debe a la alta superficie interna que posee.* Sin embargo, el presente trabajo de investigación propone una alternativa que podría sumarse a la lista anterior de propuestas con las que ya se ha trabajado en casos anteriores. La investigación tiene por objetivos, primeramente, recuperar los residuos sólidos urbanos, (cáscaras de naranjas), que se generan en la zona citrícola de Nuevo León y en la zona metropolitana de Monterrey y transformarlos termoquímicamente utilizando el proceso de pirólisis. Esto, con la finalidad de obtener carbón vegetal y posteriormente activarlo utilizando ácido fosfórico para generar microporos, macroporos, mesoporos, y en función del tipo de molécula a eliminar, llevar a cabo la manipulación del tamaño de poro.

Uno de los resultados obtenidos en este trabajo de investigación, fue la presencia de poros en el material activado aún sin haber utilizado atmósfera inerte, usando dos arreglos: Pirólisis artesanal fundamentada en las carboneras para producir carbón vegetal, y Pirólisis bajo temperaturas controladas.

La porosidad y la distribución de tamaño de poros juegan un papel importante en el bioadsorbente o biocarbón (biochars). En general, los microporos (tamaño inferior a 2 nm) le confieren la elevada superficie y capacidad de retención, mientras que los mesoporos (tamaño comprendido entre los 2- 50 nm) y macroporos (tamaño

mayor de 50 nm). Estos materiales son necesarios para retener moléculas de gran tamaño, como partículas de colorantes, coloides, pigmentos y así favorecer el acceso y la rápida difusión de las moléculas a la superficie interna sólido. La creciente preocupación por la contaminación ambiental, ha dado como resultado un aumento en la investigación y el desarrollo de tecnologías sustentables, así como una normatividad cada vez más estricta. Como resultado de esto, la introducción de nuevos materiales en los procesos industriales ha logrado una disminución de las descargas de sustancias contaminantes al ambiente. Sin embargo, la mayoría de las empresas generan aún aguas residuales contaminadas con concentraciones bajas de sustancias contaminantes. Dentro de los efluentes líquidos industriales más comunes se encuentran los metales pesados. Estos materiales están considerados como uno de los grupos más contaminantes debido a su baja biodegradabilidad, no importando sus bajas concentraciones, estos materiales son considerados de alta toxicidad, así mismo, se caracterizan por su alta capacidad para acumularse en el organismo. Debido a lo anterior nace esta investigación cuyo objetivo general es obtener a partir de la biomasa residual de un proceso de industrial para la elaboración de jugo de naranja, residuos agroindustriales para la generación de materiales bioadsorbentes para la eliminación de agentes contaminantes disueltos en el agua.

Capítulo 1: Fundamento Teórico

1.1 Generalidades

La transformación de la biomasa residual producto de las actividades en la agroindustria ha ganado terreno en el plano de la investigación como materia prima, considerada de bajo costo, esto, con la intención de obtener productos de calidad a través de la transformación termoquímica, específicamente el proceso de pirólisis para el caso de los desechos agroindustriales.

Buscar la transformación de los residuos sólidos urbanos mediante técnicas conocidas es de especial interés ya que la mayor parte de las industrias, dependen en gran medida de los combustibles fósiles, especialmente el petróleo y el carbón. Reutilizar las cáscaras de naranja y transformarlas termoquímicamente es de gran utilidad, sobre todo considerando que las reservas fósiles cada día disminuyen más. El estado de Nuevo León se caracteriza por su producción citrícola, que incluye naranja, limón, toronja. El 15 por ciento de la producción nacional se genera en el estado, específicamente de la zona comúnmente llamada zona citrícola, que comprende los municipios de General Terán, Hualahuises, Montemorelos, Allende, Santiago, Cadereyta de Jiménez. Sin embargo, el sureste de México es una de las principales regiones productoras de cítricos en el país, por lo tanto, en el sur como en el norte de México, la generación de grandes volúmenes de desechos sólidos urbanos, específicamente, de cítricos es considerada de suma importancia. El presente trabajo de investigación pretende realizar el reciclaje de biomasa residual con la finalidad de minimizar los grandes volúmenes de material orgánico, ya que estos desechos, generan grandes cantidades de dióxido de carbono, (CO_2) metano (CH_4) y nitrógeno gaseoso, (N_2) entre otros, y son considerados gases de efecto invernadero, GEI.

1.2 Precursor Cáscara de Naranja

La cáscara de naranja presenta en su estructura paredes celulares común de los materiales bioadsorbentes poseen polisacáridos, proteínas y lípidos, por tanto, numerosos de grupos funcionales capaces de enlazar metales pesados en la superficie de éstos. Entre los grupos funcionales presentes, podemos hacer mención de los grupos amino, carboxílico, hidroxílico, fosfato y tiol que difieren en su afinidad y especificidad respecto a la susceptibilidad para unirse a los diferentes iones metálicos.

Los residuos de cáscara de naranja, contienen celulosa, pectina, hemilcelulosa y otros compuestos de bajo peso molecular como el limoneno, estos poseen grupos funcionales activos como los carboxilos de las pectinas y los hidroxilos de la celulosa, susceptibles a unirse con iones metálicos en disolución (Pinzón & Cardona, Caracterización de la cáscara de naranja para su uso como material bioadsorbente).

1.3 Carbón Activado

En primer lugar, el carbón activado es un sólido poroso versátil, relativamente estable, con alta área superficial y con una estructura de micro poros que no constituyen marcadas barreras de difusión aún bajo conformaciones granulares compactas; en segundo término, el carbón activado es un material renovable en la medida en que se obtiene a partir de materias primas vegetales (residuos agrícolas, madera, algas, semillas, cortezas), hulla, lignitos, turba y residuos poliméricos (caucho, plásticos, textiles) (Garzón & González, 2012)

1.4 Pirólisis

El término pirólisis se refiere a la degradación térmica incompleta que conduce a la producción de carbón vegetal, líquidos condensables y gases piroleñosos. Normalmente la pirólisis debe realizarse en ausencia de oxígeno. Sin embargo, actualmente se utiliza este término en un sentido más amplio, para descubrir los cambios químicos provocados por la acción del calor incluso con aire u otros aditivos. El proceso de pirólisis tiene tres etapas: La dosificación y alimentación de la materia prima, la transformación de la masa orgánica y, finalmente, la obtención y separación de los productos. Durante ese proceso, la materia orgánica de poco valor se transforma en productos de alto contenido energético como el carbón, alquitrán, los gases de hidrógeno, nitrógeno, metano, etano, propano, butano, pentano, amoníaco, oxígeno, monóxido y bióxido de carbono que pueden ser utilizados como combustibles, además de aceites ligeros (mezcla de benceno, tolueno, xileno y otros), que se pueden utilizar en otros procesos.

El material sólido o carbonizado obtenido se puede utilizar como combustible en procesos industriales, en la cocción de alimentos o como materia prima para la producción de carbón activado. El producto líquido, también identificado como condensado o bioaceite, puede ser convertido en combustible y en la generación de energía mecánica y térmica. (Gómez, Klose, & Rincón, Pirólisis de biomasa, 2008).

Durante el calentamiento de la partícula, la temperatura se incrementa localmente, dando lugar primero a la evaporación de la humedad (etapa de secado) y luego a la liberación progresiva de volátiles (primera etapa de pirólisis). Los principales compuestos volátiles se producen a partir de la ruptura térmica de los enlaces químicos de los componentes individuales de la biomasa, celulosa, hemicelulosa, lignina y extractivos, cada uno de los cuales tienen sus propias características cinéticas.

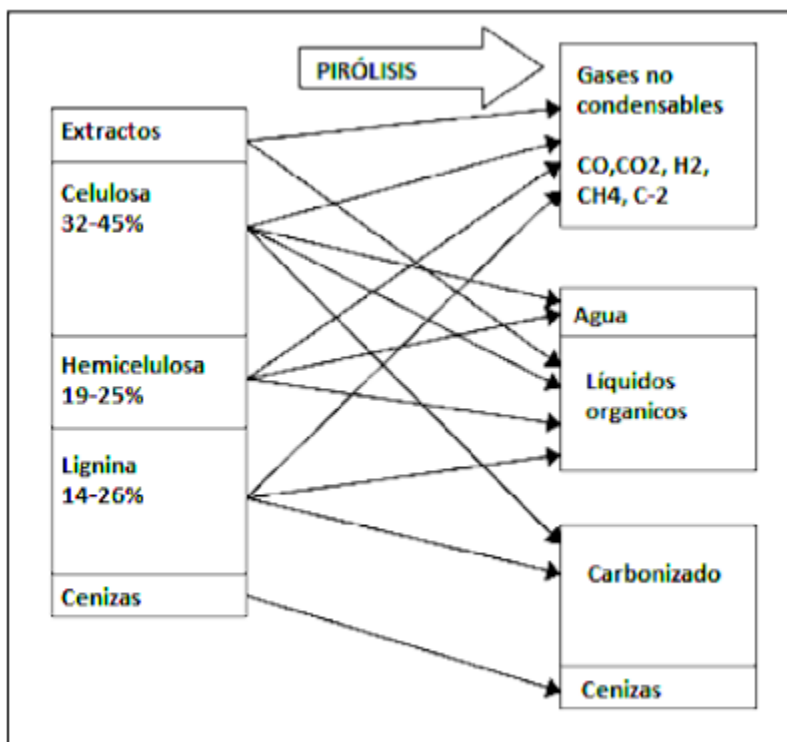


Figura 1. 1 Productos de la pirólisis de la biomasa residual a partir de cáscara de naranja (*Citrus sinensis*)

Estos compuestos liberados comprenden las especies de gases ligeros (H₂, CO₂, CO, CH₄) y condensables (varios compuestos orgánicos y agua), produciendo un sólido no volátil rico en carbono llamado biocarbón, el cual contiene el material mineral presente en el combustible. Durante las etapas de la pirólisis (tiene tres etapas) (i) La dosificación y alimentación de la materia prima, (ii) la transformación de la masa orgánica, (iii) la obtención y separación de los productos. Durante ese proceso, la materia orgánica de poco valor se transforma en productos de alto contenido energético como el carbón, alquitrán, los gases de hidrógeno, nitrógeno, metano, etano, propano, butano, pentano, amoníaco, oxígeno, monóxido y bióxido de carbono que pueden ser utilizados como combustibles, además de aceites ligeros (mezcla de benceno, tolueno, xileno y otros), que se pueden utilizar en otros procesos.

Según la temperatura y velocidad de calentamiento, variables comúnmente usadas para caracterizar este proceso y los cuales son difíciles de definir la pirólisis se subdivide en:

- a) Pirólisis lenta o convencional
- b) Pirólisis rápida
- c) Carbonización
- d) Torrefacción

1.5 Procesos de activación química

La activación química consiste en la reacción entre el sólido precursor de carbón activado y el agente químico activante, en donde la concentración de los reactivos, la temperatura y el tiempo de activación determinan la extensión de la reacción. Es un proceso que transcurre generalmente en dos etapas, la primera esta consiste en una impregnación química del material precursor con una disolución concentrada de un agente químico activante, la segunda etapa consiste en someter a la mezcla resultante a un proceso pirolítico, en el cual se produce simultáneamente la carbonización y la activación del material. (Fierro, 2012)

De los agentes químicos utilizados para el proceso de activación química, los más empleados son $ZnCl_2$ (Cloruro de zinc), H_3PO_4 (Ácido Fosfórico), KOH (Hidróxido de potasio). Aunque los tres agentes químicos producen un gran desarrollo de la microporosidad, existe una diferencia entre ellos: el agente KOH produce un ensanchamiento del tamaño de los microporos, el agente $ZnCl_2$ produce una microporosidad de tamaño uniforme y genera un pequeño desarrollo de la mesoporosidad, y el agente H_3PO_4 conduce a una distribución de tamaño de poros más heterogénea. (Sabio & Reynoso, 2004)

1.6 Transformación termoquímica

Mediante el uso de diferentes tipos de tecnologías de transformación es posible obtener combustibles en forma sólida, líquida y gaseosa a partir de cualquier tipo de biomasa. Entre estas tecnologías destacan los procesos termoquímicos. Dentro de los procesos de transformación termoquímicos se encuentra la pirólisis o degradación térmica de la biomasa, la gasificación, la combustión y la licuefacción. (Gómez, Klose, Rincón, & Wiest, Transformación termoquímica de la biomasa residual, 2004).

Los procesos de conversión termoquímica se basan en calor y reacciones químicas para convertir la biomasa en combustibles. Estos procesos requieren de una materia prima con menor contenido de humedad (<20%) que los procesos bioquímicos y son usados para aquellas biomásas con alto contenido de lignina, la cual es más resistente a acciones enzimáticas. En la Tabla 1.1 se listan algunos de los procesos termoquímicos más importantes.

Tabla 1. 1 Procesos termoquímicos

Procesos Termoquímicos		
Proceso	Resultado	Producto
Pirólisis	Sólido	Carbón
Gasificación	Gas	Gas de síntesis
Licuefacción	Líquido	Combustibles
Combustión	Calor	Energía Eléctrica

1.7 Adsorción

La adsorción es un proceso mediante el cual se extrae materia de una fase y se concentra sobre la superficie de otra fase (generalmente sólida). La sustancia que se concentra en la superficie o se absorbe se llama “Adsorbato” ya la fase adsorbente se llama “adsorbente”. (Garzón & González, 2012)

También puede decirse que la adsorción es la adhesión o concentración de sustancias disueltas en la superficie de un cuerpo (Niño & González, 2008). La cantidad de sustancias adsorbidas por un líquido o un sólido dependen de:

- Naturaleza de la sustancia a ser adsorbida
- Naturaleza química de la sustancia adsorbente
- El área superficial de la sustancia adsorbente, (a mayor porosidad, mayor adsorción)
- La temperatura
- La concentración (o la presión para el caso de los gases) de la sustancia

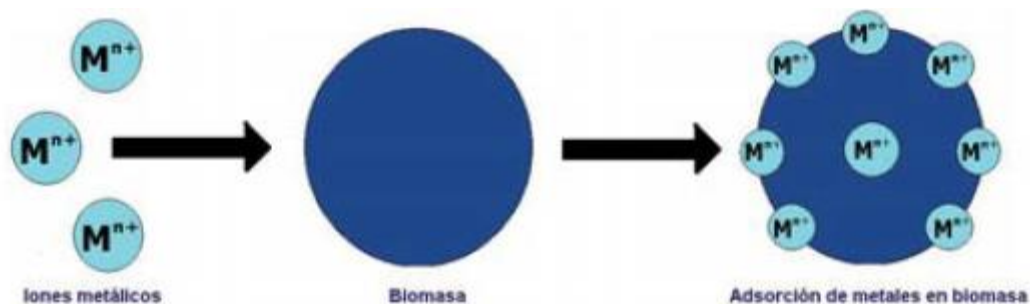


Figura 1. 2 Adsorción

1.8 Absorción

El proceso de adsorción debe distinguirse claramente del proceso de absorción, ya que en la absorción la sustancia no solamente es retenida sobre la superficie, si no que pasa a través de ella para distinguirse luego por el cuerpo sólido o del líquido. Algunas veces es imposible separar los dos fenómenos y en estos casos se emplea el término sorción. Aunque tanto la adsorción y la absorción ocurren en la sorción por carbón activado y otros sólidos, la operación unitaria es usualmente llamada adsorción. (Niño & González, 2008)

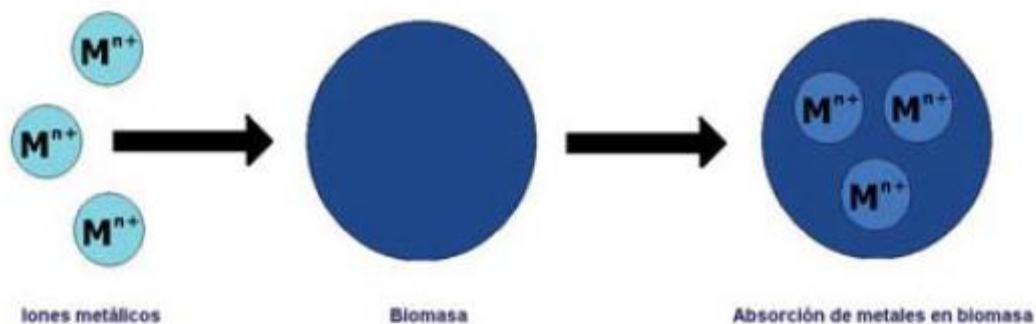


Figura 1. 3 Absorción

1.9 Isotermas de Langmuir

Es un modelo teórico el cual describe los datos experimentales producidos en el equilibrio en las superficies homogéneas, se utiliza para estimar la capacidad máxima de adsorción en la que se considera:

- La superficie de adsorbente que presenta sitios homogéneos
- Solamente una molécula puede ser adsorbida en un sitio y la adsorción sucede en una monocapa
- No existen interacciones entre las moléculas adsorbidas.

La isoterma de adsorción de Langmuir se desarrolló adoptando las siguientes hipótesis: Existe un número fijo de puntos accesibles disponibles en la superficie adsorbente, todos los cuales poseen la misma energía, y la adsorción es reversible. El equilibrio se alcanza cuando la velocidad de adsorción de las moléculas sobre la superficie es la misma que la velocidad de desorción de las mismas. Así pues, la velocidad a la que se lleva a cabo la adsorción es proporcional a la fuerza que la produce, que corresponde a la diferencia entre la cantidad adsorbida para una cierta concentración y la capacidad de adsorción a dicha concentración. A la concentración de equilibrio, esta fuerza es nula. La isoterma de Langmuir en forma de ecuación se escribe generalmente:

$$\frac{C_e}{Y} + \frac{1}{Nb} + \frac{C_e}{N}$$

Ecuación 1. 1

Donde:

C_e = concentración de equilibrio del adsorbato en solución después de la adsorción, masa/volumen.

Y = Número de gramos adsorbidos por gramo de adsorbente, g/g

N = Número de gramos de soluto por gramo para cubrir totalmente la superficie.

1.10 Isotherma BET

En esta isoterma, el adsorbato cubre al adsorbente hasta que se forma una monocapa y el proceso continúa con adsorción en multicapas. Es un perfil frecuente en procesos de adsorción física en los cuales las interacciones son poco específicas. Para que se produzca este tipo de comportamiento es necesario que la afinidad del adsorbato por el adsorbente sea algo mayor que la afinidad del adsorbato por sí mismo.

La forma de la ecuación es como sigue:

$$\frac{\frac{P}{P_0}}{a\left(1 - \frac{P}{P_0}\right)} = \frac{1}{a_m C} + \frac{(C - 1)}{a_m C P_0}$$

Ecuación 1.2

Donde a es la cantidad de soluto adsorbida, a_m es la adsorción máxima cuando se forma la monocapa, C es una constante que relaciona el calor de adsorción de la primera capa y el calor de adsorción de las multicapas y P/P_0 es la presión relativa. La isoterma BET es una extensión del argumento de Langmuir: La primera capa obedece a un calor de adsorción ΔH_{ads} . Las capas posteriores a la primera tienen un calor de adsorción igual al calor de licuefacción, ΔH_{liq} . La ecuación BET reproduce bastante bien capas adsorbidas físicamente.

1.11 Antecedentes

Marsh (1989), señaló que el carbón activado es utilizado en la industria en diferentes tareas, destacando la recuperación de gases, control de emisiones y la eliminación de olores en aguas industriales y residuales.

Manual del carbón activado, Universidad de Sevilla, se encontró que el del uso del $ZnCl_2$ y H_3PO_4 como agentes químicos activantes fueron adecuados y se obtuvieron poros fino y grueso activados con H_3PO_4 y tuvieron un porcentaje de adsorción del 30% y 27% respectivamente, mientras que el grano fino y grueso activados con $ZnCl_2$ tuvieron un porcentaje de adsorción del 16% y 13% respectivamente, y con ello se comprobó que tienen mayor grado de adsorción aquellos que ha sido activados con ácido fosfórico que con cloruro de zinc.

Manual del carbón activado, Universidad de Sevilla con respecto al pH observaron que el poder activante con ácido fosfórico es mayor que con cloruro de zinc. Teniendo en cuenta que el pH del cloruro de zinc es de 1 y el del ácido fosfórico es de 2.1 y con ello pudieron llegar a la conclusión que la activación se da de manera adecuada a pH ácido fuerte pero que se obtienen mayores resultados a un pH superior. En el Manual del carbón activo en cuanto al tamaño de partícula se observó un mayor poder de activación cuando utilizaron carbón de grano fino.

Vargas y Gutiérrez (2011), en su artículo “Relación entre la entalpía de inmersión de monolitos de carbón activado y parámetros texturales”, mencionan la importancia de utilizar nuevas tecnologías para disminuir la cantidad de contaminantes en fase acuosa y gaseosa, el modelo BET para determinar el área superficial de los sólidos que usaron. Las autoras mencionan que una de estas nuevas tecnologías es el carbón activado, material que se prepara de forma artificial para que presente propiedades adsorbentes. Las formas en que se presenta el carbón activado hacen de este material, un material novedoso, las formas encontradas son gránulos, polvo, pellets, telas, fibras y monolitos siendo los monolitos una forma no convencional lo que le da propiedades únicas al material.

Béjar Ubaldo y P. Flores (2014), en su artículo “carbón activado vegetal como soporte de un catalizador metálico”. Mencionan la aplicación de la Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) como una técnica útil para la caracterización y observación de la morfología de cada uno de los carbones activados obtenidos.

Basso, Cerrella y Cukierman, (2002), en su artículo "Remoción de Cadmio (II) de soluciones acuosas mediante carbón activado preparado a partir de caña" mencionan que las características estructurales en el carbón activado preparado a partir de biomasa residual como la caña mediante el proceso de activación química con ácido fosfórico presentan un área específica de 1100 m²/g y volumen total de poros de 1 cm³/g, alcanzando un 95% de eficiencia en la remoción de Cadmio (II).

Mendez, R. (1995), Mencionó que en la actualidad tiene que haber un perfeccionamiento e implementación de nuevas técnicas y métodos para el aprovechamiento de subproductos agropecuarios lo cual traería beneficios económicos y medioambientales.

Luna y col (2007), en su artículo “obtención de carbón activado a partir de la cáscara de coco” mencionaron que la determinación de una isoterma de adsorción permite deducir la superficie específica a través de la ecuación bet (Brunauer, Emmett y Teller).

Capítulo 2: Metodología

2.1 Materiales

El carbón activado es un material carbonáceo y amorfo que presenta una alta porosidad y extensa área superficial interna, características que le confieren propiedades adsorbentes excepcionales que dependen en forma considerable del proceso de obtención que se realice al material precursor, el cual comprende básicamente dos etapas: carbonización y activación (1, 2). La carbonización de materiales lignocelulósicos implica una serie de reacciones tales como depolimerización, craqueo y deshidratación de lignina y celulosa, en la que se retira la materia volátil liberando elementos –principalmente hidrógeno y oxígeno– en forma de alquitranes, quedando un esqueleto carbonoso con porosidad incipiente. Para llevar a cabo el proceso de activación se utiliza el ácido fosfórico (H_3PO_4). A continuación, se describe el material.

2.1.1 Ácido Fosfórico

El ácido fosfórico (a veces llamado ácido ortofosfórico) es un compuesto químico ácido (más precisamente un compuesto ternario que pertenece a la categoría de los oxácidos) de fórmula H_3PO_4 . Es un ortofosfato cuyo código en el Sistema Internacional de Numeración es E-338. No se debe usar agua para remover este químico, puesto que esta produce su activación.

Tabla 2. 1 Propiedades físico-químicas

Propiedades físico-químicas del H_3PO_4	
Peso molecular	98
Fórmula molecular	H_3PO_4
Solubilidad	muy soluble en agua
Punto de fusión	42.3 °C
Punto de ebullición	261 °C
Densidad de vapor	1.864 g/ml

2.1.2 Residuos cáscara de Naranja

En el proceso de extracción de naranja, residuos tales como la cáscara, los hollejos y las semillas son conocidos como citropulpa. Este producto es una materia prima altamente utilizada en Estados Unidos y Europa para alimentación de ganado en varias presentaciones: fresco, ensilado o deshidratado, o bien mezclado en una ración de concentrado. Además, ha sido utilizado por la industria de alimentos concentrados para animales en sustitución de materias primas tradicionales como el maíz. (Garzón & González, 2012)

2.2 Métodos

Para llevar a cabo la síntesis del carbón vegetal, se utilizó un material precursor a condiciones específicas de temperatura, presión y pH. Para la obtención del material bioadsorbente sin activar se realizó un acondicionamiento previo al proceso de pirólisis, el cual consistió en retirar impurezas u otros compuestos que pudiesen afectar el proceso de transformación, para esto fue necesario someter la biomasa residual a procesos de lavado, cortado y secado.

La pirólisis artesanal es un procedimiento que se utilizó para evaluar la forma más sencilla para la generación de carbón activado, basándose específicamente en las carboneras artesanales, ya que la intención de este trabajo de investigación tiene por objeto, facilitar el acceso a bebidas libres de contaminantes para aquellas personas que menos tienen.

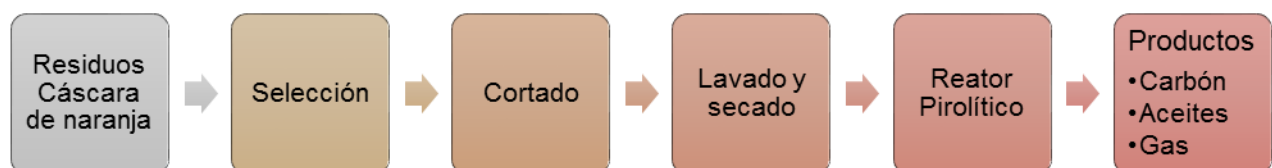


Figura 2. 1 Proceso para la obtención de carbón

2.2.1 Método Artesanal

Se buscó elaborar un arreglo pirolítico de acceso económico para todos los estatus económicos. El arreglo pirolítico artesanal modificado se describe a continuación en la imagen siguiente



Figura 2. 2 Arreglo Pirolítico para la obtención de carbón vegetal

Se realizaron algunas pruebas para la obtención del carbón activado, a continuación, se muestra un diseño de experimentos en el cual se consideraron tres niveles de acidez para el ácido fosfórico, agente activante, con la finalidad de encontrar el mejor nivel de acidez en el agente activante, así como sus tiempos de reacción.

Tabla 2. 2 Diseño de experimentos

Pirólisis de la biomasa para la obtención de carbón		
Clave	Temperatura (°C)	Tiempo (min)
PCA1	180	180
PCA2	180	180
PCA3	180	180
PCA4	180	180
PCA5	180	180

Se realizaron los experimentos de activación utilizando concentraciones de H_3PO_4 en niveles Bajo, Medio y Alto, se realizaron las pruebas para la obtención de carbón en el arreglo artesanal a una temperatura de 180 °C y con un tiempo estimado de 3 horas en proceso pirolítico. En la tabla 2.3 se listan las concentraciones elaboradas para la activación del carbón obtenido.

Tabla 2. 3 Concentraciones del H_3PO_4 para el proceso de activación

Activación Química con ácido fosfórico		
Clave	Ácido Fosfórico (ml)	Tiempo de impregnación (h)
1N	3.41	24
1.5N	6.83	24
2N	6.82	24
3N	10.24	24
3.5N	11.38	24

En la tabla anterior se citan las concentraciones realizadas para la activación de los carbones obtenidos en el sistema pirolítico artesanal. Se realizaron las concentraciones para obtener un tamaño de poro, el tiempo de impregnación del material carbonoso fue de 24 horas en exposición con ácido fosfórico. Una vez que se impregna el material carbonoso, se procedió a realizar de nueva cuenta el proceso pirolítico, considerando un tiempo de calentamiento de 90 minutos como se cita en la tabla 2.4

Tabla 2. 4 Condiciones de activación para el carbón vegetal obtenido

Pirólisis después de impregnación para obtención de carbón activado		
Clave	Temperatura (°C)	Tiempo (min)
1N	180	90
1.5N	180	90
2N	180	90
3N	180	90
3.5N	180	90

2.1.1.1 Preparación de la cáscara de naranja para la obtención del carbón

Se realizó una selección manual favoreciendo a las cáscaras que no se encontraran en proceso de descomposición, se limpiaron las cáscaras, quitando todos los restos de endocarpio. (bagazo) con la finalidad de preservar única y exclusivamente el epicarpio (cáscara), después se sometió al material a un proceso de cortado y a un proceso de lavado con agua para remover impurezas. A continuación, se realizó un proceso de secado a la intemperie con la finalidad de eliminar el agua superficial de la cáscara. Posteriormente, las cáscaras secas fueron colocadas en un pequeño reactor y se llevó a cabo el proceso de pirólisis artesanal hasta carbonizar a una temperatura de 180°C en 3 horas. En este punto de la experimentación, se observó que el proceso desprendió gases piroleñosos, característicos del proceso pirolítico.

Una vez obtenido el carbón vegetal se sometió a un proceso de activación el cual se describe en el siguiente punto.

2.1.1.2 Activación química del carbón vegetal obtenido artesanalmente

Para llevar a cabo este proceso primeramente se sumergió al carbón vegetal en una solución de ácido fosfórico (H_3PO_4) al 85% a diferentes concentraciones y se dejó reposar durante un período de 24 horas. Posterior a esto, se introdujo el carbón al reactor artesanal a una temperatura de $180^{\circ}C$ durante 1 hora 30 minutos, como se muestra en la figura 2.3, después se realizó un enjuague con agua destilada para retirar los residuos del ácido fosfórico y finalmente se llevó a cabo un secado para eliminar la humedad residual.



Figura 2. 3 Reactor pirolítico

En la siguiente figura 2.4 se observa parte del arreglo pirolítico, que consiste en un recipiente de acero inoxidable, dentro de este reactor se colocó la biomasa residual, previamente fue pesada la muestra para determinar el grado de conversión de la biomasa. Una vez dentro la biomasa en el reactor se procede a introducir el reactor en uno más grande y tapado con tierra hasta la parte superior del reactor, esto para evitar la presencia de aire. Finalmente se somete a calentamiento.



Figura 2. 4 Carbón después del proceso de activación artesanal

El material obtenido tiene apariencia carbonosa, de textura firme y rugosa, compacto. No se aprecian fisuras. Estos materiales fueron analizados mediante la técnica de microscopía electrónica de barrido, con la finalidad de observar presencia de poros



Figura 2. 5 Apariencia de la biomasa residual después del proceso de pirólisis artesanal

2.2.2 Método controlado

En este caso se utilizó una mufla Thermolyne para realizar el proceso de pirólisis, a una temperatura de 360 °C con una rampa de calentamiento de 20°C/min durante 2 horas, cabe recalcar que durante todo el proceso no se utilizó una atmósfera inerte.



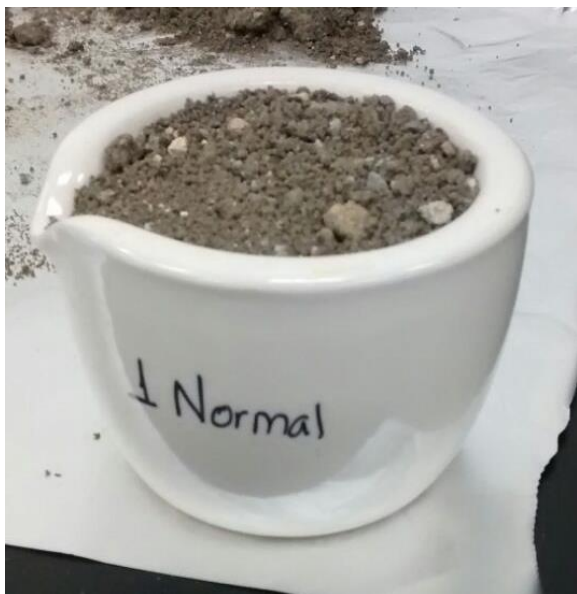
Figura 2. 6 Mufla thermolyne y Material utilizado (cáscara de naranja, crisoles, arena)

El proceso consiste en colocar carbón obtenido a partir de la cáscara de naranja en una envoltura de aluminio, y colocarlo dentro del crisol de porcelana como se muestra en la figura 2.7.



Figura 2. 7 Carbón con envoltura de aluminio

Posteriormente se cubrió con arena y con papel aluminio el crisol, para impedir el paso de oxígeno dentro de la muestra.



(a)



(b)

Figura 2. 8 (a) Crisol con arena y (b) Crisol con arena y envuelto con papel aluminio

A continuación, se introdujo el crisol envuelto a la mufla a una rampa de calentamiento de 20 °C/min hasta llegar a 360 °C durante 2 horas.



Figura 2. 9 Introducción de la muestra a la mufla para someterse al proceso de pirólisis con temperatura controlada a 360 °C

2.2.2.1 Activación química y Obtención de carbón activado

Para llevar a cabo este proceso primeramente se sumergió al carbón vegetal en una solución de ácido fosfórico (H_3PO_4) al 85% a concentraciones de 1.5 N y 2 N, se dejó reposar durante un período de 24 horas.

Tabla 2. 5 Activación química con H_3PO_4

Activación Química con ácido fosfórico		
Clave	Ácido Fosfórico (ml)	Tiempo de impregnación (h)
1.5N	6.83	24
2N	9.11	24

Posterior a esto, se introdujo el carbón a la mufla a una temperatura de 360°C con una rampa de calentamiento de 20°C/min durante 2 horas, como se muestra en la tabla 2.6.

Tabla 2. 6 Pirólisis a temperatura controlada

Pirólisis después de impregnación para obtención de carbón activado			
Clave	Temperatura (°C)	Rampa (°C/min)	Tiempo (h)
1.5N	360	20	2
2 N	360	20	2

Solo se corrieron muestras en estas concentraciones ya que, fueron estas las que obtuvieron mejores resultados de porosidad con la técnica de Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) que se anexan el capítulo 3.

2.2.3 Técnicas de caracterización

2.2.3.1 Espectroscopia de Infrarrojo por Transformada de Fourier, (FTIR).

La técnica de Espectroscopia de Infrarrojo por Transformada de Fourier, es una técnica que determina la presencia de grupos funcionales de las moléculas, esta técnica permite conocer la composición de los analitos evaluados. Con este análisis se determina la presencia de grupos carbonilo presentes en la muestra obtenida.



Figura 2. 10 FTIR - Thermo Scientific

2.2.3.2 Análisis Elemental Orgánico, (CHN/S)

El análisis elemental o microanálisis es utilizado principalmente en la investigación medioambiental y nos permite conocer cuáles son los elementos y en qué proporción se encuentra un compuesto químico en nuestras muestras.



Figura 2. 11 CHN/S - Perkin Elmer

2.2.3.3 Microscopia Electrónica de Barrido, (SEM)

El Microscopio electrónico de barrido o SEM (Scanning Electron Microscopy), utiliza un haz de electrones en lugar de un haz de luz para formar una imagen ampliada de la superficie de un objeto. Es un instrumento que permite la observación y caracterización superficial de sólidos inorgánicos y orgánicos. Tiene una gran profundidad de campo, la cual permite que se enfoque a la vez una gran parte de la muestra.

Este estudio analiza los aspectos morfológicos de zonas microscópicas del material, además del procesamiento y análisis de las imágenes obtenidas.



Figura 2. 12 SEM - JSM 7200

2.2.3.4 Método BET

La técnica BET utiliza el principio de la adsorción física de gas inerte (N_2) para variar la relación entre la presión parcial de nitrógeno y su presión de vapor a la temperatura del nitrógeno líquido. La técnica se puede realizar ya sea estática o dinámicamente. Procedimientos de cálculo apropiados también permiten determinar la distribución de los poros en el campo de la mesoporosidad.

La ecuación BET permite el cálculo del mono capa superficial.

El análisis BET consiste en que el sólido es desgasificado, pesado en un tubo de muestra y enfriado a 77 K. El gas nitrógeno es introducido y adsorbido.



Figura 2. 13 Autosorb-1, Quantachrome

Capítulo 3: Resultados

3.1 Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

Unos de los resultados más sobresalientes de este trabajo de investigación es la corroboración de los poros en el material carbonizado, el carbono vegetal obtenido inicialmente no presentaba porosidad alguna pero una vez que el material fue tratado con los ácidos utilizados la presencia de porosidad fue corroborada por la técnica de Microscopía electrónica de Barrido, SEM. A continuación, se muestran las micrografías correspondientes a la caracterización de la cáscara antes del proceso de activación y después del proceso de activación. En la figura 3.1 se observa una clara diferencia morfológica entre la materia prima y el carbón activado a 180°C, lo que hace evidente la acción del agente activante y la temperatura de activación sobre la estructura de la materia prima. En la figura 3.1 (a), se observa una superficie totalmente lisa, esta micrografía corresponde a la muestra de carbón vegetal antes del proceso de activación. Por otro lado, la figura 3.1 (b), presenta una morfología característica cavernosa y porosa conformada por agregados ubicados en forma desordenada con generación de porosidad heterogénea entre ellos, es decir, de tamaño irregular.

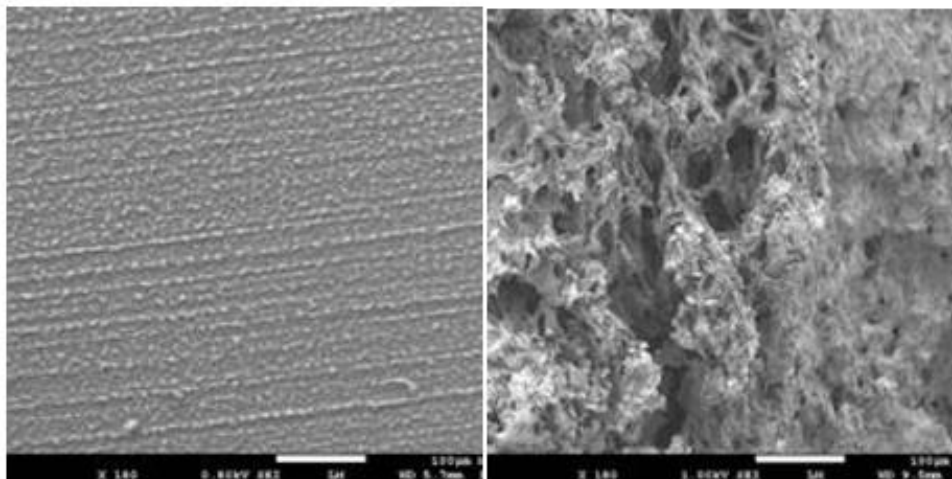


Figura 3. 1 (a) y (b). Micrografías de las muestras de biomasa residual

(a) Muestra de carbón vegetal obtenida mediante pirólisis artesanal y previa al proceso de activación artesanal a 180 °C

(b) Muestra de carbón muestra la presencia de porosidad después de haber sido activada y sometida al proceso de pirólisis por 2da ocasión para su activación

Una vez que se ha llevado a cabo la pirólisis artesanal se alcanza una temperatura de 180°C, sin presencia de oxígeno ni gas inerte. La investigación tiene por objetivo realizar la activación del carbón vegetal sin usar un gas inerte, ya que es costoso, y en las zonas menos favorecidas esto no podría ser posible. Una temperatura de 180°C es suficiente para activar el carbón vegetal.

En la figura 3.2 se observa la micrografía de la muestra de carbón vegetal una vez que fue activada de manera artesanal, sin embargo, en esta se puede observar los diferentes diámetros que cada poro presenta, estos presentan un tamaño irregular, todos son diferentes. Sin embargo, si las muestras de carbón vegetal se activan a diferentes concentraciones de H_3PO_4 se encontrará una concentración adecuada para que los diámetros sean más uniformes en tamaño.

Los carbones activados tienen una estructura porosa con pequeñas cantidades de heteroátomos, principalmente oxígeno y pueden contener hasta 20% en peso de materia mineral, expresado como contenido de cenizas; la naturaleza de las cenizas depende del material de partida del carbón activado; normalmente un carbón activado está compuesto de placas de 2-5 nm de altura constituidas por unidades de 5 a 15 anillos aromáticos condensados, semejantes a la estructura de un grafito (Marsh et al. 1997;)

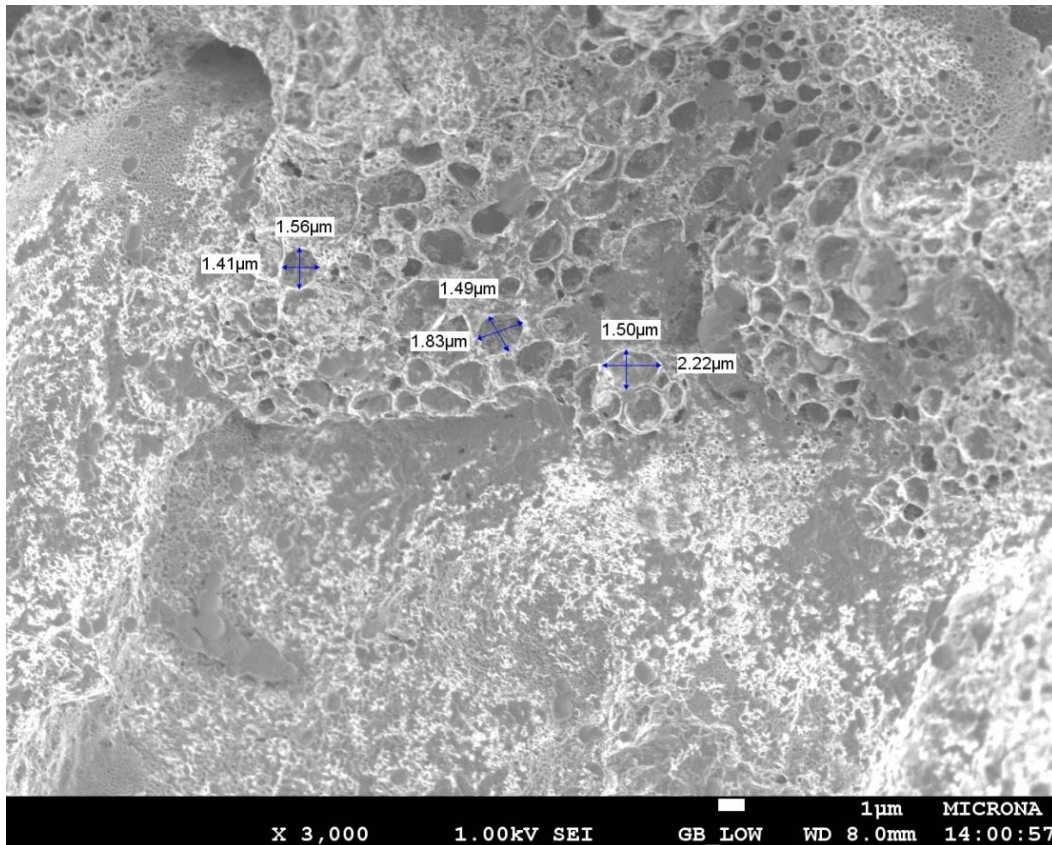


Figura 3. 2 Micrografía de la muestra de carbón activado por el método artesanal

En la figura 3.2 se observa como después del proceso de pirólisis con agente activante, empieza a llevarse a cabo la formación de la porosidad en el sustrato, en esta micrografía se confirma la discusión de la figura 3.1 en donde se concluye que la porosidad es heterogénea ya que los tamaños de dichos poros mantienen diámetros no uniformes. El carbón activado es un material poroso con una gran área superficial, es capaz de adsorber una gran diversidad de sustancias tanto gaseosas como líquidas (1), y es conocido desde principios del siglo pasado, por sus propiedades absorbentes. En la actualidad es ampliamente utilizado para remover el color, olor, sabor y un sin número de impurezas orgánicas durante el tratamiento de agua para el uso doméstico e industrial. La capacidad que tiene el carbón activado para la remoción de sustancias se debe a la alta superficie interna que posee, si bien la porosidad y la distribución de tamaño de poros juegan un papel bien importante.

En la figura siguiente se observa la superficie del material con apariencia cavernosa, sin embargo, con aumentos de x30, es posible ver que estos poros tienen profundidad aparente.

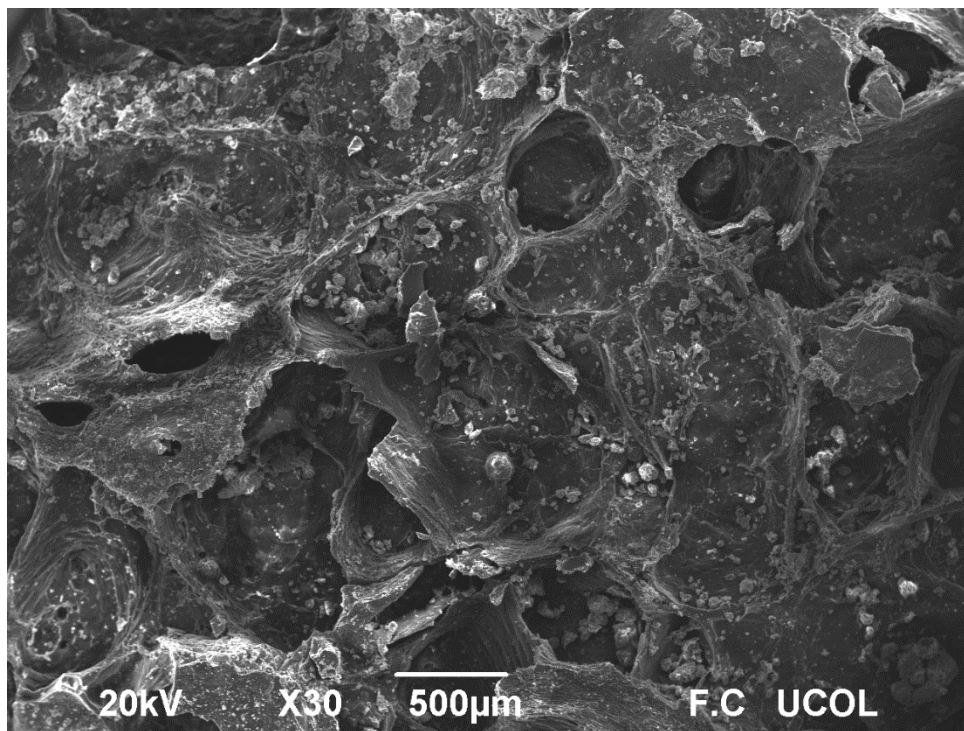


Figura 3. 3 Microscopía electrónica de barrido del carbón activado a una concentración 1 N con un rango de aumento x30 a una escala de 500 µm

En la figura 3.3 se observa la micrografía electrónica de barrido de la muestra de carbón activado a una concentración de 1N con un acercamiento de x30, en esta se pueden observar una superficie rugosa y porosa.

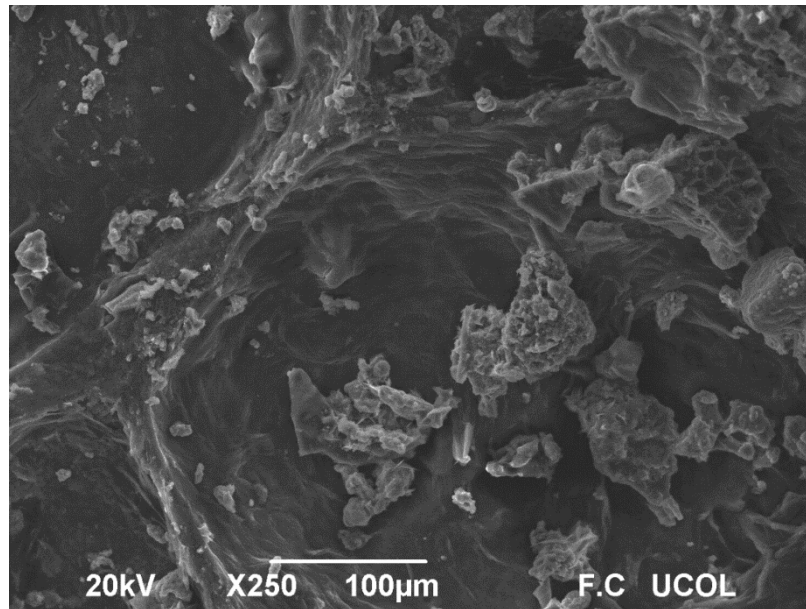


Figura 3. 4 Microscopía electrónica de barrido del carbón activado a una concentración 1 N con un rango de aumento x250 a una escala de 100 μ m

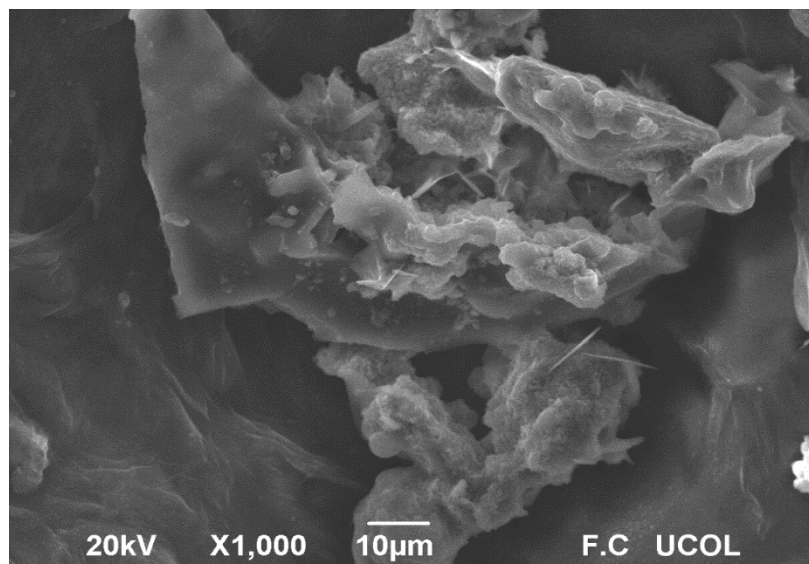


Figura 3. 5 Microscopía electrónica de barrido del carbón activado a una concentración 1 N con un rango de aumento x1000 a una escala de 10 μ m

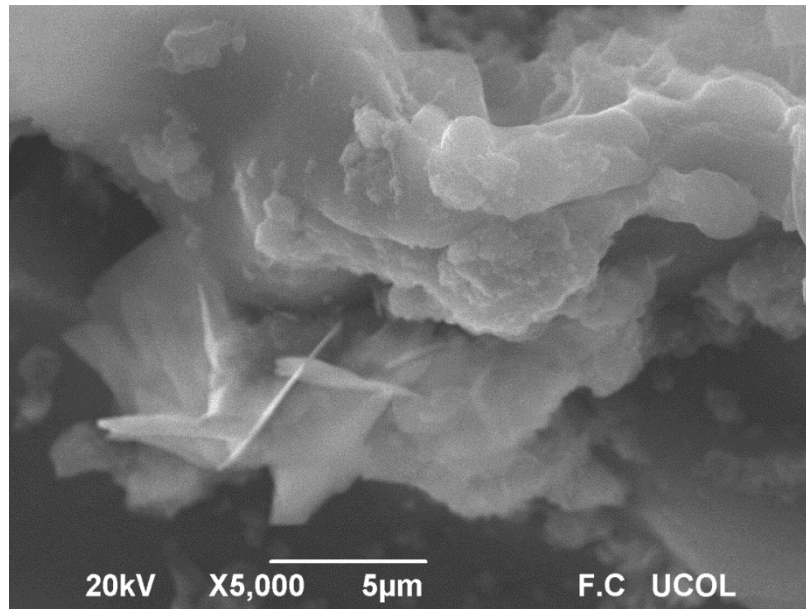


Figura 3. 6 Microscopía electrónica de barrido del carbón activado a una concentración 1 N con un rango de aumento x5000 a una escala de 5 μm

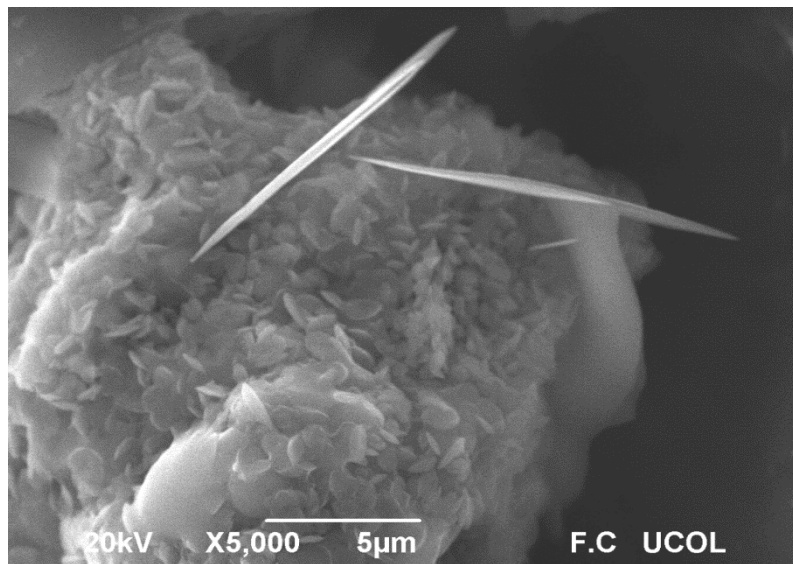


Figura 3. 7 Microscopía electrónica de barrido del carbón activado a una concentración 1 N con un rango de aumento x5000 a una escala de 5 μm

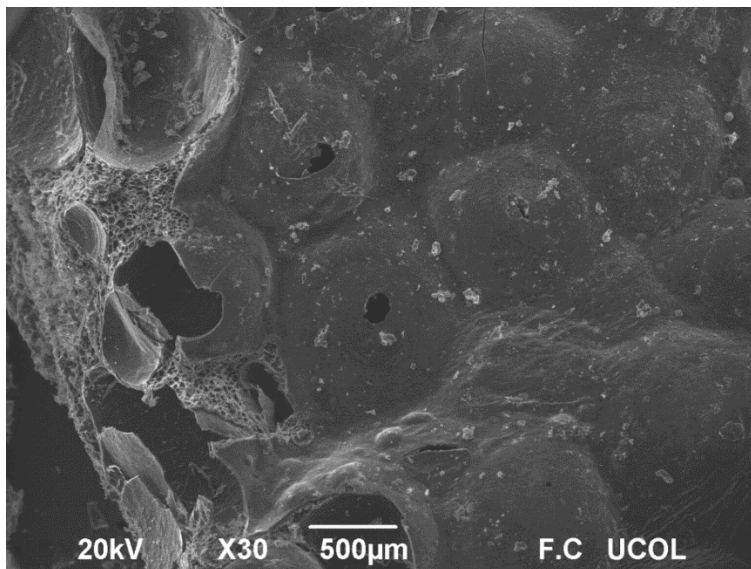


Figura 3. 8 Microscopía electrónica de barrido del carbón activado a una concentración 1.5 N con un rango de aumento x30 a una escala de 500 µm

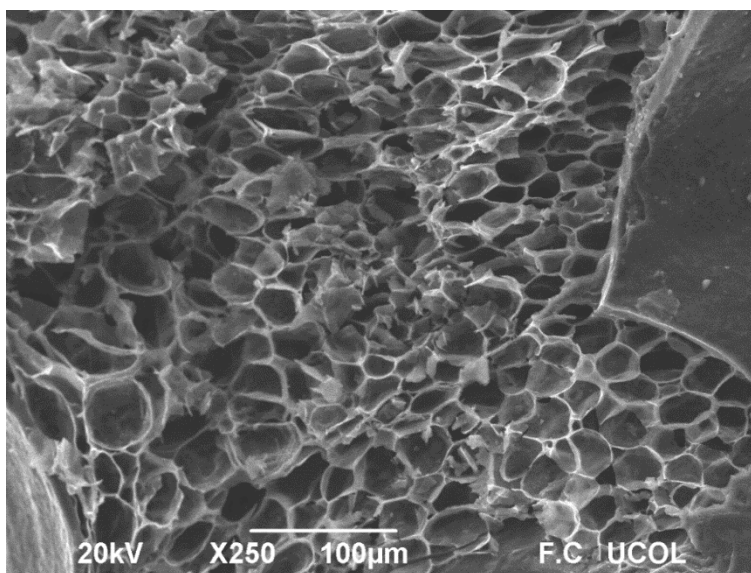


Figura 3. 9 Microscopía electrónica de barrido del carbón activado a una concentración 1.5 N con un rango de aumento x250 a una escala de 100 µm

En la figura 3.9 se observa la uniformidad del tamaño de los poros, por lo que se concluye que esta concentración permite obtener un material poroso. Si se aumenta la concentración, el material no presenta el mismo grado de porosidad.

En las figuras 3.9 y 3.10 se observa el aumento de la micrografía de x250 y x1000, donde se observa claramente la estructura porosa. Con esto queda claro que la pirólisis artesanal a 180 °C es viable.

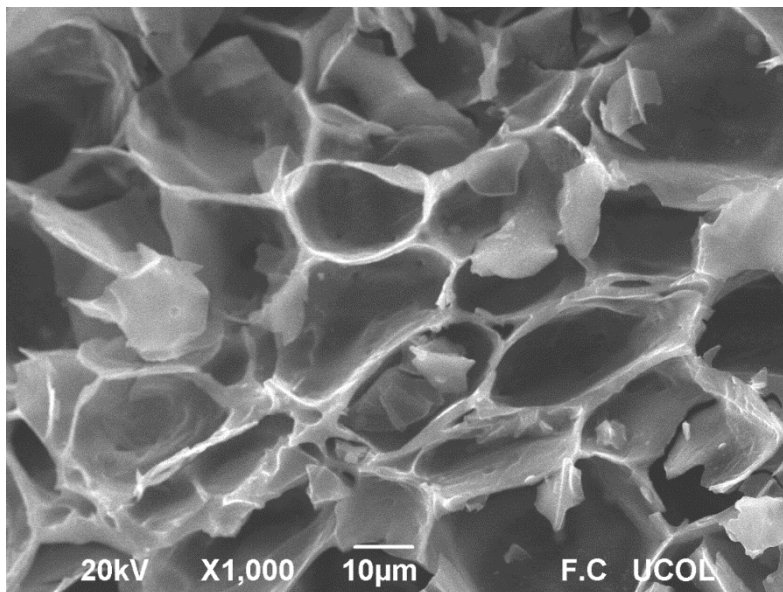


Figura 3. 10 Microscopía electrónica de barrido del carbón activado a una concentración 1.5 N con un rango de aumento x1000 a una escala de 10 µm

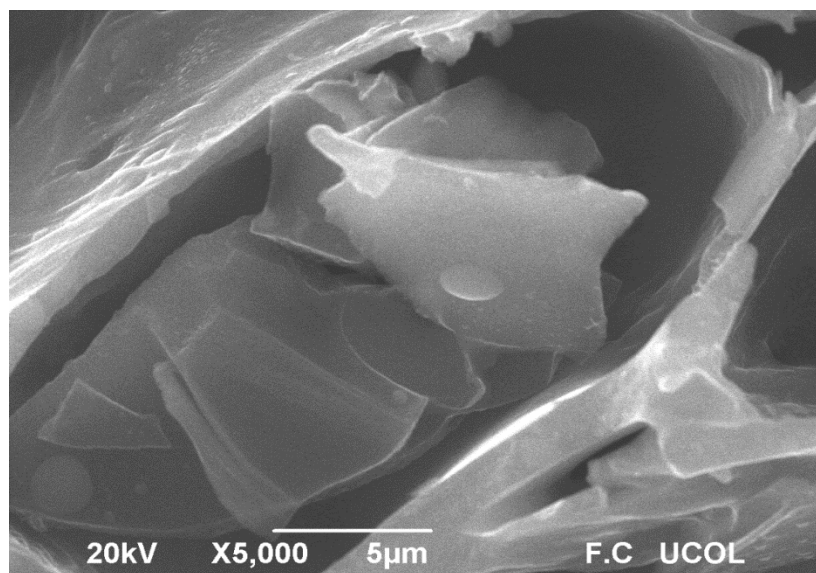


Figura 3. 11 Microscopía electrónica de barrido del carbón activado a una concentración 1.5 N con un rango de aumento x5000 a una escala de 5 µm

En las figuras 3.12 y 3.13 se observan los poros de la superficie del carbón, una vez que se efectuó la activación usando una concentración de 2 N esto es indicativo de que el efecto de la acidez en el material tiene efecto en la distribución de poro.

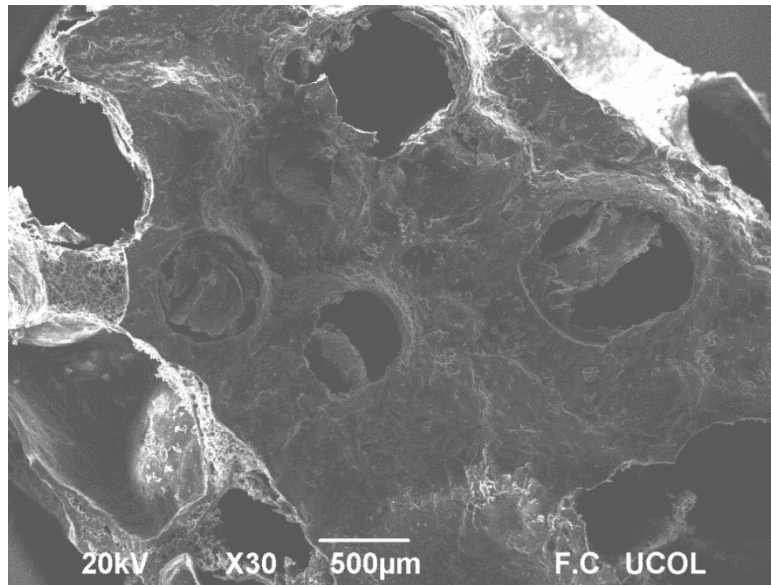


Figura 3. 12 Microscopía electrónica de barrido del carbón activado a una concentración 2 N con un rango de aumento x30 a una escala de 500 µm

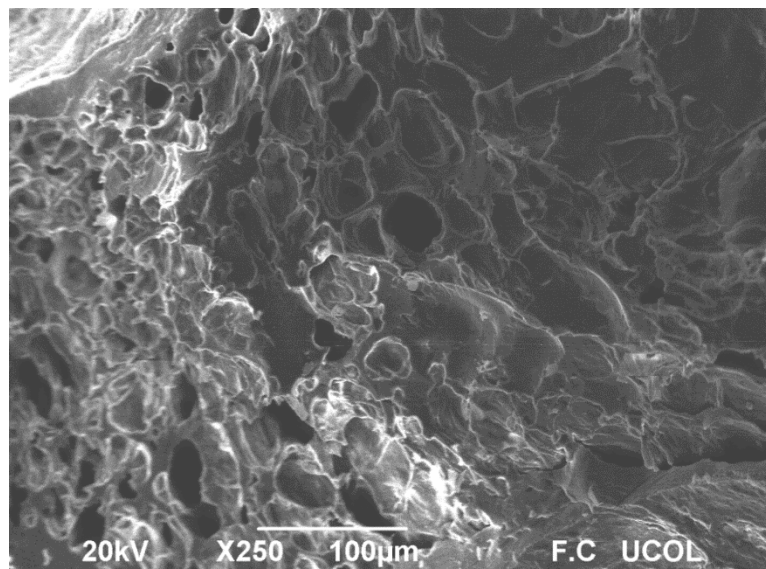


Figura 3. 13 Microscopía electrónica de barrido del carbón activado a una concentración 2 N con un rango de aumento x250 a una escala de 100 µm

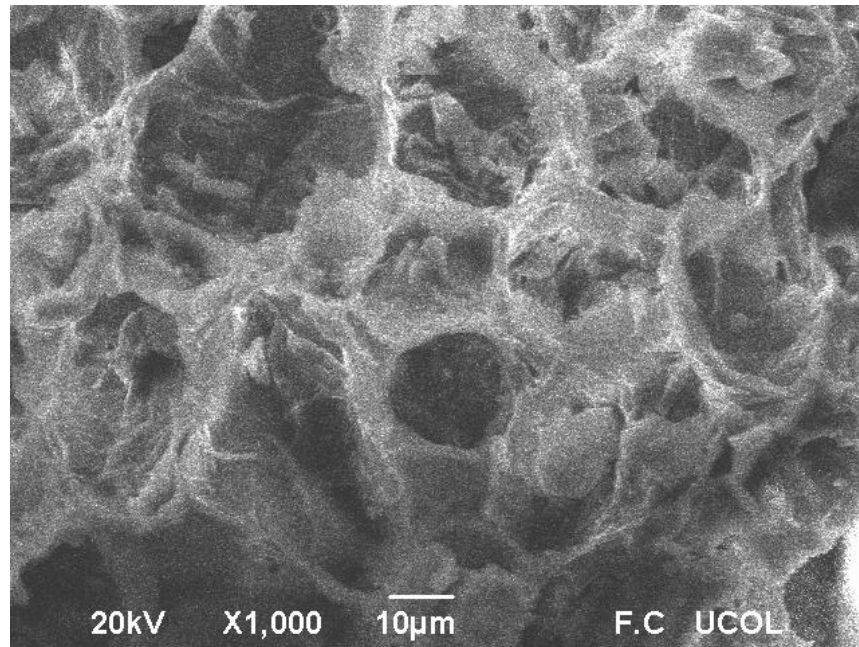


Figura 3. 14 Microscopía electrónica de barrido del carbón activado a una concentración 2 N con un rango de aumento x1000 a una escala de 10 µm

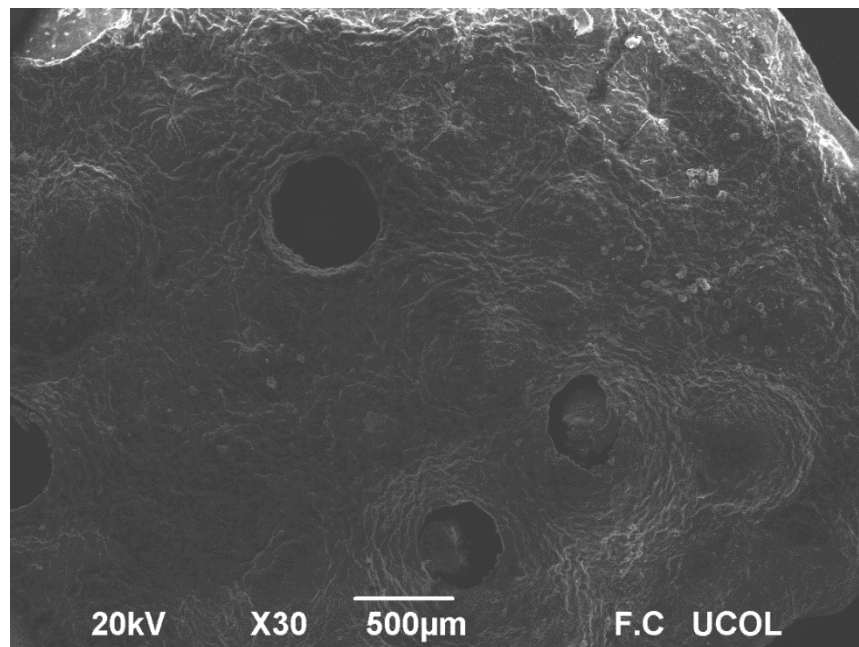


Figura 3. 15 Microscopía electrónica de barrido del carbón activado a una concentración 3 N con un rango de aumento x30 a una escala de 500 µm

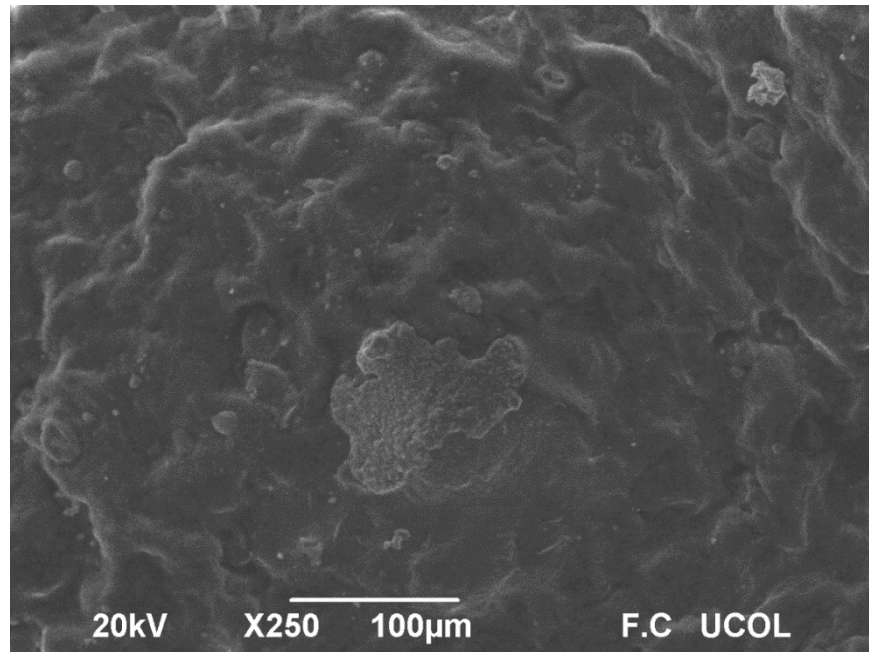


Figura 3. 16 Microscopía electrónica de barrido del carbón activado a una concentración 3 N con un rango de aumento x250 a una escala de 100 μ m

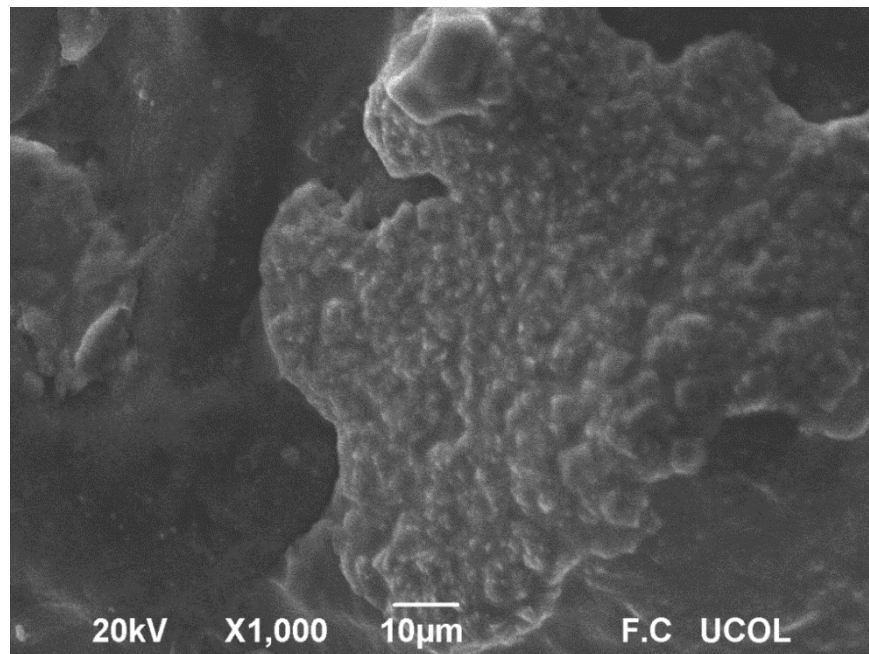


Figura 3. 17 Microscopía electrónica de barrido del carbón activado a una concentración 3 N con un rango de aumento x1000 a una escala de 10 μ m

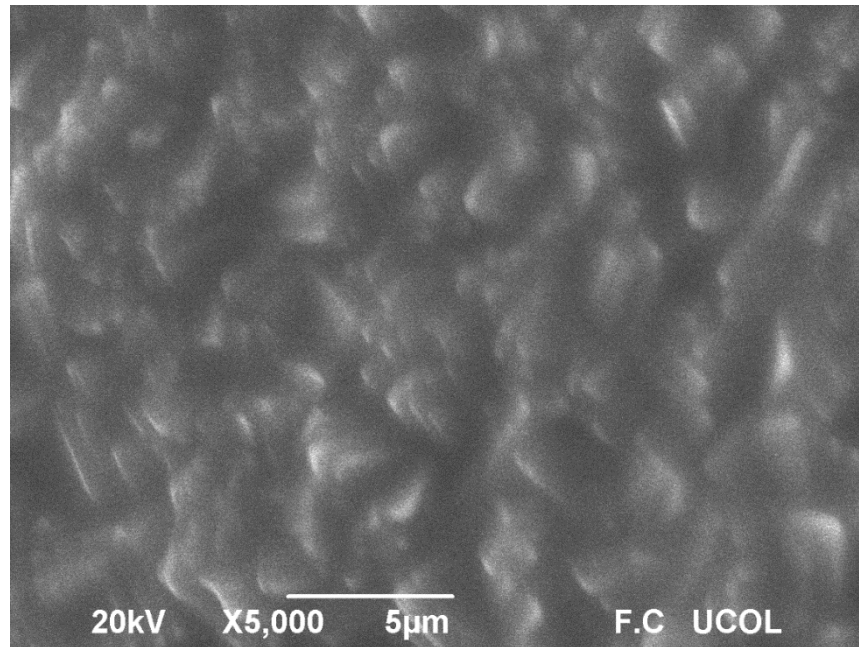


Figura 3. 18 Microscopía electrónica de barrido del carbón activado a una concentración 3 N con un rango de aumento x5000 a una escala de 5 µm

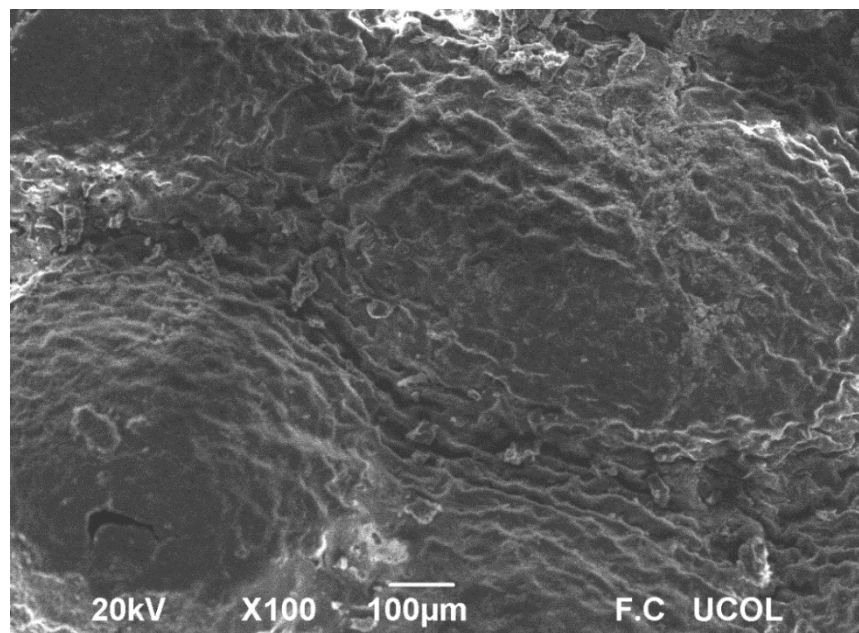


Figura 3. 19 Microscopía electrónica de barrido del carbón activado a una concentración 3.5 N con un rango de aumento x100 a una escala de 100 µm

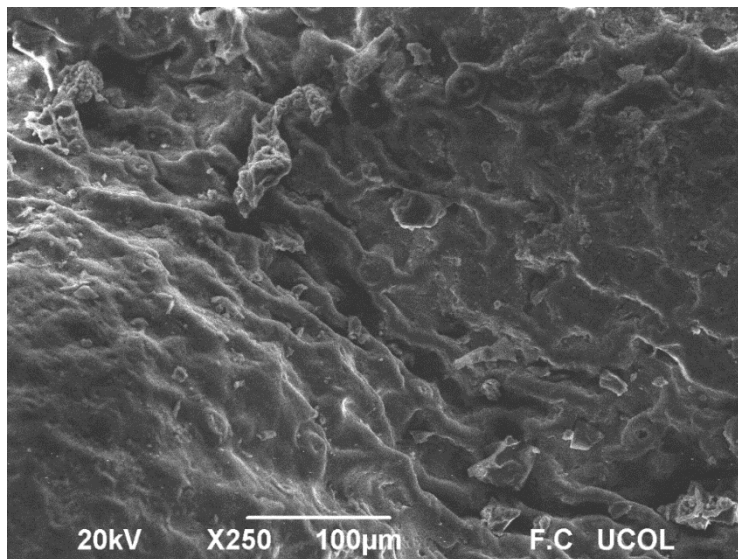


Figura 3. 20 Microscopía electrónica de barrido del carbón activado a una concentración 3.5 N con un rango de aumento x250 a una escala de 100 μ m

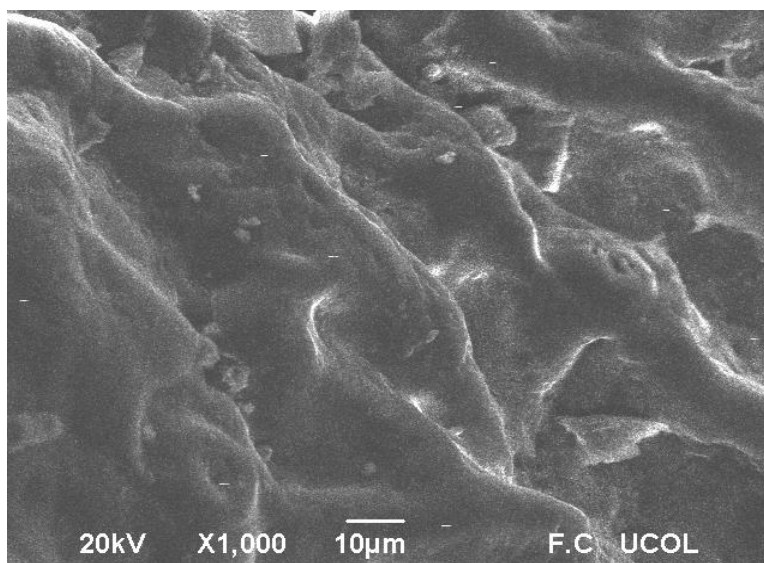


Figura 3. 21 Microscopía electrónica de barrido del carbón activado a una concentración 3.5 N con un rango de aumento x1000 a una escala de 10 μ m

En las figuras 3.16 a 3.21 se aprecian los sistemas de carbón activo en donde las concentraciones que se usaron fue de concentración 3 N y 3.5 N, estas concentraciones no fueron adecuadas para la obtención de porosidad en estos materiales.

3.2 Espectroscopia de Infrarrojo por Transformada de Fourier, (FTIR)

Una de las técnicas más importantes para la caracterización de materiales orgánicos es precisamente la técnica de Espectroscopia de Infrarrojo por Transformada de Fourier, FTIR, la cual permite obtener los grupos funcionales más importantes y característicos de los materiales propuestos. En este caso en particular, se procedió a pesar 3 mg. de muestra de biomasa residual (cáscara de naranja) previamente secada en estufa de convección forzada a temperatura no desnaturalizante para obtener su composición molecular característica. En este espectro de infrarrojo se observan las principales bandas correspondientes a los grupos metilos y metilenos ubicados en la asignación de los 2923 cm^{-1} , estos corresponden a la cadena de los muchos componentes lignocelulósicos de la biomasa, así como también los grupos OH ubicados en la asignación de los 3327 cm^{-1} característicos de la celulosa y posibles polímeros naturales presentes.

El grupo carbonilo es característico de los compuestos y moléculas ricas en carbón, ya que este material es materia orgánica 100 por ciento, debe estar presente. Cabe destacar que este espectro corresponde a la muestra en su estado original, es decir, sin haber pasado por el proceso de pirólisis.

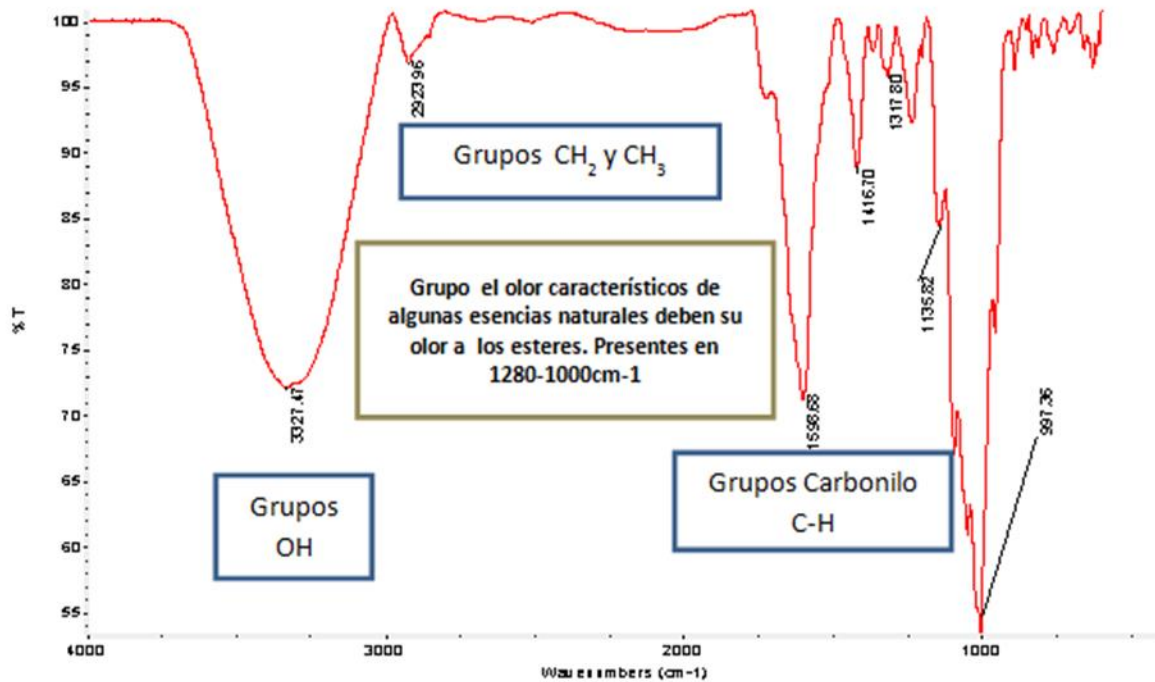


Figura 3. 22 Espectro de infrarrojo de la muestra de cáscara de naranja previo al proceso de pirólisis artesanal

En la figura 3.22 se observa el espectro de infrarrojo del grupo carbonilo en la asignación 1594 cm⁻¹ solamente, esto debido a que la cáscara de naranja fue sometida al proceso de pirólisis en ausencia de gases inertes, lo que la hace aún todavía más atractiva a esta metodología, ya que los procesos usuales manejan gases inertes en la mayoría de los casos. Este grupo carbonilo indica que el proceso de pirólisis fue exitoso aun no llevando gases inertes.

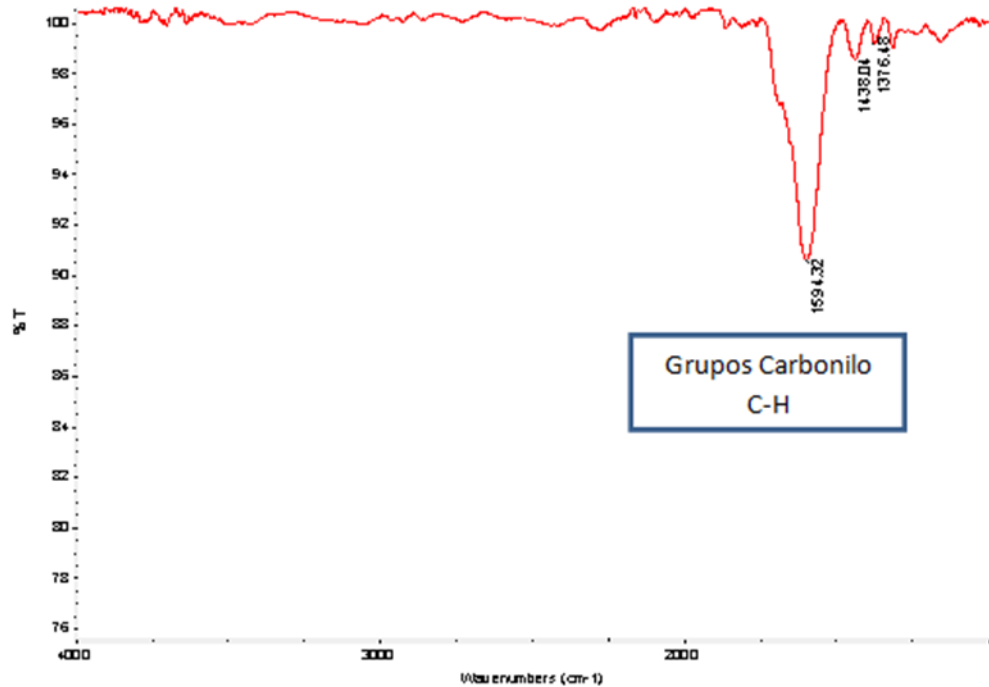


Figura 3. 23 Espectro de infrarrojo de la muestra de cáscara de naranja después del proceso de pirólisis artesanal.

Este grupo carbonilo indica que el proceso de pirólisis fue exitoso aun no llevando gases inertes.

3.3 Método BET

El objetivo del análisis consistió en determinar el área superficial con adsorción con nitrógeno por el método BET.

Para el análisis se empleó el método de adsorción de nitrógeno a su temperatura de condensación (77.35 K). Para la obtención de la isoterma se obtuvieron 44 puntos, 24 de adsorción y 20 de desorción, se tomaron 11 puntos de la adsorción, desde 0.05 hasta 0.3 de presión relativa (P/P_0) para la determinación del área superficial por el método BET. El equipo usado fue el caracterizador superficial Autosorb-1, marca Quantachrome. Para limpiar la superficie se trató la muestra a 350°C por un mínimo de 3 horas con vacío.

Tabla 3. 1 Área superficial del carbón activado obtenido artesanalmente y a temperatura controlada

Muestra	Área m²/g
Carbón Activado Artesanal 1.5N	0
Carbón Activado Artesanal 2N	0
Carbón Activado a 360°C 1.5N	0.1
Carbón Activado a 360°C 2N	0.4

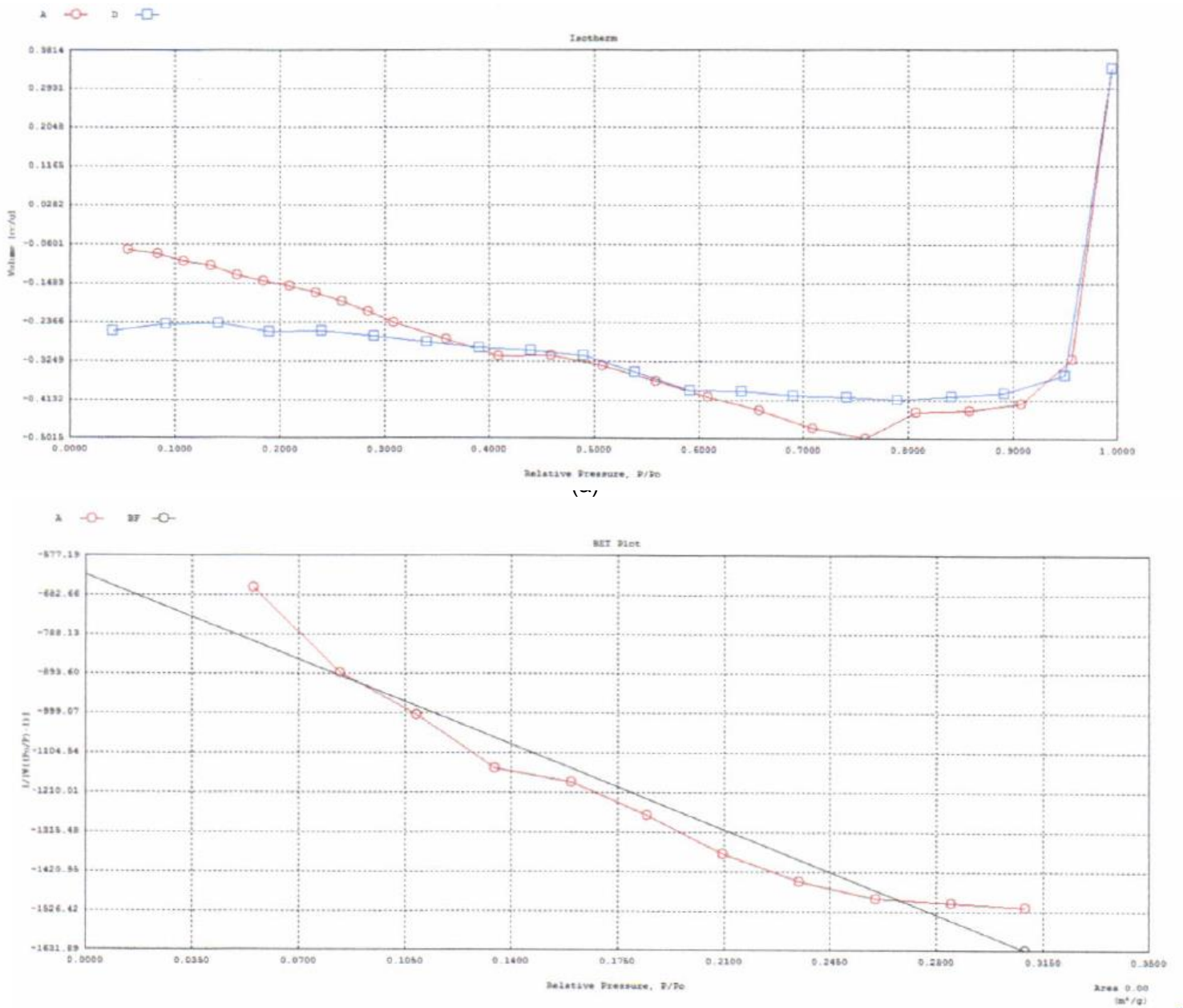
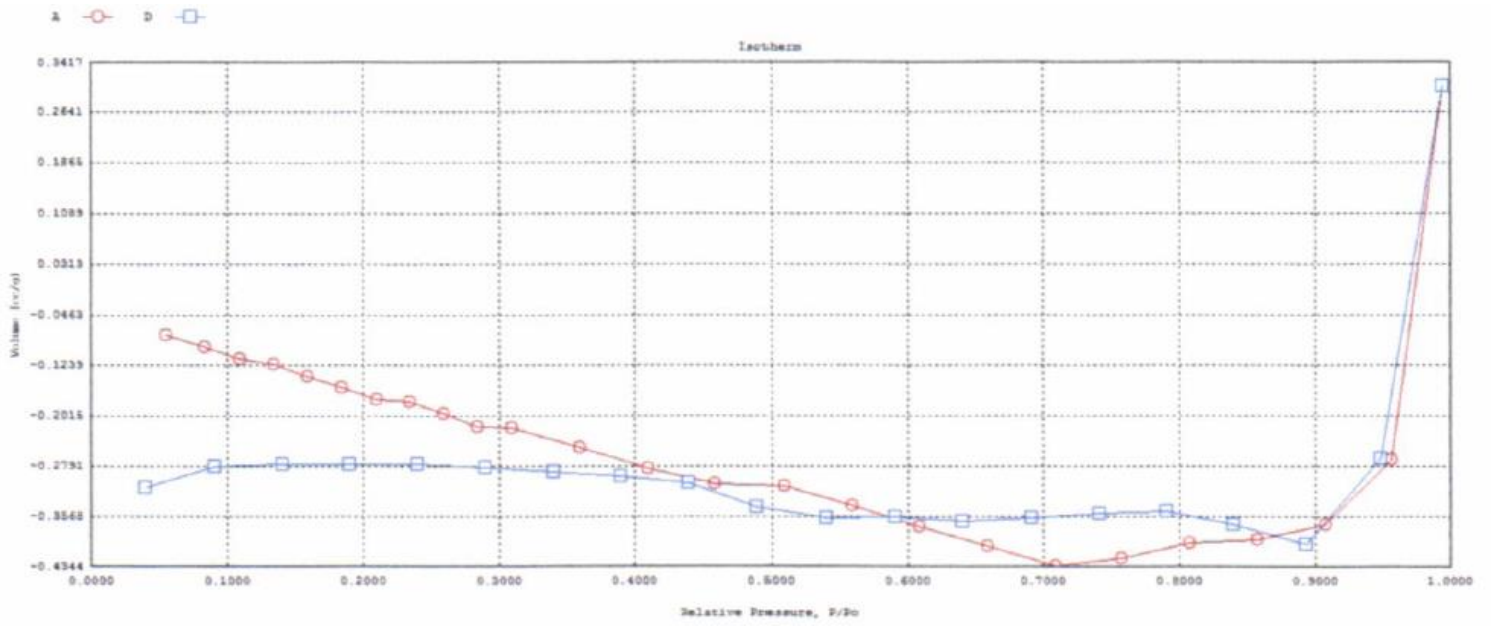
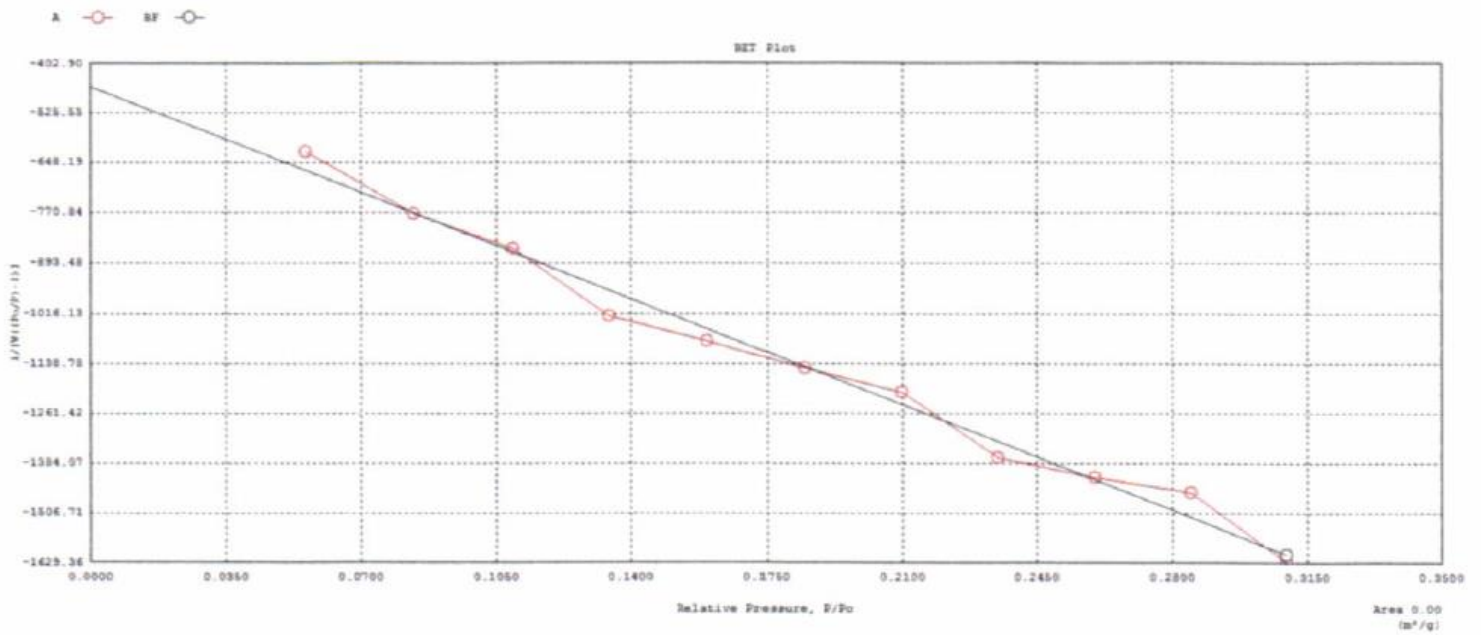


Figura 3. 24 (a) y (b) Isothermas de adsorción y desorción y gráfica BET correspondiente a la muestra Carbón Activado Artesanal 1.5 N

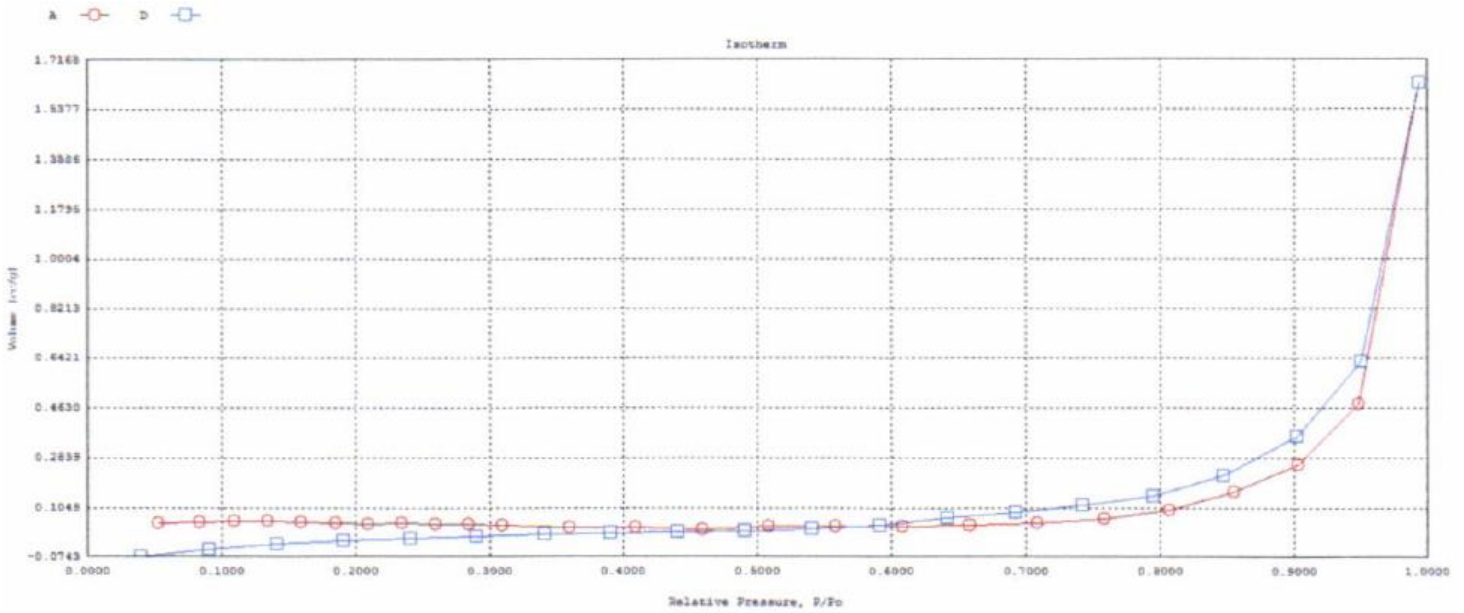


(C)

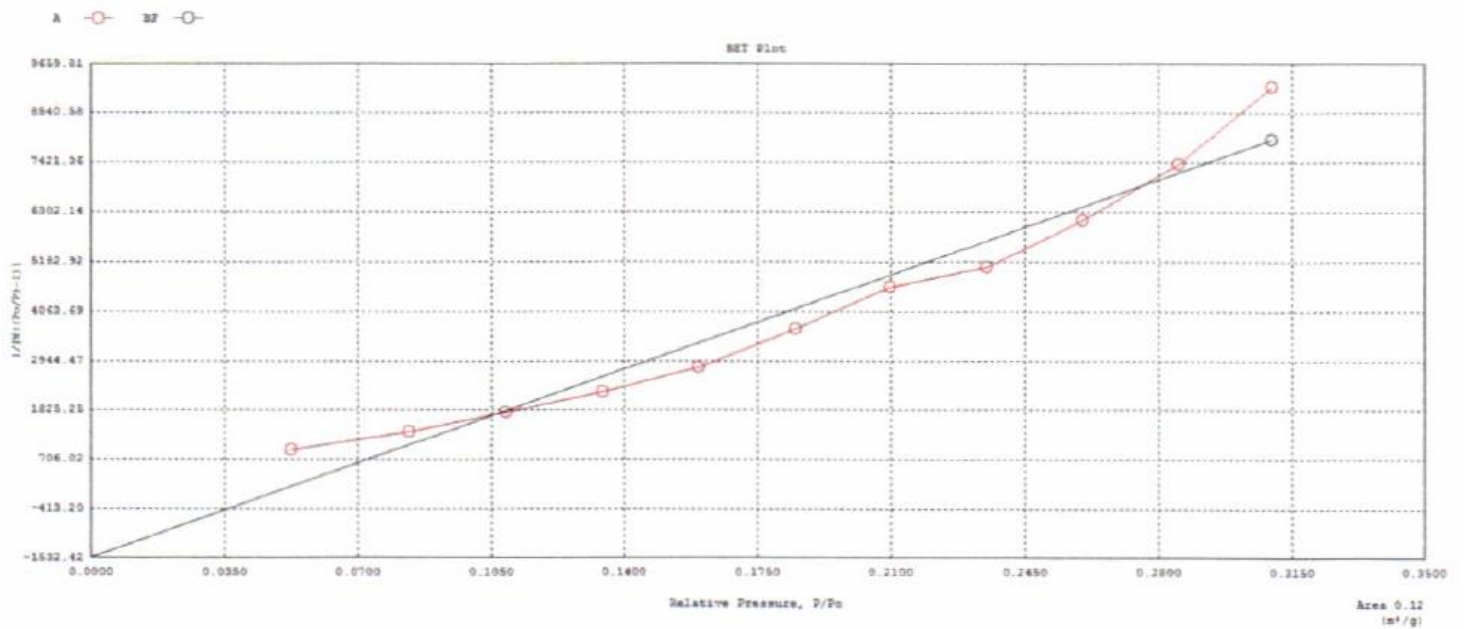


(d)

Figura 3. 25 (c) y (d) Isotermas de adsorción y desorción y gráfica BET correspondiente a la muestra Carbón Activado Artesanal 2 N

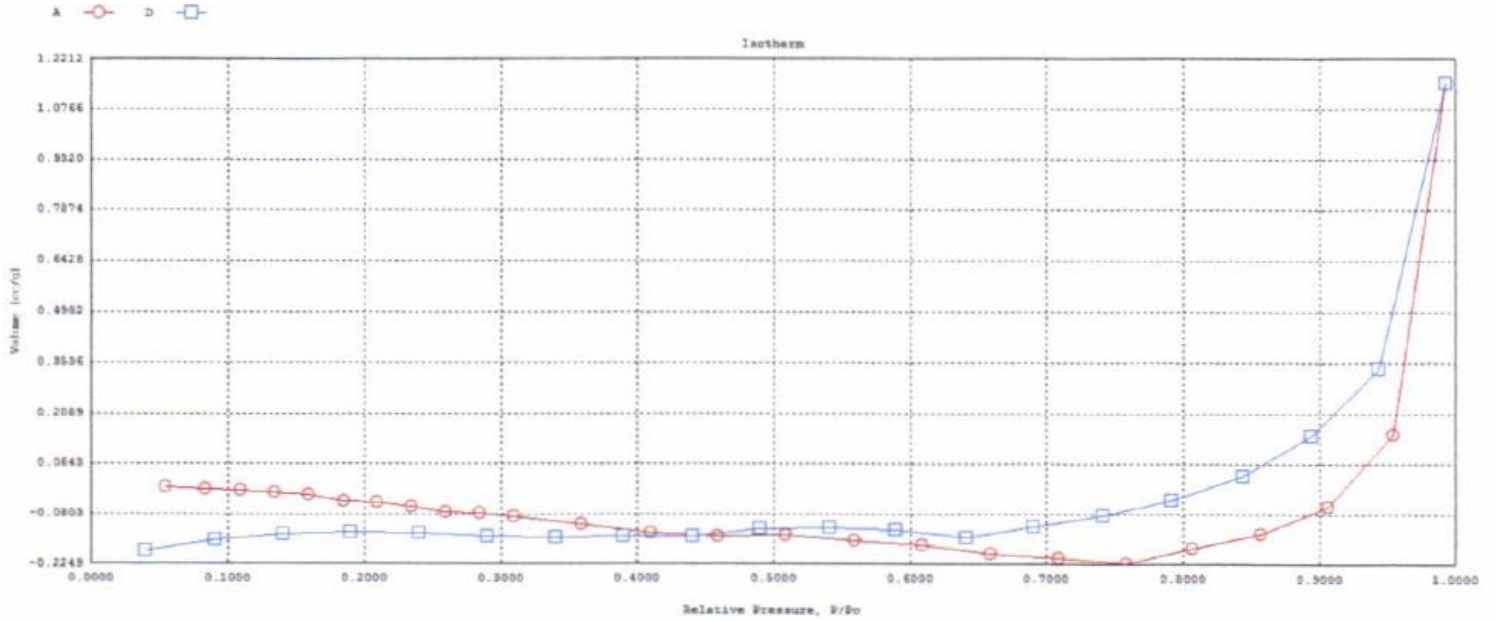


(e)

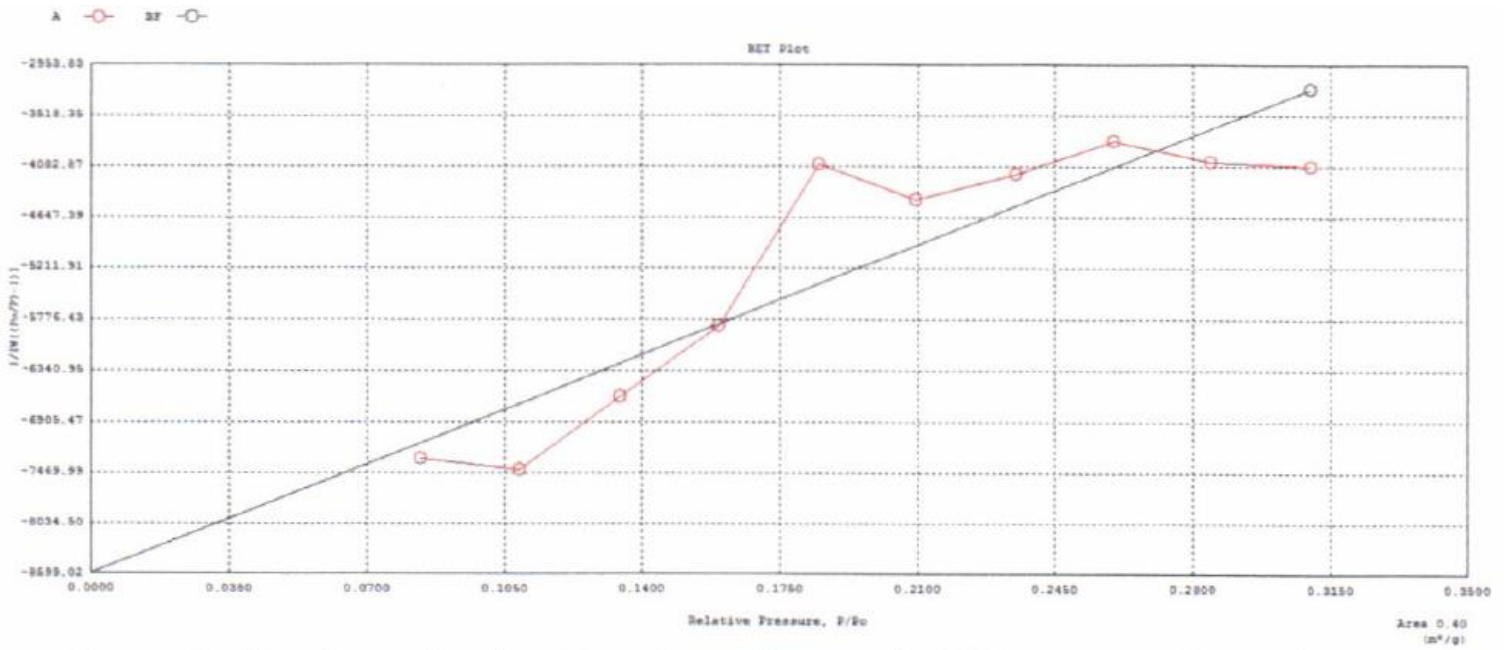


(f)

Figura 3. 26 (e) y (f) Isothermas de adsorción y desorción y gráfica BET correspondiente a la muestra Carbón Activado a 360 °C 1.5 N



(g)



(h)

Figura 3. 27 (g) y (h) Isotermas de adsorción y desorción y gráfica BET correspondiente a la muestra Carbón Activado a 360 °C 2 N

Conclusión

a) Se concluye que la situación actual de la contaminación del agua por metales pesados es cada vez más preocupante en ciudades como Monterrey, donde las actividades en el área metalúrgica y siderúrgica han concluido exposición mayor a metales pesados suspendidos en ecosistemas hídricos, edáficos y atmosféricos.

b) La situación en comunidades de Nuevo León, específicamente San Juan de Dios, y San Antonio de González en el municipio de Galeana, NL, es cada vez más crítica en cuanto a la disponibilidad de agua potable. La población es de escasos recursos, por lo que los estudiantes de Ingeniería Ambiental, preocupados por el entorno y la población que menos tiene, consideran pertinente un estudio sobre las probabilidades de generar carbón activado a partir de biomasa residual con la finalidad de generar un sistema de potabilización de agua a mediano plazo para eliminar posibles contaminantes, entre ellos, metales pesados.

c) Se concluye que la transformación de cáscaras de naranja residuales, provenientes de la agroindustria es una forma adecuada para gestionar estos residuos fuera de norma, los cuales generan en la intemperie descomposición y producción de gases de efecto invernadero.

d) La pirolisis artesanal, fundamentada específicamente en las carboneras tradicionales es un proceso adecuado para las comunidades que menos poder adquisitivo tienen, ya que los filtros para agua son de alto costo debido a los materiales que se usan para llevar a cabo la pirolisis, específicamente los gases oxidantes para el desplazamiento del oxígeno.

e) Se concluye que para llevar a cabo la pirolisis artesanal se utilizaran concentraciones de un agente activante, ácido fosfórico, a concentraciones alta, media y baja. Siendo estas 1.0 N, 1.5 N, 2.0, 3.0 N y 3.5 N, considerando que la que mejor resultados presenta fue la concentración 1.5 N y 2.0 N, ya que morfológicamente presentan estas dos relaciones mejores resultados al observarse gran cantidad de porosidad uniforme.

Bibliografía

- Acosta, M., & Montilla, J. (2011). Evaluación de la contaminación por cadmio y plomo en agua, suelo, y sedimento y análisis de impactos ambientales en la subcuenca del Río Balsillas afluente del Río Bogotá. 23-24.
- Fierro, M. M. (2012). Preparación y Caracterización de carbón activo a partir de lignina. 25-26.
- Garzón, J., & González, L. (2012). Adsorción de Cr (VI) utilizando carbón activado a partir de cáscara de naranja. 36-37.
- Gómez, A., Klose, W., & Rincón, S. (2008). Pirólisis de biomasa. 2.
- Gómez, A., Klose, W., Rincón, S., & Wiest, W. (2004). Transformación termoquímica de la biomasa residual. 388-389.
- Humara, A. A., Yáñez, D. D.-B., Moreno, J. E., & Núñez, A. G. (2016). Cadmio, Ciclo Biogeoquímico y análisis de caso de estudio. 3-5.
- Niño, I., & González, L. (2008). Evaluación de dos clases de carbón activado granular para su aplicación efectiva en la remoción de fenoles en los vertimientos de una empresa de jabones. 26-27.
- Pinzón, M., & Cardona, A. (s.f.). Caracterización de la cáscara de naranja para su uso como material bioadsorbente. *Bistua*, 5.
- Pinzón, M., & Vera, L. (2009). Modelamiento de la cinética de bioadsorción de Cr (III) usando cáscara de naranja.
- Ramírez, A. (2002). Toxicología del cadmio. Conceptos actuales para evaluar exposición ambiental u ocupacional con indicadores biológicos. 51-53.
- Riley, R., & Zachara, J. (1992). Chemical Contaminants on DOE Lands and Seleccion of Contaminant Mixtures for Subsurface Science Research. 2.
- Sabio, M. M., & Reynoso, F. R. (2004). Role of chemical activation in the development of carbon porosity. 15-25.