

**UNIVERSIDAD NACIONAL TECNOLÓGICA DE LIMA SUR**

**FACULTAD DE INGENIERÍA Y GESTIÓN**  
**ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA AMBIENTAL**



**“ELABORACIÓN DE CARBÓN ACTIVADO A PARTIR DE LODOS  
RESIDUALES”**

**TRABAJO DE SUFICIENCIA PROFESIONAL**

Para optar por el Título Profesional de

**INGENIERO AMBIENTAL**

**PRESENTADO POR LA BACHILLER**

**MAYTA CASAS, CONSUELO MILAGROS**

**Villa El Salvador**  
**2017**

## DEDICATORIA

Dedico este trabajo a mis abuelos, por haber sido  
excelentes padres de mis padres y así haberme  
brindado la oportunidad de tener una familia que  
supo guiarme en cada paso de mi vida.

## AGRADECIMIENTOS

A mis padres por ser quienes me impulsan a ser mejor cada día.

A mi Universidad por haberme brindado a través del conocimiento nuevas  
oportunidades.

A mi colega y amiga Flor, por saber estar ahí y ser oídos de todas mis  
inquietudes.

A mi novio quien me apoyó de manera incondicional.

## ÍNDICE

<b>CAPÍTULO I: PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA</b> .....	9
<b>1.1 Descripción de la Realidad Problemática</b> .....	9
<b>1.2 Justificación del Proyecto</b> .....	10
<b>1.3 Delimitación del Proyecto</b> .....	11
<b>1.3.1 Delimitación Espacial</b> .....	11
<b>1.3.2 Delimitación Temporal</b> .....	11
<b>1.3.3 Delimitación Conceptual</b> .....	11
<b>1.4 Formulación del Problema</b> .....	12
<b>1.5 Objetivos</b> .....	12
<b>1.5.1 Objetivo General</b> .....	12
<b>1.5.2 Objetivos Específicos</b> .....	12
<b>CAPÍTULO II: MARCO TEÓRICO</b> .....	13
<b>2.1 Antecedentes de la Investigación</b> .....	13
<b>2.2 Base Teórica</b> .....	17
<b>2.2.1 Antecedentes históricos</b> .....	17
<b>2.2.2 Carbón activado</b> .....	19
<b>2.2.3 Proceso de Activación</b> .....	21
<b>2.2.4 Proceso de Adsorción</b> .....	24
<b>2.2.5 Caracterización Físicoquímica del Carbón Activado</b> .....	25
<b>2.2.6 Análisis de estructura morfológica</b> .....	28
<b>2.2.7 Adsorción y Ley de Lambert Beer</b> .....	29
<b>2.3 Marco Conceptual</b> .....	31
<b>2.3.1 Activación química</b> .....	31
<b>2.3.2 Activación física</b> .....	31
<b>2.3.3 Adsorbato</b> .....	31
<b>2.3.4 Adsorbente</b> .....	31
<b>2.3.5 Adsorbancia</b> .....	31
<b>2.3.6 Adsorción</b> .....	31
<b>2.3.7 Aguas Residuales</b> .....	32
<b>2.3.8 Análisis de Adsorción de N<sub>2</sub></b> .....	32
<b>2.3.9 Análisis de Estructura Morfológica</b> .....	32

2.3.10	<b>Análisis de Humedad, Cenizas y Carbono Orgánico.....</b>	32
2.3.11	<b>Área Superficial.....</b>	33
2.3.12	<b>Carbón activado.....</b>	33
2.3.13	<b>Colorante.....</b>	33
2.3.14	<b>Cristal Violeta .....</b>	33
2.3.15	<b>Espectrofotómetro. ....</b>	34
2.3.16	<b>Isoterma de adsorción.....</b>	34
2.3.17	<b>Ley de Lambert Beer.....</b>	34
2.3.18	<b>Lodos residuales.....</b>	34
2.3.19	<b>Pirólisis. ....</b>	35
2.3.20	<b>Poros .....</b>	35
<b>CAPÍTULO III: DISEÑO DEL PROYECTO DE INGENIERÍA.....</b>		36
3.1	<b>Análisis del Proyecto de Ingeniería .....</b>	36
3.1.1	<b>Tipo de Investigación. ....</b>	36
3.1.2	<b>Limitaciones del Proyecto de Ingeniería. ....</b>	36
3.2	<b>Construcción del Proyecto de Ingeniería .....</b>	37
3.2.1	<b>Caracterización fisicoquímica del material precursor.....</b>	37
3.2.2	<b>Elaboración del carbón activado.....</b>	38
3.2.3	<b>Caracterización fisicoquímica del carbón activado.....</b>	42
3.2.4	<b>Evaluación de eficiencia de remoción de colorante Cristal de Violeta. ....</b>	43
3.3	<b>Revisión y Consolidación de Resultados.....</b>	45
3.3.1	<b>Análisis de Humedad, Cenizas y Carbono Orgánico Total .....</b>	45
3.3.2	<b>Análisis de la estructura morfológica. ....</b>	46
3.3.3	<b>Adsorción de Nitrógeno.....</b>	48
3.3.4	<b>Evaluación de Remoción de Colorante de Violeta. ....</b>	50
<b>CONCLUSIONES .....</b>		51
<b>RECOMENDACIONES .....</b>		53
<b>REFERENCIAS .....</b>		54
<b>ANEXOS.....</b>		59

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Carbón activado de lodo residual a 100x (Chen et al., 2002).....	16
Figura 2. Estructura de partícula de carbón activado (Stoeckli F., 1990).....	20
Figura 3. Diagrama de activación química. E. U. Politécnica – U. de Sevilla (2009).....	23
Figura 4. Adsorción. Egea, Figueroa, Martínez y Vega Di Nezio (2013). ....	25
Figura 5. Clasificación de seis tipos de isothermas, según la IUPAC. ....	26
Figura 6. Partes de Microscopio Electrónico de Barrido (Colegio Americano de San Carlos, 2013) .	29
Figura 7. Estructura Química del cristal violeta $C_{24}H_{28}N_3Cl$ (Cristal Violeta, s.f.).....	34
Figura 8. Flujograma de actividades. ....	37
Figura 9. Flujograma de proceso de elaboración de carbón activado. ....	39
Figura 10. a. Recolección del lodo residual. b. Molienda del lodo residual. ....	40
Figura 11. Impregnación del lodo con $ZnCl_2$ .....	40
Figura 12. a. Secado del carbón activado. b. Filtrado del carbón activado. ....	41
Figura 13. a. Pirólisis del carbon activado. b. Carbón pirolisado. ....	41
Figura 14. a. Lavado con HCl. b. Carbón Activado obtenido. ....	42
Figura 15. Recta de calibrado. ....	44
Figura 16. a. Lodo residual a 105x y 500 $\mu m$ . b. Lodo residual a 1000x y 100 $\mu m$ . ....	47
Figura 17. Carbón activado a 1000x y 100 $\mu m$ .....	47
Figura 18. a. Carbón activado a 5000x y 20 $\mu m$ . b. Carbón activado a 10000x y 10 $\mu m$ . ....	48
Figura 19. Isotherma de Adsorción de $N_2$ . ....	49
Figura 20. Concentraciones de colorante antes y después de la adsorción. ....	50

## LISTA DE TABLAS

Tabla 1: Compuestos orgánicos adsorbidos por carbón activado.....	21
Tabla 2: Concentraciones .....	45
Tabla 3: Análisis de Humedad, Cenizas, Carbono Orgánico Total y Nitrógeno .....	46
Tabla 4: Caracterización textural del CA.....	50
Tabla 5: Eficiencia de remoción de colorante.....	50

## INTRODUCCIÓN

Países como España, Inglaterra, China, Chile, entre otros han venido probando diversas metodologías para reutilizar los lodos residuales generados en las plantas de tratamiento de aguas residuales, dado que estos representan un problema adyacente a la operación de estas.

Dentro de las alternativas de reutilización de los lodos residuales se presenta la elaboración de carbón activado como una alternativa prometedora. El carbón activado es un poderoso adsorbente empleado mundialmente para el tratamiento de las aguas residuales removiendo compuestos principalmente orgánicos y metales pesados, una de las principales desventajas de su uso es su elevado costo.

La posibilidad de producir carbón activado a partir de precursores menos costosos que la cáscara de coco, representaría un avance muy importante en esta industria.

Es así que el presente trabajo busca demostrar que es posible obtener carbón activado a partir de lodos residuales. Para el proceso de elaboración de este se empleará un método de activación química empleando al cloruro de zinc como agente activante.

Se determinará las características fisicoquímicas del carbón activado obtenido como son: el área superficial, la porosidad, la estructura morfológica, y la eficiencia de adsorción de colorantes.

## **CAPÍTULO I: PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA**

### **1.1 Descripción de la Realidad Problemática**

En los últimos años se viene acrecentado la demanda de Plantas de Tratamiento de Aguas Residuales (PTAR) en todo el Perú, debido al desarrollo de la industria, crecimiento de la población y legislaciones entorno a la protección de los recursos hídricos, más exigentes. Las PTAR están concebidas bajo un proceso de tratamiento que pueda brindar agua tratada acorde a los niveles de calidad establecidos para reúso o vertimiento, y de esta manera no afectar el medio ambiente, ni la salud humana. Sin embargo, como en todo proceso hay una generación de residuos, sean del tipo gaseoso, líquido o sólido, por lo que surge otra necesidad, el tratamiento y/o disposición adecuada de estos.

Uno de los principales problemas adyacentes a la operación de una PTAR es el manejo de los lodos residuales generados. Dependiendo de factores como

la peligrosidad, espacio, costos económicos, entre otros.; estos lodos pueden ser dispuestos directamente a través de Empresas Prestadoras de Servicios (EPS) para su almacenamiento seguro, o podrían ser tratados previamente en la misma planta bajo tecnologías de deshidratación; con la finalidad de reducir su volumen y poder abaratar costos en su disposición final. En ambos casos se consideran alternativas en las que estos residuos son vistos como desechos, sin ningún valor comercial y por el contrario generando costos que en muchas ocasiones las empresas no quieren asumir.

## **1.2 Justificación del Proyecto**

La problemática presentada nos demanda una visión diferente entorno al manejo de los lodos generados en el tratamiento de las aguas residuales. Es necesario comenzar a ver a estos residuos como materiales potencialmente reutilizables con un valor comercial escondido, y no como costos.

En la actualidad existen alternativas donde se reutilizan los lodos generados, ya sea como material de relleno de surcos, cárcavas y desniveles en el terreno, y en otros casos como fertilizantes de suelos, debido a su gran cantidad de nutrientes. Aunque estas aplicaciones son válidas, y reducirían costos de disposición y problemáticas mayores en el ambiente, no aseguran la no patogenicidad del material, ya que este no se somete a un proceso más allá de la deshidratación, el cual no puede eliminar los microorganismos presentes en el lodo.

Es esta situación la oportunidad perfecta para el nacimiento de este Proyecto de Ingeniería, que busca poner a prueba un método de tratamiento de activación química y pirolisis que considera al lodo residual como precursor para la obtención de un material totalmente nuevo, carbón activado.

### **1.3 Delimitación del Proyecto**

#### **1.3.1 Delimitación Espacial.**

El Proyecto de Ingeniería se llevó a cabo en las instalaciones del Laboratorio de Suelos y Laboratorio de Química de la Universidad Nacional Tecnológica de Lima Sur. El lodo residual es procedente de la Planta de Tratamiento de Aguas Residuales del Centro de Investigación en Tratamiento de Aguas Residuales y Residuos Peligrosos de la Universidad Nacional de Ingeniería (CITRAR UNI)

#### **1.3.2 Delimitación Temporal.**

Período comprendido entre diciembre del 2016 a febrero del 2017.

#### **1.3.3 Delimitación Conceptual.**

El Proyecto de Ingeniería se centrará en elaborar carbón activado a partir de lodos residuales, mediante la caracterización fisicoquímica y evaluación de eficiencia en la adsorción de colorante. Por limitaciones propias del proyecto no se considerará la evaluación de eficiencia con otros compuestos orgánicos ni la construcción de un sistema de adsorción.

## **1.4 Formulación del Problema**

¿Es la elaboración de carbón activado una alternativa para el aprovechamiento de los lodos residuales generados en una Planta de Tratamiento de Aguas Residuales (PTAR)?

## **1.5 Objetivos**

### **1.5.1 Objetivo General.**

- Elaborar carbón activado a partir de lodos residuales procedentes de una PTAR mediante activación química.

### **1.5.2 Objetivos Específicos.**

- Determinar la calidad del precursor mediante análisis del contenido de la humedad, carbono y cenizas del lodo residual.
- Evaluar la isoterma de adsorción de nitrógeno, área superficial y tamaño de poro para el carbón activado.
- Evaluar la estructura morfológica del carbón activado mediante microscopía electrónica de barrido.
- Determinar la eficiencia de adsorción del carbón activado mediante la remoción de un colorante en el agua.

## **CAPÍTULO II: MARCO TEÓRICO**

### **2.1 Antecedentes de la Investigación**

Un primer trabajo corresponde a Martin, Balaguer y Rigola (1996) quienes realizaron la investigación: "Feasibility of Activated Carbon Production from Biological Sludge by Chemical Activation with ZnCl<sub>2</sub> and H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>".

En este trabajo se activó lodo biológico mediante cloruro de zinc y ácido sulfúrico, se pirolizó a 500°C por una hora. Mediante la adsorción de N<sub>2</sub> se apreció cerca del 50% de área superficial específica de poros con radios menores a 25 Å y el radio del poro promedio de aproximadamente 15 Å lo que denota un rango aceptable para utilizar el carbón en tratamientos terciarios de purificación. Además, se pudo apreciar que el carbón obtenido tenía un área superficial BET de 1100 m<sup>2</sup>/g.

El trabajo mencionado se relaciona con la investigación en curso ya que emplea una metodología de activación química similar y realiza la prueba de adsorción de N<sub>2</sub> obteniendo resultados que servirán de punto de comparación y análisis para los resultados de la presente investigación.

Un segundo trabajo de Moreno, Droppelman y Verdejo (2006) denominado “Evaluación de carbón activado producido a partir de lodo generado en una planta de tratamiento de aguas servidas”.

Este estudio empleo lodo residual impregnado con 2ml de ZnCl<sub>2</sub> por cada gramo y pirolizado a diferentes temperaturas (550, 600, 650°C) y tiempos (30, 45 y 60 minutos), empleado en la prueba de adsorción de cristal violeta (5 mg/l) en presencia de 1 g de carbón a 590 nm de absorbancia; presentó su máxima eficiencia de adsorción para el lodo pirolizado a 650°C por 45 minutos, sin embargo, no resulta estadísticamente significativo el efecto del tiempo de pirolisis. En las condiciones de trabajo se logra un rendimiento máximo en masa de carbón activado del 66% y un mínimo del 42% con relación al lodo seco. Cabe señalar que el carbón obtenido presenta gran fragilidad, lo que no permitiría, al menos directamente, su uso en columnas de adsorción.

Este trabajo es relevante para el estudio porque además de presentar similitudes en la metodología de activación emplea el mismo tipo de compuesto orgánico (cristal violeta) y establece las condiciones de operación más óptimas para la prueba de adsorción de contaminantes.

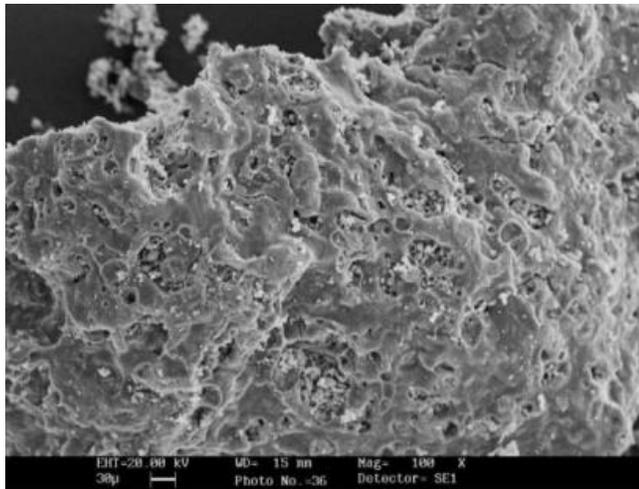
Un tercer estudio de Xiaoning, Nanwen y Bingkui (2007) se denominó: “Preparation of sludge-based activated carbon and its application in dye wastewater treatment”.

En este trabajo se logró adsorber 99.7% de colorante sintético en solución con una concentración inicial de 300 mg/l, empleando 20 g/l de carbón activado procedente de lodo residual. El lodo residual fue activado con KOH a 3M y luego pirolizado a 600°C. Acorde a la prueba de adsorción de nitrógeno el área superficial del adsorbente fue de 382 m<sup>2</sup>/g, y se dedujo que fue debido a la poca microporosidad presente la cual es atribuida como una de las principales características del carbón activado. Mediante la Microscopia Electrónica de Barrido se observó que la estructura del lodo residual es muy densa y casi no se presencian los microporos. Después del proceso de activación la estructura se modifica en cuanto a densidad y se ve la aparición de poros de diferentes tamaños y formas.

El estudio mencionado es de pertinencia con el trabajo en curso debido a que el uso de un agente activante distinto (KOH) al que se empleará en este trabajo (ZnCl<sub>2</sub>) permitirá establecer un punto de contraste para las eficiencias de remoción, área superficial y morfología obtenidas.

El cuarto trabajo perteneciente a Chen, Jeyaseelan y Graham (2002) que lleva por nombre: “Physical and chemical properties study of the activated carbon made from sewage sludge”.

Elaboraron carbón activado a partir de lodos anaerobios residuales digeridos que fue activado con  $ZnCl_2$  a 5M y después pirolizado a  $500^{\circ}C$  por 2 horas en atmósfera de nitrógeno. Se encontró que el carbón activado tenía una superficie de área BET, constituida en su mayoría de mesoporos y macroporos. El diámetro promedio de tamaño de poro fue de  $33.8 \text{ \AA}$  indicador de su característica mesoporosa. Los microporos fueron predominante distribuidos alrededor de  $5.5 \text{ \AA}$ . Las técnicas de Microscopía Electrónica de Barrido observaron que la superficie física morfológica del carbon activado muestra diferentes tamaños y formas de poro a un aumento de 100x y 1000x.



*Figura 1. Carbón activado de lodo residual a 100x (Chen et al., 2002)*

Este trabajo se relaciona con la investigación en curso dado que establece un punto de referencia en cuanto el diámetro de poro y brinda una aproximación del aumento a emplear para observar la morfología del carbón activado a elaborar.

El quinto trabajo de autoría de Boalem, Debab, Martínez de Yuso e Izquierdo (2014) de nombre: “Activated carbons obtained from sewage sludge by chemical activation: Gas-phase environmental applications”.

Emplearon un precursor que presentaba un 50% de cenizas y un 25% de contenido de carbono. El máximo valor de área superficial BET obtenido mediante adsorción de N<sub>2</sub> para el lodo residual activado con ácido fosfórico (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> al 85%) y pirolizado en atmosfera de nitrógeno a 600°C, fue de 296 m<sup>2</sup>/g. Además, se obtuvo carbón activado principalmente mesoporoso sin embargo también se observó adsorción de N<sub>2</sub> a muy bajas presiones relativas lo cual corresponde a la presencia de microporosidades.

La investigación en curso tomará de referencia los resultados obtenidos del análisis de contenido de cenizas y carbono para compararlos con los del precursor a utilizar, así como también se considerará como dato importante el valor del área superficial obtenido mediante la activación con ácido fosfórico.

## **2.2 Base Teórica**

En este punto del proyecto se interrelacionarán los principales conceptos tomados en cuenta como sustento base de la elaboración de carbón activado a partir de lodos residuales procedentes de una PTAR.

### **2.2.1 Antecedentes históricos.**

Acorde a Menéndez (2012) uno de los primeros usos de carbón activado en el tratamiento de agua se conoce aproximadamente desde 450 años a.C.

época en que los barcos fenicios almacenaban agua para beber en barriles con la madera parcialmente carbonizada por su cara interna con la finalidad de prolongar la calidad del suministro de agua en los viajes transoceánicos.

A través del paso del tiempo se fueron realizando diversas investigaciones con la finalidad de desarrollar carbón activado de otras materias primas, siendo el siglo XIX donde se emplearon diversidad de materiales incluyendo sangre y huesos. Hunter (1865) reportó la elaboración de CA a partir de la cáscara de coco, el cual es empleado comercialmente alrededor de todo el mundo para el tratamiento de aguas, siendo el adsorbente por excelencia.

Los carbones activados suelen ser derivados de productos naturales como cáscara de coco, madera y carbón; sin embargo, Rodríguez - Reinoso (1997) manifestó que cualquier tipo de material carbonáceo podría ser precursor para la preparación de carbón activado. Rengaraj, Moon, Sivabalan, Arabindoo y Murugesan (2002) manifiestan que dada la variedad de precursores disponibles surge la necesidad de realizar una prueba de cinética de adsorción con el fin buscar aquel que posea las características técnicas adecuadas para elaborar el adsorbente y que a su vez sea viablemente económico

Calvo, Otero, Morán y García (2001) mencionan que los lodos poseen un rico contenido en carbono y que su utilización significaría la valorización del residuo.

Satoh, Iwamoto, Mino y Matsuo (1998); Jeyaseelan y Lu (1996); Bornhardt, Drewes y Jekel (1997) manifestaron que la utilización de lodos residuales para la producción de nuevos materiales como lo es el carbón activado para la adsorción de contaminantes, es una alternativa promisoría en el manejo y gestión de estos residuos.

Existen muchas investigaciones científicas que han sido orientadas a demostrar la factibilidad de elaborar carbón activado a partir de lodos residuales. Teniendo en cuenta los resultados obtenidos a través de esos estudios se vislumbra claramente que el carbón activado elaborado presentaba una alta capacidad de adsorción relacionada a su estructura porosa (Calvo et al., 2001; Chiang y You, 1987; Graham, Chen, Jayaseelan, 2001; Jeyaseelan y Lu, 1996; Martín et al., 1996).

### **2.2.2 Carbón activado.**

El carbón activado posee una estructura cristalina reticular, es extremadamente poroso y logra desarrollar áreas superficiales de 500 a 1500 m<sup>2</sup>/g. El área de superficie del carbón dependerá del proceso de activación y del tipo de materia prima empleada. Es importante mencionar que el área superficial del carbón activado es interna (Escuela Universitaria Politécnica - Universidad de Sevilla, 2009).

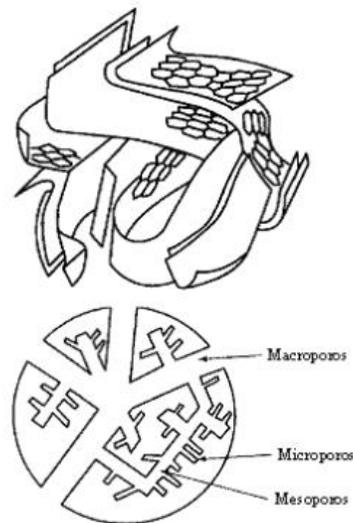
El área superficial dependerá además de la proporción y tamaño de poros internos que tenga el CA. La distribución del tamaño del poro depende fundamentalmente de tres factores: el origen de la materia prima, el tipo de

activación, y la duración del proceso de activación (E. U. Politécnica – U. de Sevilla, 2009).

La determinación de la distribución de los tamaños de los poros es una forma extremadamente útil de conocer el comportamiento del material. La IUPAC define la distribución de radios porales de la siguiente forma:

- Microporos  $r < 2$  nm
- Mesoporos  $r \approx 2-50$  nm
- Macroporos  $r > 50$  nm

Los macroporos son la vía de entrada al carbón activado, los mesoporos realizan el transporte, y los microporos la adsorción.



*Figura 2.* Estructura de partícula de carbón activado (Stoeckli F., 1990).

Los microporos tienen un tamaño ideal para retener moléculas pequeñas como los olores, sabores y muchos solventes. Los macroporos atrapan

moléculas grandes, como los colores intensos o las sustancias húmicas, ácidos húmicos y fúlvicos que son generados cuando la materia orgánica se descompone y los mesoporos son adecuados para moléculas de tamaño intermedio entre las anteriores (Grosso, 1997).

*Tabla 1*

*Compuestos orgánicos adsorbidos por carbón activado*

<b>Clase química orgánica</b>	<b>Ejemplos</b>
C. Aromáticos	Benceno, Tolueno, Etilbenceno
C. Aromáticos polinucleares	Naftaleno, Antracenos
C. Aromáticos clorados	Clorobenceno, Bifenil policlorado
Fenoles	Fenol, Cresol, Clorofenol, Nitrofenol
Hidrocarburos	Gasolina, kerosene
C. Alifáticos clorados	Tricloroetileno, Tetracloruro de carbono
C. Alifáticos y ácidos aromáticos	Ácidos de Alquitrán, Ácidos Benzoicos
Cetonas, esteres, éteres y alcoholes	Hidroquinonas
Surfactantes	Sulfatos de alquilbenceno
Colorantes orgánicos solubles	Azul de metileno, Cristal de violeta

Fuente: adaptado de Inglezakis y Pouloupoulos (2006).

### **2.2.3 Proceso de Activación.**

Acorde a Grosso (1997) la activación del carbón es la generación de partículas altamente porosas con una enorme superficie de contacto en el interior de los gránulos de carbón que le otorgan un alto poder de adsorción.

Existen dos métodos de activación del carbón, activación física y activación química:

- Activación física

El proceso se inicia con la carbonización del carbón, el cual debe realizarse a temperaturas bajas, para evitar la grafitación. Si se parte de carbón activado no se requiere carbonización. El carbón resultante se somete a temperaturas de 1000°C, en una atmosfera inerte o reductora, casi siempre saturada con vapor de agua (Grosso, 1997).

- Activación química

En los procesos de activación química, el carbón activado es generado por reacciones de deshidratación química. En este proceso el material a base de carbón se impregna con un agente químico, principalmente ácido fosfórico, cloruro de zinc, o carbonato de potasio, sobre la materia sin carbonización previa (Marcilla, 1982).

Todos los agentes activantes son deshidratantes que influyen en la descomposición pirolítica e inhiben la formación de alquitrán. Posteriormente, es carbonizado a una temperatura entre 500 y 700 °C. En la activación química, tanto la carbonización, como la activación tienen lugar simultáneamente a una temperatura más baja y un tiempo más corto que en la activación física (Hirunpraditkoon et al., 2011)

Se considera que los métodos de activación química dan siempre óptimos resultados en lo que se refiere a porosidad y superficie libre de activación.

La activación química empleando Cloruro de Zinc es considerada la técnica más empleada a escala industrial, en Europa y Japón, y se trabaja bajo las siguientes condiciones: Relación materia seca:cloruro de zinc 1% (1kg:4L), tiempo de impregnación mínimo de 24 horas, temperatura de tratamiento entre 600 a 700°C y tiempo de tratamiento de 60 a 90 min.

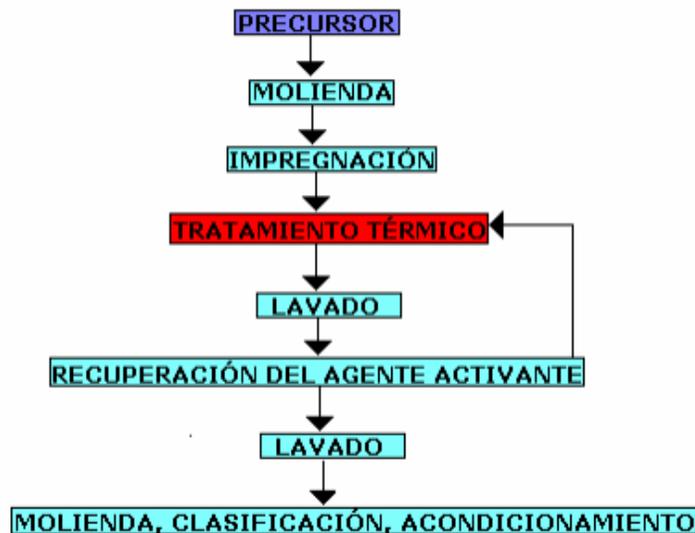


Figura 3. Diagrama de activación química. E. U. Politécnica – U. de Sevilla (2009)

Tras el proceso de activación, el carbón se puede separar o dividir en diferentes tamaños con diferentes capacidades de adsorción. Los dos tipos de clasificación son: carbón activado en polvo y granular.

- Carbón activado granular

Es un material empleado para el tratamiento de aguas, se suele emplear una columna como medio de contacto del agua residual con el carbón activado granular (E. U. Politécnica – U. de Sevilla, 2009).

- Carbón activado en polvo

Este tipo de carbón se emplea en el tratamiento de aguas residuales y se puede añadir al efluente de procesos de tratamiento biológicos, directamente en las unidades de tratamiento o formando parte de los procesos fisicoquímicos (E. U. Politécnica – U. de Sevilla, 2009).

Las aplicaciones de tratamiento más comunes del carbón activado son (Grosso, 1997):

- Agua residual con colores intensos, aceites, grasas y otros compuestos de elevado peso molecular.
- Potabilización de agua superficial con alto contenido de materia orgánica natural.
- Agua residual cuyos contaminantes sean muy diversos, como las de procedencia municipal.
- Potabilización de agua de pozo
- Eliminación del olor, sabor y compuestos volátiles en agua superficial.
- Agua residual contaminada con solventes volátiles.
- Decloración.

#### **2.2.4 Proceso de Adsorción.**

En el proceso de adsorción las moléculas del fluido entran en contacto con las partículas de carbón y se difunden a través del sistema de redes porosas e interactúan con las moléculas del carbón a nivel de superficie. Este tipo de adsorción es considerada del tipo físico, es decir se desarrollan

fuerzas del tipo de Van der Waals que se caracterizan por un tipo de interacción de débil fuerza molecular. Existe también la adsorción química que posee energías de adsorción muy elevadas, lo que da lugar a enlaces químicos fuertes entre el adsorbato y el adsorbente (E. U. Politécnica – U. de Sevilla, 2009).

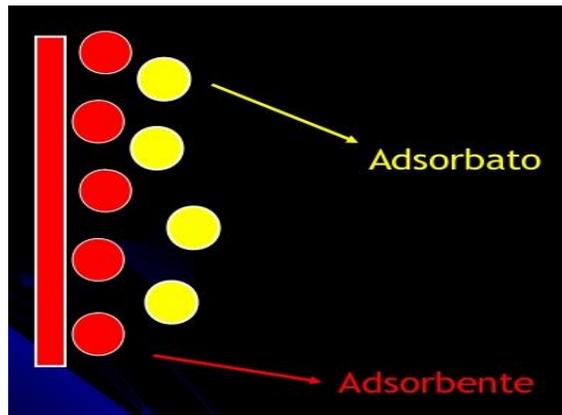


Figura 4. Adsorción. Egea, Figueroa, Martinez y Vega Di Nezio (2013).

## 2.2.5 Caracterización Físicoquímica del Carbón Activado.

### a. Análisis de área superficial

Para el análisis del área superficial, se emplea la adsorción física de gases BET que determina el volumen de gas absorbido en la superficie de la muestra (Lowell y Shields, 1991).

El gas nitrógeno es usado como principal adsorbato para caracterizar carbones porosos. No hay razón fundamental para explicar por qué debe ser usado, tal vez sea porque es económicamente accesible, de fácil transporte y posee una elevada pureza > 99.99% (Marsh y Rodriguez, 2003).

El método BET o Teoría de adsorción multimolecular describe la adsorción física de las moléculas de un gas en una superficie sólida y sirve como la base para una técnica analítica importante para medir la superficie específica de un material. El resultado de estos análisis es la 'isoterma de adsorción-desorción', que consiste en una serie de datos que relacionan el volumen de gas retenido por la superficie del sólido a caracterizar en función de las condiciones de presión. El método de BET fue desarrollado por Stephen Brunauer, Paul Hugh Emmett, y Edward Teller - BET Brunauer, y Emmett, Teller.

- Interpretación cualitativa de la isoterma

Una inspección visual a las formas de las isotermas proporciona información acerca de la extensión de la adsorción y de la red de poros desarrollados en el proceso de adsorción. Según la clasificación de la IUPAC, existen seis tipos de Isotermas de adsorción:

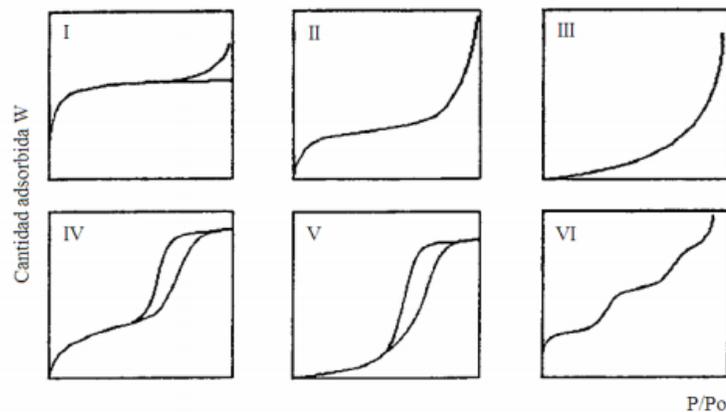


Figura 5. Clasificación de seis tipos de isotermas, según la IUPAC.

Tipo I: se caracteriza porque la adsorción se produce a presiones relativas baja. Característica de los sólidos microporosos.

Tipo II: es característica de sólidos macroporosos o no porosos, tales como negros de carbón.

Tipo III: ocurre cuando la interacción adsorbato-adsorbente es baja.

Tipo IV: es característica de sólidos mesoporosos. Presenta un incremento de la cantidad adsorbida importante a presiones relativas intermedias, y ocurre mediante un mecanismo de llenado en multicapas.

Tipo V: al igual que la isoterma tipo III, es característica de interacciones adsorbato-adsorbente débiles, pero se diferencia de la anterior en que el tramo final no es asintótico.

Tipo VI: es poco frecuente. Este tipo de adsorción en escalones ocurre sólo para sólidos con una superficie no porosa muy uniforme.

La isoterma de adsorción de una u otra forma necesita ser interpretada cualitativamente para permitir la comparación entre carbones. Sin embargo, hay una necesidad de conocer cuanta porosidad hay en un carbón dado junto con la "calidad" de porosidad. Si es posible la información de la isoterma debe procesarse con la finalidad de obtener un único número. Si es o no un número significativo ha ocupado la mente de los científicos por décadas. Sin embargo, es el área superficial basada en la adsorción de  $N_2$  el número apropiado (Marsh y Rodriguez, 2003).

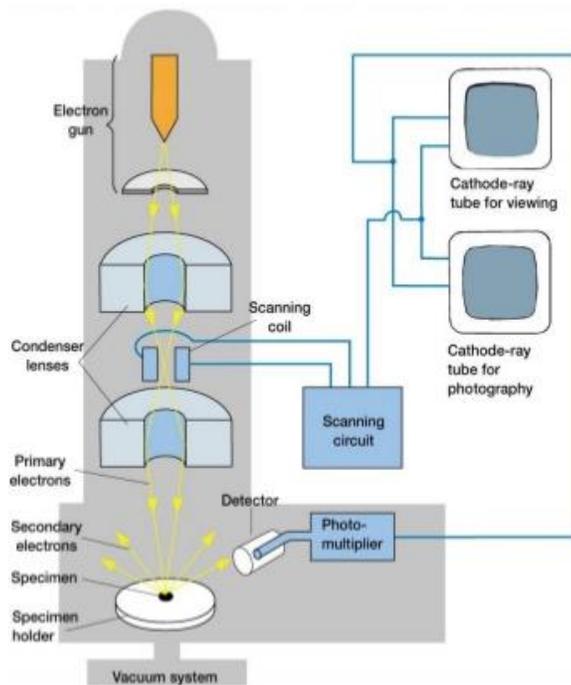
### ***Interpretación cuantitativa de la isoterma***

Es el área superficial el número requerido para caracterizar de manera cuantitativa la isoterma. Existe además otro importante parámetro a tomar en cuenta, la porosidad. Es mediante tres ecuaciones de isoterma que logran interpretar el proceso de adsorción, ecuación de Langmuir, ecuación BET y ecuación Dr., para verlas a detalle puede revisarse el libro "Activated Carbon", de Harry Marsh.

#### **2.2.6 Análisis de estructura morfológica.**

La Microscopia Electrónica de Barrido (MEB) es una técnica empleada para examinar la estructura morfológica de sólidos porosos. Se emplean pequeños fragmentos de carbón de cerca 1 mm que son montados en pequeños stubs y se recubren con oro en caso la muestra no fuera conductora con la finalidad de obtener un máximo contraste en la fotografía.

La MEB es muy útil para apreciar la morfología e incluso apreciar la porosidad, sin embargo, no ofrece una medida exacta (Marsh y Rodriguez, 2003).



*Figura 6. Partes de Microscopio Electrónico de Barrido (Colegio Americano de San Carlos, 2013)*

### **2.2.7 Adsorción y Ley de Lambert Beer**

El carbón activado posee la virtud de adherir o retener superficialmente uno o más componentes que se encuentran disueltos en el líquido en contacto con él. Este fenómeno se conoce como poder adsorbente. La adsorción es responsable de purificar, deodorizar y decolorar el agua u otros líquidos o gases que entran en contacto con el elemento adsorbente (Mattson y Mark, 1971)

Es mediante los métodos espectroscópicos que se puede obtener la concentración antes y después de un proceso de adsorción.

Los métodos espectroscópicos atómicos se basan en la interacción entre la radiación electromagnética y la materia (fenómenos de absorción, emisión y fluorescencia por parte de átomos o iones). La espectroscopía de emisión atómica (E.E.A.), es un método instrumental de análisis químico, que se fundamenta en el estudio de la radiación emitida por átomos en todas las regiones del espectro. Cuando estos absorben energía, se excitan y en dicho estado permanecen un tiempo muy corto, luego el átomo o molécula vuelve a su estado fundamental o no excitado emitiendo el sobrante de energía en forma de luz o cuantos luminosos (Pombo, 1984)

La ley de Lambert Beer (1852) es una relación empírica que relaciona la absorción de luz con las propiedades del material atravesado. La absorbancia de una muestra a determinada longitud de onda depende de la cantidad de especie absorbente con la que se encuentra la luz al pasar por la muestra.

$$A = \epsilon \times l \times C$$

Donde:

A = Absorbancia

$\epsilon$  = Coeficiente molar de extinción

l = Recorrido (en cm)

c = Concentración molar

## **2.3 Marco Conceptual**

### **2.3.1 Activación química.**

Involucra el uso de agentes químicos, como el ácido fosfórico. (Marsh y Rodriguez, 2003).

### **2.3.2 Activación física.**

Es una gasificación selectiva de átomos de carbono, activación térmica. (Marsh y Rodriguez, 2003).

### **2.3.3 Adsorbato.**

Sustancia que es adsorbida en la superficie de un material.

### **2.3.4 Adsorbente.**

Material en el cual una sustancia es adsorbida en su superficie.

### **2.3.5 Adsorbancia.**

Medida que refleja cómo se atenúa la radiación cuando atraviesa un elemento.

### **2.3.6 Adsorción.**

El proceso de adsorción consiste en la captación de sustancias solubles presentes en la interfase de una solución. Esta interfase puede hallarse entre un líquido y un gas, un sólido, o entre dos líquidos diferentes (Metcalf & Eddy, 1995).

### **2.3.7 Aguas Residuales.**

Son las contaminadas por la dispersión de desechos humanos, procedentes de los usos domésticos, comerciales o industriales. Llevan disueltas materias coloidales y sólidas en suspensión (Barla, s.f.).

### **2.3.8 Análisis de Adsorción de N<sub>2</sub>.**

Es la determinación de la superficie específica con el método clásico BET. Se requiere de un equipo capaz de medir volumétricamente la cantidad de moléculas de este gas que son adsorbidas por el sólido en análisis (Gregg y Sing, 1991).

### **2.3.9 Análisis de Estructura Morfológica.**

A través del Microscopio Electrónico del tipo de Barrido se observa directamente todo tipo de superficies, se puede extender el rango de resolución de las imágenes hasta la escala nanométrica. Una micrografía electrónica de barrido alcanza a resolver detalles de unos 4 nanómetros (nm) con del orden de los 100.000 aumentos (Miguel Ipohorski, 2011).

### **2.3.10 Análisis de Humedad, Cenizas y Carbono Orgánico.**

Determinación del contenido porcentual en peso de humedad higroscópica, cenizas y carbono orgánico (Diccionario Real Academia de Ingeniería, s.f.).

### **2.3.11 Área Superficial.**

El área superficial es una propiedad de los sólidos y es definida como el área superficial dividida entre la masa o volumen del sólido (Unión Internacional de Química Pura y Aplicada, 1997)

### **2.3.12 Carbón activado.**

El carbón activado es carbón poroso que atrapa compuestos, principalmente orgánicos, presentes en un gas o en un líquido. Es el purificante más utilizado por el ser humano (Carbotecnia, 2014).

### **2.3.13 Colorante.**

Los colorantes, también conocidos como anilinas, son sustancias con color, las cuales presentan la característica de ser solubles en agua o disolventes orgánicos y tener grupos reactivos capaces de fijarse a los diversos sustratos, a los cuales se unen de una cierta forma química, comunicándoles color.

### **2.3.14 Cristal Violeta**

El violeta de metilo, comúnmente denominado cristal violeta o violeta de genciana, es el nombre dado a un grupo de compuestos químicos empleados como indicadores de pH y colorantes. El principal uso del violeta de metilo es el de tintura textil y tinta de impresión (Cristal Violeta, s.f.).

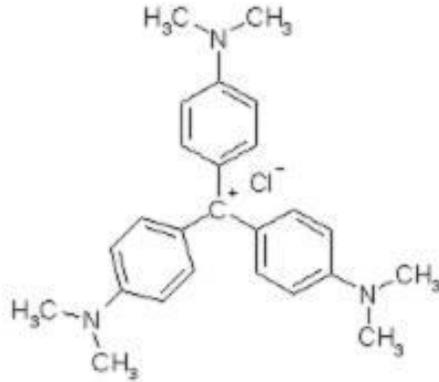


Figura 7. Estructura Química del cristal violeta  $C_{24}H_{28}N_3Cl$  (Cristal Violeta, s.f.)

### 2.3.15 Espectrofotómetro.

Aparato que mide la intensidad de luz en una parte del espectro, especialmente como transmitida o emitida por sustancias particuladas.

### 2.3.16 Isotherma de adsorción.

Ecuación que describe la cantidad de sustancia adsorbida en una superficie dependiendo de la presión.

### 2.3.17 Ley de Lambert Beer.

Es una relación empírica que relaciona la absorción de luz con las propiedades del material atravesado. La absorbancia de una muestra a determinada longitud de onda depende de la cantidad de especie absorbente con la que se encuentra la luz al pasar por la muestra.

### 2.3.18 Lodos residuales.

El lodo producido en las operaciones y procesos de tratamiento de las aguas residuales suele ser un líquido o líquido semisólido con un contenido

en sólidos, dependiendo de las operaciones y procesos de tratamiento, variable entre 0.25 y el 12 por 100 en peso (Metcalf & Eddy, 1995).

### **2.3.19 Pirólisis.**

Proceso de descomposición química que ocurre como resultado de una elevada temperatura.

### **2.3.20 Poro.**

Intersticio que hay entre las partículas de los sólidos de estructura discontinua.

## **CAPÍTULO III: DISEÑO DEL PROYECTO DE INGENIERÍA**

### **3.1 Análisis del Proyecto de Ingeniería**

#### **3.1.1 Tipo de Investigación.**

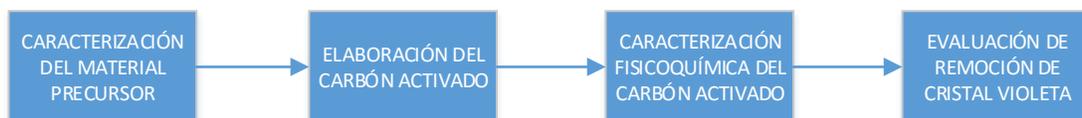
El presente proyecto de ingeniería es una Investigación Aplicada del tipo exploratorio o estudio del tipo aproximativo.

#### **3.1.2 Limitaciones del Proyecto de Ingeniería.**

- Limitaciones de recursos: para el desarrollo del proceso de activación se tuvieron limitantes en cuanto a insumos químicos, principalmente el ácido clorhídrico concentrado, dado que es un producto fiscalizado. Además de limitaciones con respecto a equipamiento y materiales de laboratorio.
- Limitaciones de información: no se encontró antecedentes nacionales relacionados a la elaboración de carbón activado de lodos residuales.

### 3.2 Construcción del Proyecto de Ingeniería

El desarrollo del Proyecto de Ingeniería se realizó de acuerdo a las siguientes actividades:



*Figura 8. Flujograma de actividades.*

#### 3.2.1 Caracterización fisicoquímica del material precursor.

El lodo usado para el presente estudio proviene del lecho de secado de un reactor anaerobio con manto de lodos de flujo ascendente UASB. En este lecho de secado el lodo recibe un tratamiento de deshidratación por percolación y evaporación.

##### ***a. Análisis de Humedad, Cenizas y Carbono Orgánico Total.***

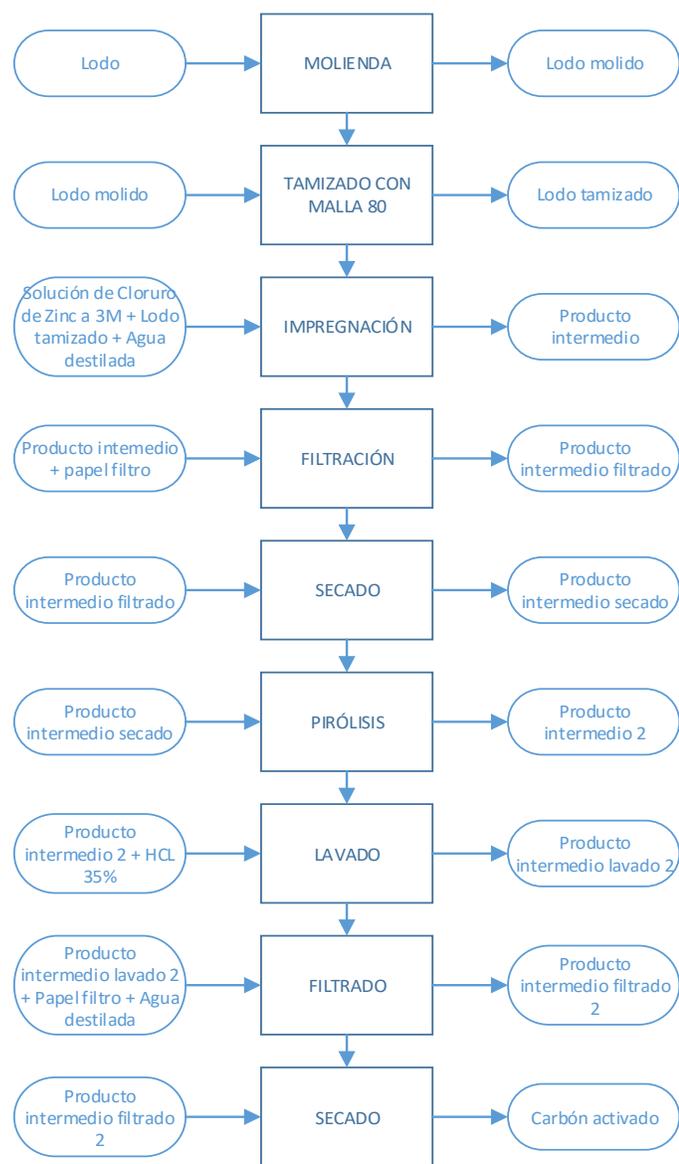
Se llevó a cabo el Análisis de Humedad, Cenizas y Carbono Orgánico Total del precursor (lodo residual) en el Laboratorio de Servicios de Análisis Químico en la Universidad Nacional Agraria la Molina, con la finalidad principal de obtener el porcentaje de carbón presente en la muestra y evaluar la idoneidad del material para elaborar carbón activado.

***b. Microscopia Electrónica de Barrido.***

El análisis morfológico se realizó empleando una muestra de aproximadamente 1 gr. de lodo residual en un microscopio electrónico de barrido CSEM – FEG INSPECT F50, ubicado en el Laboratorio de Equipamiento Especializado de la Universidad Nacional Mayor San Marcos.

**3.2.2 Elaboración del carbón activado.**

El diseño de la metodología de elaboración de carbón activado se basó en el procedimiento de activación química del Manual de Carbón Activado.



*Figura 9. Flujograma de proceso de elaboración de carbón activado.*

Se recolectó 100 g de lodo deshidratado proveniente del lecho de secado, éste fue llevado a molienda en un mortero de porcelana y luego se tamizó usando una malla 80.



*Figura 10. a. Recolección del lodo residual. b. Molienda del lodo residual.*

Una vez que se tuvo un tamaño uniforme se pasó a la activación empleando por cada gramo de lodo 2 mL de 3M de  $ZnCl_2$ ; se dejó en impregnación durante 24 horas.



*Figura 11. Impregnación del lodo con  $ZnCl_2$*

Posteriormente se realizó una filtración y se llevó a la estufa para secar el exceso de líquido, luego el lodo ya seco se llevó a pirolisis en la mufla a 550°C y por 30 minutos.



*Figura 12. a. Secado del carbón activado. b. Filtrado del carbón activado.*



*Figura 13. a. Pirólisis del carbon activado. b. Carbón pirolisado.*

Después de la pirólisis, se lavó la muestra obtenida con 100 mL de HCl (35% concentración) y se llevó al agitador durante 6 horas, se filtró y lavó con agua destilada. Se secó la muestra a 105°C por 2 horas y se mantuvo en desecador, hasta las próximas pruebas establecidas.



*Figura 14. a. Lavado con HCl. b. Carbón Activado obtenido.*

### **3.2.3 Caracterización fisicoquímica del carbón activado.**

#### ***a. Microscopia Electrónica de Barrido.***

El análisis morfológico se realizó empleando una muestra de aproximadamente 1 gr. carbón activado en un microscopio electrónico de barrido CSEM – FEG INSPECT F50, ubicado en el Laboratorio de Equipamiento Especializado de la Universidad Nacional Mayor San Marcos.

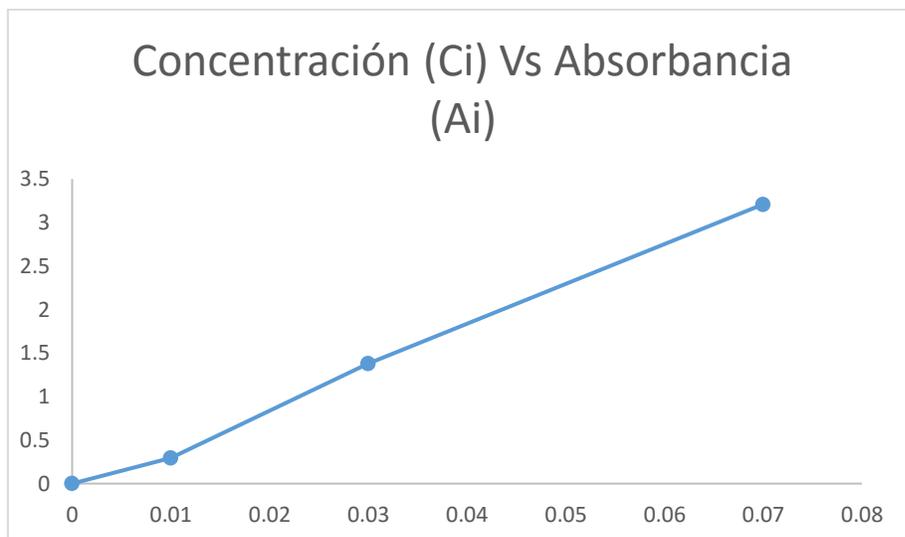
### ***b. Adsorción de Nitrógeno.***

El análisis textural (área superficial y distribución de poros) de las muestras se realizó aplicando la técnica de adsorción de N<sub>2</sub>, en el equipo GEMINI VII 2390 V1.02, ubicado en el Laboratorio de Fisicoquímica en la Facultad de Ciencias de la Universidad Nacional de Ingeniería. Mediante esta técnica se determinaron las isothermas de adsorción de N<sub>2</sub> de carbón activado. Las isothermas se obtuvieron graficando el volumen adsorbido de N<sub>2</sub>, versus la presión relativa  $p/p_0$ .

#### **3.2.4 Evaluación de eficiencia de remoción de colorante Cristal de Violeta.**

Se estudió la adsorción por carbón activado del colorante Cristal de Violeta. Se prepararon tres disoluciones de 30ml de Cristal de Violeta de 0.07M, 0.03M y 0.01M con ayuda de un matraz aforado de 25ml y una pipeta.

Se reservó 5ml de cada disolución en tubos de ensayo, debidamente rotulados. Los 25ml restantes de cada disolución se depositaron en matraces erlenmeyer de 100 ml conteniendo aproximadamente 1g de carbón activado. Los erlenmeyer con las disoluciones de Cristal de Violeta con el carbón se dejaron sobre el agitador y se mantuvieron agitando durante 30 minutos (tiempo necesario para que el sistema alcance el equilibrio). Se midió la absorbancia de cada una de las disoluciones de partida (contenidas en los tubos de ensayo) a 520nm y se construyó la correspondiente recta de calibrado.



*Figura 15. Recta de calibrado.*

Una vez alcanzado el equilibrio se filtraron las muestras conteniendo el Cristal de Violeta con el carbón activado empleando un papel de filtro lento #2. Los filtrados se recogieron en tubos de ensayo debidamente rotulados y se les midió la absorbancia a 520nm y cálculo las concentraciones de acuerdo a Ley de Lambert Beer.

Se calculó la constante  $\epsilon$  con los valores obtenidos de absorbancias para las concentraciones conocidas.

$$A = \epsilon \times l \times C$$

$$\epsilon = \frac{A}{l \times C}$$

$$\epsilon = \frac{0.297}{3 \times 0.01}$$

$$\epsilon = 9.9 \frac{L}{cm \cdot mol}$$

Posteriormente se procedió a calcular las concentraciones de las muestras filtradas después del proceso de adsorción.

*Tabla 2*

*Concentraciones*

Muestras	C. inicial (M)	A. inicial	C. final (M)	A. final
Blanco	0	0	0	0
M 1	$10 \times 10^{-3}$	0.297	$3.37 \times 10^{-3}$	0.100
M 2	$30 \times 10^{-3}$	1.380	$4.04 \times 10^{-3}$	0.120
M 3	$70 \times 10^{-3}$	3.210	$11.11 \times 10^{-3}$	0.330

De acuerdo a las concentraciones obtenidas se pudo obtener la eficiencia de remoción del colorante Cristal Violeta. Los resultados se muestran en el apartado 3.3.4.

### **3.3 Revisión y Consolidación de Resultados**

#### **3.3.1 Análisis de Humedad, Cenizas y Carbono Orgánico Total**

Los valores obtenidos en el informe de ensayo manifiestan un bajo porcentaje de humedad (5.14%), lo que representa una ventaja en el proceso de deshidratación en la etapa de impregnación del carbón activo.

Se muestra también un alto porcentaje en peso de carbono orgánico total (31.5%), valor que se ubica dentro del rango de porcentaje promedio para lodos residuales (15% - 55%), Boaullem et al., (2014) presenta en su investigación un valor inferior de 25%, y aun así se considera un porcentaje de valor adecuado para elaborar carbón activado. lo que demuestra que se posee un tipo de precursor ideal para fabricar carbón activado.

Por otro lado, se presenta un alto valor de cenizas (43.3%) hecho que implica bajos rendimientos en peso en el proceso de activación.

El porcentaje de nitrógeno y de materia volátil no representa un valor de relevancia para esta investigación, es mayormente empleado para análisis de calidad de suelos, pero lo mencionamos ya que conforma parte del servicio del análisis realizado.

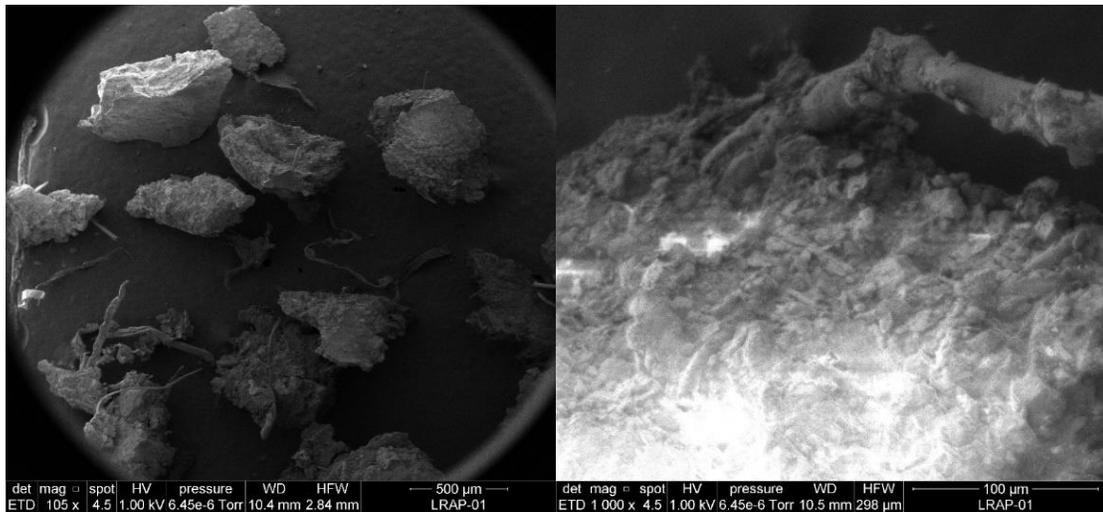
*Tabla 3*

*Análisis de Humedad, Cenizas, Carbono Orgánico Total y Nitrógeno*

Muestra	Humedad (%)	Ceniza (%)	Carbono Orgánico Total (%)	Nitrógeno (%)	Materia Volátil (%)
LRAP - 00	5.14	43.3	31.5	2.40	17.66

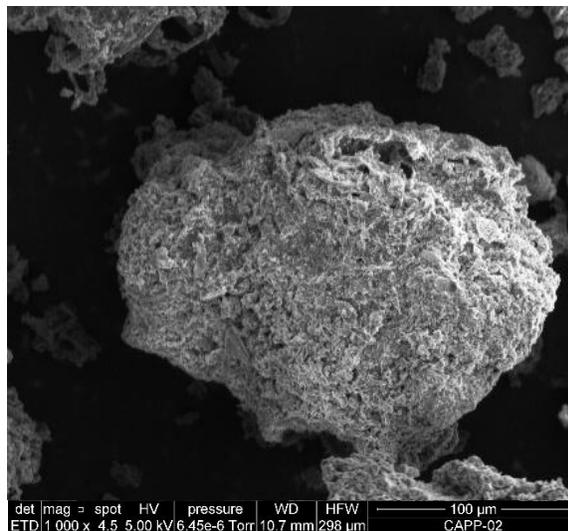
### **3.3.2 Análisis de la estructura morfológica.**

Se obtuvo las siguientes imágenes mediante la Microscopía Electrónica de Barrido, se muestra el material precursor a 105x y 1000x de aumento, similares aumentos a los empleados por Chen, Jeyaseelan y Graham (2002). Se observa una estructura compacta de pocos intersticios, con una superficie rugosa y desordenada. Se aprecian pocos poros grandes en el lodo a estas resoluciones, lo que es indicador de un material de baja porosidad desde el punto de vista morfológico.



*Figura 16. a. Lodo residual a 105x y 500 µm. b. Lodo residual a 1000x y 100 µm.*

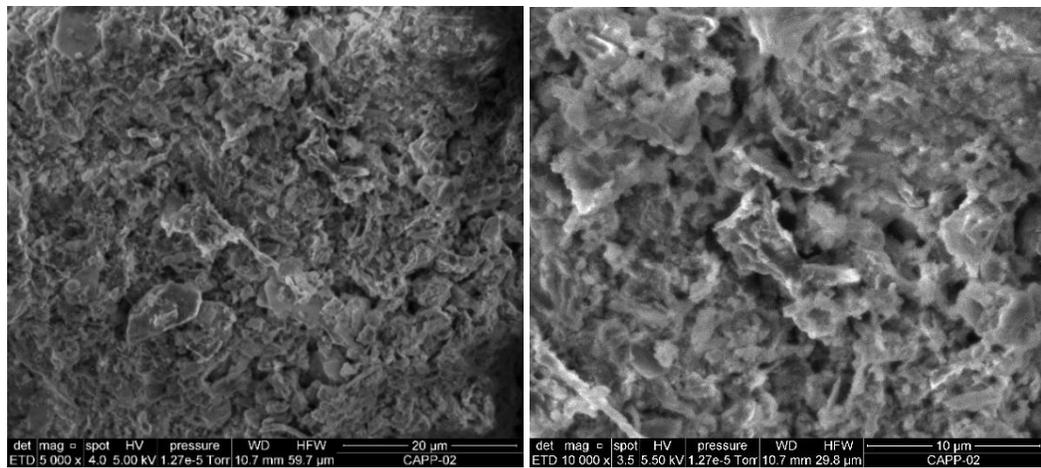
En la figura 17. a un aumento de 1000x y a 100 µm se observó un leve a moderado desarrollo de la porosidad, en tamaños y formas variables; lo que evidencia el efecto del agente activante  $ZnCl_2$  y el proceso de pirolisis. Se continúa presenciando una superficie no homogénea.



*Figura 17. Carbón activado a 1000x y 100 µm.*

En la figura 18 a. a un aumento de 5000x se observa una superficie escamada con la formación de poros de bordes irregulares. La distribución de la porosidad se muestra homogénea.

En la figura 18 b. se encontraron poros mayores a 50 nm, y se observó que presentaban forma ovalada, pero mal definida. Se notó un desarrollo a nivel de microporosidad.

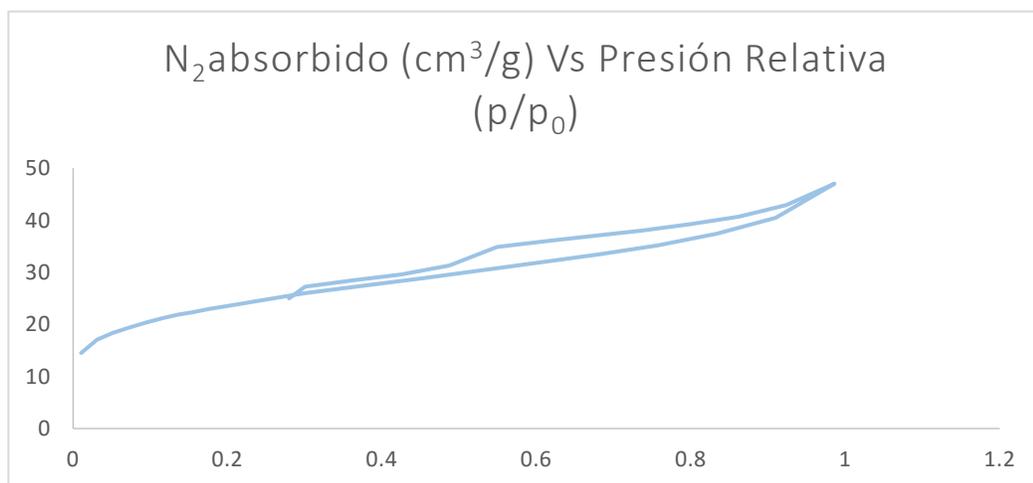


*Figura 18. a. Carbón activado a 5000x y 20 um. b. Carbón activado a 10000x y 10 um.*

### **3.3.3 Adsorción de Nitrógeno.**

Mediante el análisis de nitrógeno se obtuvo la isoterma de adsorción del carbón activado que se muestra en la figura 19., se observa que a bajas presiones relativas se adsorbe menos cantidad volumétrica de N<sub>2</sub> por gramo de carbón; para valores cercanos a 1 se presenta una mayor adsorción del gas, cerca de 4 veces más de lo inicial. Se aprecia también un lazo de histerésis en la parte central de la gráfica, este se encuentra relacionado con el llenado y vaciado de poros en el CA.

La isoterma obtenida según la clasificación de la IUPAC, sigue el modelo de adsorción de la isoterma tipo IV, característica de sólidos meso y microporosos, dado que el proceso de adsorción ocurre en ellos. Además, es distintiva por el lazo de histerésis presentado.



*Figura 19. Isotherma de Adsorción de N<sub>2</sub>.*

El análisis cuantitativo de la isoterma presentó valores de área superficial muy bajos con respecto a lo indicado por diversos autores (500 – 1500 m<sup>2</sup>/g), excepto la investigación de Xiaoning et.al. (2007) donde las microporosidades y tamaño de poro no se llegaron a desarrollar según lo esperado. Se encontró que el área superficial microporosa presentó un valor inferior al del área superficial mesoporosa, lo que significaría que la adsorción se lleva a cabo en poros mayores a 2 nm (20 Å), lo que indicaría el porqué de tan baja área superficial ya que por teoría se conoce que la gran parte de los contaminantes son retenidos en las microporosidades, además el tamaño

de poro promedio corresponde al mesoporoso, lo que terminaría de confirmar lo mencionado.

*Tabla 4*

*Caracterización textural del CA*

Muestra	Área Superficial BET (m <sup>2</sup> /g)	Área de mesoporos BET (m <sup>2</sup> /g)	Área de microporos BET (m <sup>2</sup> /g)	Tamaño de poros (Å)
CAPP-03	81.0950	63.1086	17.9864	27.45

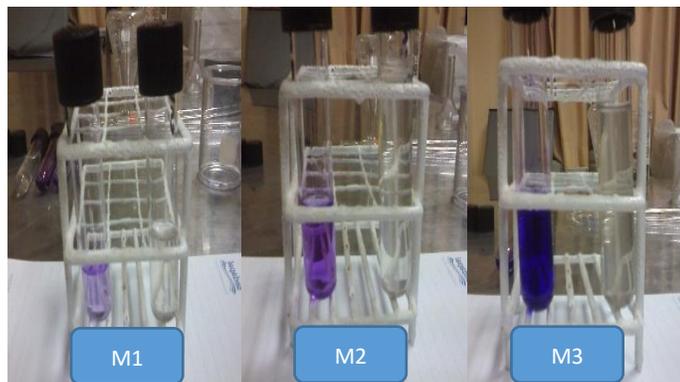
**3.3.4 Evaluación de Remoción de Colorante de Violeta.**

De acuerdo a las concentraciones encontradas antes y después del proceso de adsorción se puede establecer que el carbón activado producido posee una eficiencia de remoción de colorante entre 64% a 84%

*Tabla 5*

*Eficiencia de remoción de colorante*

Muestras	C. inicial (M)	C. final (M)	C. absorbida (M)	Eficiencia
Blanco	0	0	-	-
M 1	10 x 10 <sup>-3</sup>	3.37 x 10 <sup>-3</sup>	6.63 x 10 <sup>-3</sup>	67%
M 2	30 x 10 <sup>-3</sup>	4.04 x 10 <sup>-3</sup>	25.96 x 10 <sup>-3</sup>	87%
M 3	70 x 10 <sup>-3</sup>	11.11 x 10 <sup>-3</sup>	58.89 x 10 <sup>-3</sup>	84%



*Figura 20. Concentraciones de colorante antes y después de la adsorción.*

## CONCLUSIONES

- Se elaboró carbón activado a partir de lodos residuales procedentes de la PTAR CITRAR UNI, mediante activación química con Cloruro de Zinc. Se logró obtener las siguientes características fisicoquímicas: modelo de isoterma de adsorción tipo IV, área superficial interna de 81.10 m<sup>2</sup>/g y diámetro de poro de 27.45 Å. Se observó mediante Microscopía Electrónica de Barrido a 1000x, 5000x y 10000x de aumento, el desarrollo de una superficie irregular con porosidades de formas y tamaños diferentes. Y en la prueba de adsorción de colorante se logró observar una remoción del colorante mayor al 67% respecto de la concentración inicial.
- Mediante el análisis de humedad, cenizas y carbono orgánico total realizado al lodo residual se obtuvo 5.14 %, 43.3 % y 31.5% de contenido respectivamente. El porcentaje obtenido de carbono se encuentra dentro del rango (15%-55%) para ser considerado un buen precursor para la elaboración de carbón activado.
- La isoterma de adsorción obtenida es del tipo IV la cual es característica de la gran mayoría de carbones activados comerciales que presentan una estructura del tipo micro-mesoporoso. El área superficial obtenida fue de 81.10 m<sup>2</sup>/g, siendo 63.11 m<sup>2</sup>/g el área superficial mesoporosa y 17.99 m<sup>2</sup>/g el área superficial microporosa. El valor de área superficial obtenida está relacionada principalmente con el bajo desarrollo de microporosidades por lo que se deduce que en este trabajo el proceso de activación no habría sido el más adecuado y se sugiere el estudio de su optimización mediante la variación de la concentración y tipo de agente activante en futuras investigaciones.

- Acorde a las imágenes obtenidas en el Análisis SEM a 1000x se observó leve a moderado desarrollo de porosidades, tamaños y formas variables de poros. A 5000x se observa superficie escamada de manera homogénea y a 10000x se puede observar poros con forma ovalada irregular. Si se compara estas características encontradas con las de la morfología del lodo residual (superficie rugosa y de baja porosidad) se puede concluir que existe una modificación notoria de la superficie, y esto es debido al proceso activación al que fue sometido el precursor.
- El proceso de adsorción del colorante cristal violeta empleando el carbón activado presentó diferencias significantes de coloraciones antes y después de realizada la prueba de adsorción, la eficiencia lograda fue mayor del 67 %, lo que es indicador de un buen material adsorbente.

## RECOMENDACIONES

- Para poder agilizar el proceso de agitación en las diversas etapas del proyecto, se sugiere contar con un agitador orbital que permitirá realizar varios experimentos a la vez.
- En la etapa de lavado con HCl, se recomienda contar con los equipos de protección personal adecuados; respiradora, guante de neopreno, lentes y zapatos seguridad, y bata de laboratorio.
- Se recomienda realizar un previo secado de las muestras antes de ingresarlas a la mufla, ya que existe contenido líquido que podría dañar el equipo.
- Es recomendable emplear crisoles de 100 ml para poder introducir mayor lodo en menor tiempo.

## REFERENCIAS

Barla, G.R., (Sin fecha) Un Diccionario para la Educación Ambiental - Glosario Ecológico

Bornhardt, C.; Drewes, J.E.; y Jekel, M. (1997). Removal of organic halogens (AOX) from municipal wastewater by powder activated carbon (PAC)/activated sludge treatment. *Water Science and Technology*, 35, 147-153.

Bouguer, P. (1729). Lambert, J.H. (1760) . Beer, A. (1852). Ley de Beer-Lambert-Bouguer

Calvo, L.F.; Otero, M.; Morán, A. y García, A.I. (2001). Caracterización de Adsorbentes Obtenidos a partir de Lodos Procedentes de Estaciones Depuradoras de Aguas Residuales. *Información Tecnológica*, 12, 29-36

Carbotecnia (2014). Carbón Activado. Carbotecnia Encyclopedia. Recuperado en: <https://www.carbotecnia.info/encyclopedia/que-es-el-carbon-activado/>

Chen, X.; Jeyaseelan, S.; Graham N. (2002). Physical and chemical properties study of the activated carbon made from sewage sludge. *Waste Management*, 22, 755-760. Elsevier.

Chiang, P.C.; You, J.H. (1987). *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, 65, 922-927

Colegio Americano de San Carlos (2013). Microscopía y tinción (diapositiva). 35 diapositivas

Cristal Violeta. (Sin fecha). En Wikipedia. Recuperado el 27 de Agosto del 2017 de [https://es.wikipedia.org/wiki/Cristal\\_violeta](https://es.wikipedia.org/wiki/Cristal_violeta)

Egea, F.; Martinez, R.; Figueroa, L.; Vega, D.M. (2013). Fenómenos de Superficie. (diapositiva).Argentina. 31 diapositivas

Escuela Universitaria Politécnica - Universidad de Sevilla (2009). Manual de Carbón Activado.

Graham, N., Chen, X., Jayaseelan, S. (2001) The potential application of activated carbon from sewage sludge to organic dyes removal. Water Science Technology. 43, 245-252.

Gregg, S.J. and Sing, K.S.W. (1991) Adsorption, Surface Area and Porosity. 2nd Edition, Academic Press, London.

Grosso, C. G. (1997). El carbon activado granular en el tratamiento del agua. Aconcagua Ediciones y publicaciones.

Hirunpraditkoon, S.; Tunthong, N.; Ruangchai, A.; Nuithitikul, K. (2011). Adsorption capacities of activated carbons prepared from bamboo by KOH activation. International Journal of Chemical, Molecular, Nuclear, Materials and Metallurgical Engineering, 5, 591–595.

Hunter, J. (1865) On the absorption of vapours by charcoal. Journal of the Chemical Society, 18, 285-290

Moreno, A. H.; Droppelmann, V. C.; Verdejo, E.M. (2006). Evaluación de carbón activado producido a partir de lodo generado en una planta de tratamiento de aguas servidas. Chile: Información Tecnológica-Vol. 17 N°3-2006, pág.: 9-14.

Inglezakis, V.J. and Pouloupoulos, S.G. (2006). Adsorption, Ion Exchange and Catalysis: Design of Operations and Environmental Applications, Amsterdam, The Netherlands: Elsevier Science.

Ipohorski, M. (2011) Una mirada al microscopio electrónico de barrido. Instituto de Energía y Desarrollo Sustentable-Hojitas de Conocimiento.4.51-52

Jeyaseelan, S.; Lu, Q. G. (1996). Development of adsorbent/catalyst from municipal wastewater sludge. Wat. Sci. Tech., 34, 499-505

Lowell, S.; Shields, J. E. (1991). Powder surface area and porosity. Dordrecht, Netherlands: Chapman and Hall Ltd

Marcilla G. A. (1982). Carbon activado a partir de cáscara de almendra. Universidad de Alicante, Alicante.

Marsh, H.; Rodriguez- Reinoso F.(2003). Activated Carbon, Elsevier Science & Technology Books.

Mattson, J., & Mark, H. (1971). Activated carbon. New York: Marcel Dekker Inc.

Menéndez, J. A (2012). El carbón en la vida cotidiana. De la pintura rupestre al ascensor espacial. España: [S.I.] J. Angel Menéndez Díaz cop. 2012

Metcalf & Eddy (1995) Ingeniería de Aguas Residuales. España: McGraw Hill

Martin, M. J.; Balaguer, M. D.; Rigola, M. (1996). Feasibility of activated carbon production from biological sludge by chemical activation with  $ZnCl_2$  and  $H_2SO_4$ . *Environmental Technology*, 17:6, 667-671.

Pombo R. (1984). *Manual de Análisis Instrumental*. Instituto superior de ciencias Agropecuarias de la Habana.

Real Academia de Ingeniería (Sin fecha) *Diccionario de la Real Academia de Ingeniería*

Rengaraj, S.; Moon, Seung-Hyeon; Sivabalan, R.; Arabindoo, B. y Murugesan, V. (2002). Agricultural solid waste for the removal of organics: adsorption of phenol from water and wastewater by palm seed coat activated carbon. *Waste Management*, 22, 543-548. Recuperado de <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0956053X01000162>

Satoh, H.; Iwamoto, Y.; Mino, T. y Matsuo, T. (1998) Activated sludge as a possible source of biodegradable. *Water Science and Technology*, 38, 103-109

Stoeckli F. (1990). Microporous carbons and their characterization: The present state of the art. *Carbon* 28, 1-6.dah

T. Boualem, A. Debab, A. Martínez de Yuso, M.T. Izquierdo (2014). Activated carbons obtained from sewage sludge by chemical activation: Gas-phase environmental applications. *Journal of Environmental Management* 140, 145-151, Elseiver.

Unión Internacional de Química Pura y Aplicada (1997). Compendio de Terminología Química - 2da Edición.

Xiaoning Wang, Nanwen Zhu, Bingkui Yin (2007). Preparation of sludge-based activated carbon and its application in dye wastewater treatment. *Journal of Hazardous Materials* 153 (2008) 22–27, Elseiver.

## ANEXOS

### Anexo 1. Análisis de Humedad, Cenizas y Carbono Orgánico.



**UNIVERSIDAD NACIONAL AGRARIA LA MOLINA**  
**DEPARTAMENTO ACADÉMICO DE QUÍMICA**  
**LABORATORIO DE SERVICIOS DE ANÁLISIS QUÍMICO (LASAQ)**



---

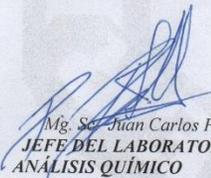
**INFORME DE ENSAYOS**  
**LASAQ N°04-2017-DQ**

SOLICITANTE : *Consuelo Milagros Mayta Casal*  
PRODUCTO DECLARADO : *(Lodo Residual)*  
NÚMERO DE MUESTRAS : *01*  
CANTIDAD RECIBIDA : *50,0 g.*  
MARCA : *S/M*  
FORMA DE PRESENTACIÓN : *En sobre de papel*  
MUESTREADO POR : *Muestra proporcionada por el solicitante*  
FECHA DE RECEPCIÓN : *27 febrero 2017*  
FECHA DE ENTREGA DE RESULTADO: *03 Marzo 2017*  
ENSAYOS SOLICITADOS : *FISICO / QUIMICO*

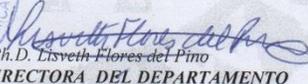
ENSAYO	RESULTADOS
1.- Humedad %	5.14
2.- Ceniza (% MS)	43.3
3.-Carbono Orgánico Total (%MS)	31.5
4- Nitrógeno (% MS)	2.40
5- Relación C/N	13.10

**MÉTODOS UTILIZADOS EN EL LABORATORIO:**  
1.- AOAC 1998 parte 925.10  
2.- ASTM American Society for testing and materials 1998, D 5142-90  
3.- BGBI II bundesgesetzblatt 2001-Nr. 292 parte 3.1.1  
4.- BGBI II bundesgesetzblatt 2001-Nr. 292 parte 3.2  
5.- BGBI II bundesgesetzblatt 2001-Nr. 292 parte 3.1.4

**Atentamente:**



Mg. Sr. Juan Carlos Palma  
**JEFE DEL LABORATORIO DE ANÁLISIS QUÍMICO**



Ph.D. Lisveth Flores del Pino  
**DIRECTORA DEL DEPARTAMENTO ACADÉMICO DE QUÍMICA**

---

Departamento Académico de Química : Tlf. 6147800 Anexos (305-307)  
Av. La Molina s/n La Molina Facultad de Ciencias (1er. Piso)  
Email : dqumica@lamolina.edu.pe

## Anexo 2. Análisis de adsorción de N<sub>2</sub>

Micromeritics Instrument  
Corporation  
Gemini VII 2390 V1.02  
(V1.02 t)

Unit 1

Serial #: 255 Page 1

Comments: Tdesgasificado  
= 200C, t=2horas

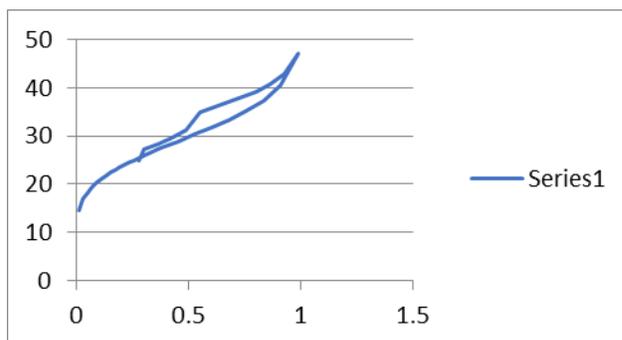
### BET Surface Area Report

<b>BET Surface Area:</b>	<b>81.0950 ± 0.7210 m<sup>2</sup>/g</b>
Slope:	0.053612 ± 0.000470 g/cm <sup>3</sup> STP
Y-Intercept:	0.000068 ± 0.000084 g/cm <sup>3</sup> STP
C:	785.848274
Qm:	18.6288 cm <sup>3</sup> /g STP
Correlation Coefficient:	0.9995013
Molecular Cross-Sectional Area:	0.1620 nm <sup>2</sup>

Relative Pressure (p/p°)	Quantity Adsorbed (cm <sup>3</sup> /g STP)	1/[Q(p°/p - 1)]
0.01038364	14.5048357	0.000723385
0.03107166	17.0165376	0.001884523
0.05178741	18.3558288	0.002975394
0.07259645	19.390055	0.004037082
0.09322025	20.2729825	0.005070967
0.11401162	21.1537867	0.006083212
0.13478204	21.790135	0.007149021
0.15559718	22.3659234	0.008238824
0.1761016	22.9351415	0.009319406
0.19696661	23.4540724	0.01045781
0.21768451	23.9973164	0.011595325
0.23834283	24.5038198	0.012770525
0.25914923	24.9794825	0.014003473
0.27992574	25.5246117	0.015230228
0.30065785	26.0186674	0.016523339

### Recalculación

Relative Pressure (p/p°)	Quantity Adsorbed (cm <sup>3</sup> /g STP)	Relative Pressure (p/p°)	Quantity Adsorbed (cm <sup>3</sup> /g STP)
0.01038364	14.5048357	0.60533664	31.8812492
0.03107166	17.0165376	0.68125498	33.4362727
0.05178741	18.3558288	0.7574964	35.1626399
0.07259645	19.390055	0.83388576	37.3984089
0.09322025	20.2729825	0.90970387	40.478661
0.11401162	21.1537867	0.98602488	47.0043892
0.13478204	21.790135	0.92398457	42.9367565
0.15559718	22.3659234	0.86178252	40.681037
0.1761016	22.9351415	0.79928075	39.2519016
0.19696661	23.4540724	0.73728501	38.0421239
0.21768451	23.9973164	0.67485986	37.0209489
0.23834283	24.5038198	0.61287095	35.9888208
0.25914923	24.9794825	0.54917081	34.8872438
0.27992574	25.5246117	0.48690679	31.2649019
0.30065785	26.0186674	0.42454376	29.5880229
0.37677528	27.4455799	0.36227413	28.3961392
0.45306376	28.8855349	0.2999586	27.2471129
0.52941766	30.3899158	0.28	25



### t-Plot Report

Micropore Volume: 0.008774 cm<sup>3</sup>/g  
 Micropore Area: 17.9865 m<sup>2</sup>/g  
 External Surface Area: 63.1086 m<sup>2</sup>/g  
 Slope: 40.799451 ± 0.711519 cm<sup>3</sup>/g·nm  
 STP

Y-Intercept: 5.672595 ± 0.305198 cm<sup>3</sup>/g STP  
 Correlation Coefficient: 0.998786  
 Surface Area Correction Factor: 1.000  
 Density Conversion Factor: 0.0015468  
 Total Surface Area (BET): 81.0950 m<sup>2</sup>/g  
 Thickness Range: 0.35000 nm to 0.50000 nm  
 Thickness Equation: Harkins and Jura

$$t = [ 13.99 / ( 0.034 - \log(p/p^\circ) ) ] ^ 0.5$$

Relative Pressure (p/p°)	Statistical Thickness (nm)	Quantity Adsorbed (cm <sup>3</sup> /g STP)
0.01038364	0.26332123	14.5048357
0.03107166	0.30124371	17.0165376
0.05178741	0.32558079	18.3558288
0.07259645	0.34533786	19.390055
0.09322025	0.36252513	20.2729825
0.11401162	0.37839925	21.1537867
0.13478204	0.39331116	21.790135
0.15559718	0.40761791	22.3659234
0.1761016	0.4212894	22.9351415
0.19696661	0.43491885	23.4540724
0.21768451	0.4482811	23.9973164
0.23834283	0.4615226	24.5038198
0.25914923	0.47484889	24.9794825
0.27992574	0.48820885	25.5246117
0.30065785	0.50164882	26.0186674
0.37677528	0.55273273	27.4455799
0.45306376	0.60849148	28.8855349
0.52941766	0.67156314	30.3899158
0.60533664	0.74508525	31.8812492
0.68125498	0.83492151	33.4362727
0.7574964	0.95121091	35.1626399
0.83388576	1.11320331	37.3984089
0.90970387	1.3648628	40.478661
0.98602488	1.86754464	47.0043892