

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR
FACULTAD DE INGENIERIA Y ARQUITECTURA
ESCUELA DE INGENIERIA QUIMICA E INGENIERIA DE ALIMENTOS



PROPUESTA DE DISEÑO DE UN SISTEMA DE REMOCIÓN DE PLOMO EN AGUAS, A NIVEL DE LABORATORIO, UTILIZANDO ESTOPA DE COCO (*Cocos nucifera*) COMO MEDIO ADSORBENTE

PRESENTADO POR:

NATALIA SOFÍA PÉREZ MENDOZA

NIDIA ISELLA VENTURA HERNÁNDEZ

PARA OPTAR AL TÍTULO DE:
INGENIERA QUÍMICO

CIUDAD UNIVERSITARIA, MARZO DE 2019

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR

RECTOR:

M.Sc. ROGER ARMANDO ARIAS ALVARADO

SECRETARIO GENERAL:

M.Sc. CRISTOBAL HERNAN RIOS BENITEZ

FACULTAD DE INGENIERÍA Y ARQUITECTURA

DECANO:

ING. FRANCISCO ANTONIO ALARCON SANDOVAL

SECRETARIO:

ING. JULIO ALBERTO PORTILLO

ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA E INGENIERÍA DE ALIMENTOS

DIRECTOR:

Dra. TANIA TORRES RIVERA

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR
FACULTAD DE INGENIERIA Y ARQUITECTURA
ESCUELA DE INGENIERIA QUIMICA E INGENIERIA DE ALIMENTOS

Trabajo de Graduación previo a la opción al Grado de:

INGENIERA QUÍMICO

Título:

PROPUESTA DE DISEÑO DE UN SISTEMA DE REMOCIÓN DE PLOMO EN AGUAS, A NIVEL DE LABORATORIO, UTILIZANDO ESTOPA DE COCO (*Cocos nucifera*) COMO MEDIO ADSORBENTE

Presentado por:

NATALIA SOFÍA PÉREZ MENDOZA

NIDIA ISELLA VENTURA HERNÁNDEZ

Trabajo de Graduación Aprobado por:

Docente Asesor:

Ing. FERNANDO TEODORO RAMÍREZ ZELAYA

SAN SALVADOR, MARZO 2019

Trabajo de Graduación Aprobado por:

Docente Asesor:

Ing. FERNANDO TEODORO RAMÍREZ ZELAYA

AGRADECIMIENTOS

COMO GRUPO AGRADECEMOS A:

Manifestamos nuestro agradecimiento a **Ing. Fernando Teodoro Ramírez Zelaya**, por todo el apoyo, dedicación y tiempo presentado, por supervisar el desarrollo del presente trabajo de graduación.

A **Ing. Luis Ramón Portillo**, Director del Centro de Investigación Nuclear y a **Lic. Ramiro Rodríguez**, por su apoyo brindado e interés en la realización del presente trabajo de graduación.

A **Dra. Tania Torres** por su disposición y tiempo brindado en el desarrollo del presente trabajo.

A **Inga. Delmy Rico** por compartir sus conocimientos a lo largo de nuestra carrera y siempre estar dispuesta a ayudar a sus estudiantes.

A **Inga. Cecilia Díaz de Flamenco** por su apoyo en el uso de equipos de laboratorio y realización de pruebas.

A **Inga. Eugenia Gamero** por atendernos siempre ante consultas que le hicimos respecto a la elaboración del presente trabajo.

A **Lic. Guenadi Gálvez** por confiar en nosotras, motivarnos a ser buenas profesionales y escucharnos siempre que necesitamos ayuda.

A los **Sres. Morán y Padilla** por ser muy amables en el transcurso de nuestra investigación en las instalaciones de la Planta Piloto.

Y a todo el **personal docente** de la Escuela de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos de la Universidad de El Salvador, por todos estos años de aprendizaje que fueron un periodo de crecimiento personal y profesional, también expresarle nuestro agradecimiento a **Dorita** por atendernos muy amablemente cuando nos acercábamos a la Escuela.

Agradezco a **Dios** y la **Virgen Inmaculada Concepción** porque estoy convencida que cuando se sigue un modelo de enseñanza basado en la responsabilidad, sencillez y agradecimiento, se logran cosas grandiosas.

A mi **Mamá Evelyn** que dio todo por mí, y por sus seres queridos, la madre Teresa de Calcuta dijo “Si no se vive para los demás, la vida carece de sentido” y mi mamá lo entendió. Sé que estás con tu tacita de café muy contenta en el cielo Má, porque tu hija lo logró. Gracias por todas tus enseñanzas y amor hacia tus hijos.

A mi hermano **Conchito** por estar pendiente, dándonos ánimos para lograr nuestras metas, por compartir parte de su vida y venir a visitarnos, querido hermano mayor siempre serás nuestro supremo y como lo escribió Jane Austen “No hay distancias cuando se tiene un motivo” quiero que pronto estemos juntos.

A mi papá **José Pérez**, por apoyarnos y esperar lo mejor para mí, a mis hermanos **Moisés** y **Gabriel**, por ser mi inspiración para culminar esta etapa. A mi hermana **Suyapa** y mi sobrinita **Dianita** por escucharme ante cualquier situación y mostrarme su apoyo. A mi **tía Mena** y **tío Juan (Q.D.D.G)** porque siempre será mi tía y la persona que me motivó desde pequeña a culminar una carrera universitaria.

A mi **abuelo Concho** porque fue parte de mi infancia y adolescencia, me educó para ser una persona fuerte y dispuesta a lograr metas teniendo presente el respeto hacia las personas y hacer las cosas con amor. A **Mamatina** porque aún está con nosotros, gracias por alegrarse cada vez que llegaba de la universidad.

A mi mejor amiga y compañera de trabajo de graduación **Isella** por ser mi apoyo incondicional este año tan difícil y por los anteriores, es una bendición contar con tu presencia en mi vida, así mismo a su familia: **niña Alba, Alitan, Alan, Maury y niña Maura**, son personas maravillosas y las aprecio 1/0 (infinitamente).

A mis amigos **Laura Bonilla, Krissia Cucufate y Ed Velásquez** por permitirme ser parte de sus vidas y ser muy especiales para mí.

A mis amigos: **Walter Vaquero, Laura Hernández, Glenda, Luisa, Elbita, Yami García, Mareh, Emily e Ixquic** que hicieron los días en la universidad llenos de alegría y compañerismo.

A toda mi familia, tíos, primos y sobrinos, por ver en mí a una persona capaz y darme ánimos a lograr mis metas. Y finalmente a mis perritos **Tore** y **Topito** porque desde su llegada a mi vida la han alegrado y me han dado consuelo para seguir adelante.

Natalia Sofía Pérez Mendoza

Agradezco a **Dios**, por poder culminar mis estudios universitarios. A mi madre, **Alba Yolanda Gallegos**, por su amor, dedicación y paciencia hacia mí y mis hermanos, por siempre impulsarme a ser una mejor persona y darme fuerzas cada vez que lo he necesitado, por su esmero en mi educación académica desde mis primeros pasos. A mi padre, **Jesús Ventura Santos**, por su amor, esfuerzo y paciencia, por siempre alentarme a seguir adelante y creer en mí desde el principio. Agradezco a ambos por su apoyo incondicional y ser el mayor soporte en mi vida.

A mis hermanos, **Irasema** y **Alan Ventura**, por cuidarme y aconsejarme, por su apoyo incondicional, incentivarme siempre a luchar y cumplir mis metas. A mis sobrinas y sobrino, **Angie**, **Génesis** y **Alan**, por llenarme de alegría y motivarme a ser un buen ejemplo para ellos.

A mis cuñados, **Alex** y **Maury**, por apoyarme, ayudarme y considerarme una hermana menor. A mis tías, primos y primas, que siempre han estado pendientes de mí, apoyándome a seguir adelante.

A mis amigos **Walter Vaquero** y **Laura Hernández** por su amistad y apoyo en todas esas noches de desvelo, porque sé que puedo contar con ellos en las buenas y en las malas. A mis amigas, **Xenia**, **Sandra**, **Adela**, **Yami**, **Emily**, **Ixquic**, **Elba** y **Mareh** por su hermosa amistad.

A mi mejor amiga y compañera de tesis **Natalia**, por su sincera amistad, porque siempre que necesito ha estado ahí con las palabras correctas.

A todos los profesores y docentes que me guiaron hasta este punto, por creer en mí, ayudarme a ser mejor y ponerme retos.

Nidia Isella Ventura Hernández

RESUMEN

La presencia de metales pesados como el plomo en aguas ha ido en aumento con el desarrollo de la industria debido a efluentes sin previo tratamiento que son descargados a ríos o causes, incrementando así los riesgos en el ecosistema y en la salud de la población en general a causa de su acumulación en organismos vivos. Si bien existen diferentes tipos de tratamientos convencionales para el tratamiento de aguas contaminadas con metales pesados, suelen tener costos altos, por esta razón se opta por la propuesta de utilizar residuos agrícolas como adsorbentes en la remoción de metales pesados en aguas, siendo considerados como desperdicios su bajo costo y efectividad los hace una opción atractiva tanto del punto de vista económico como ambiental.

En el presente trabajo se realiza una propuesta de diseño a nivel de laboratorio, que sea capaz de remover el plomo presente en muestras de agua contaminada, el proceso a llevarse a cabo será el de separación de plomo de la fase fluida para transferirse hacia la superficie del sólido adsorbente que será carbón activado obtenido a partir de estopa de coco (*Cocos nucifera*). En primera instancia se elaboró el material adsorbente en las instalaciones de la planta piloto de la Escuela de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos de la Universidad de El Salvador, donde se evaluó el tiempo de carbonización de 60, 120 y 180 minutos a una temperatura de 600°C, obteniendo el mayor rendimiento de 32.58% con un tiempo de 60 minutos, definido el tiempo de carbonización se procedió a su activación. Se realizaron pruebas físicas y químicas para asegurar la calidad del material adsorbente. Con una prueba de remoción previa en sistema discontinuo (por lotes) se analizó la influencia del pH en el porcentaje de remoción y capacidad de adsorción de plomo, se definió como valor de trabajo pH 4 con el que se obtuvo 96.40% y 1.9119 mg/g, respectivamente, las pruebas posteriores fueron realizadas a este valor.

En el estudio por lotes, se evaluaron el porcentaje de remoción y la capacidad de adsorción a temperaturas de 20, 30 y 40°C, en promedio el máximo porcentaje de remoción fue 98.85%, la máxima capacidad promedio de adsorción fue de 3.46 mg/g, ambas para 30°C, la prueba se realizó a diferentes concentraciones iniciales con 100 mL de muestra de agua contaminada, 1 g de adsorbente, tiempo de contacto de 8 horas y agitación de 180 rpm, cabe destacar que para todos los sistemas se obtuvo un porcentaje de remoción arriba del 95%. Para estudiar la adsorción del soluto sobre el carbón activado se empleó el modelo de isoterma de Freundlich, obteniéndose para la constante k , que es el parámetro que está relacionado con la resistencia de la unión y la adsorción, valores mayores a 1.0 para las tres temperaturas evaluadas, lo que indica que hay una fácil captación de los iones de plomo.

Posteriormente, en el estudio en sistema continuo, se determinó la influencia de la altura del lecho, flujo volumétrico y tiempo de contacto en una columna de lecho fijo y flujo por gravedad, a través de la curva de ruptura. Los resultados muestran que un aumento en la altura de 1 a 10 cm, manteniendo un flujo volumétrico constante de 1 cm³/min y concentración inicial de 19.7523 ppm de plomo se obtiene un incremento en el tiempo de ruptura alcanzando 55.06 minutos y capacidad de adsorción de 0.3058 mg/g. Dichos resultados fueron ajustados al modelo Best Depth Service Time (BDST), obteniendo una cantidad de iones de plomo que son adsorbidos por un litro de material adsorbente (N_0) de 109.9504 mg/dm³ y un tiempo de ruptura de 54.04 minutos, que es cercano al obtenido experimentalmente. Según el enfoque del modelo BDST estos valores pueden ser ajustados para el diseño de columnas que utilicen condiciones diferentes de velocidad lineal y concentración inicial, por lo cual, se pretende que la investigación, sirva como base para el desarrollo y aplicación de una tecnología a escala de planta piloto, que como tratamiento terciario pueda reducir la concentración de metales pesados como plomo presente en el efluente a tratar.

ÍNDICE DE CONTENIDOS

Resumen	<i>viii</i>
Índice de contenido	<i>x</i>
Índice de figuras	<i>xiii</i>
Índice de tablas	<i>xvi</i>
Introducción	<i>xix</i>

CAPÍTULO I

1. Marco Teórico	1
1.1 Generalidades del plomo.....	2
1.1.1 Características Generales	3
1.1.2 Propiedades físicas y químicas	3
1.1.3 Uso del plomo en la Industria	4
1.1.4 Fuentes de contaminación de plomo en las aguas de uso diario.....	6
1.1.5 Efectos del plomo en la Salud	10
1.1.6 Métodos para la remoción de metales pesados en soluciones acuosas.....	11
1.1.7 Métodos analíticos para determinación de plomo en soluciones acuosas.....	14
1.2 Fundamentos de Adsorción	15
1.2.1 Tipos de adsorción	15
1.2.2 Equilibrio de adsorción	17
1.3 Carbón activado.....	22
1.3.1 Breve historia del carbón activado.....	22
1.3.2 Definición de carbón activado	23
1.3.3 Mecanismos de operación como adsorbente	24
1.3.4 Propiedades y condiciones que afectan la adsorción en carbón activado	27
1.3.5 Activación del carbón	28
1.3.6 Forma física y tamaño del carbón	30
1.3.7 Caracterización física y química del carbón activado	31
1.3.8 Reactivación del carbón activado	35
1.3.9 Disposición final de carbón activado contaminado con plomo	37
1.3.10 Carbón activado a partir de estopa de coco (Cocos nucifera).....	38
1.4.1 Transferencia de masa del proceso	43
1.4.2 Modelo matemático para el diseño de unidades de adsorción de lecho fijo.....	45
1.5 Variables de diseño de una columna de lecho fijo	49

CAPÍTULO II

Metodología de la investigación	50
2.1 Preparación del carbón activado a partir de la estopa de coco	51
2.1.1 Procedimiento de preparación del material adsorbente.....	51
2.1.2 Caracterización del carbón activado obtenido a partir de la estopa de coco....	55
2.2 Análisis estadístico	61
2.3 Experimentación de la adsorción de Pb.....	66
2.3.1 Preparación de la solución madre de plomo.....	66
2.3.2 Preparación de soluciones estándar	67
2.3.3 Prueba de efectividad de remoción de plomo.....	68
2.3.4 Evaluación de la isoterma de adsorción	70
2.3.5 Evaluación de la isoterma de adsorción teórica.....	71
2.3.6 Estudio en Columnas	71
2.3.6.1 Montaje experimental para estudio en columnas.....	71
2.3.7 Determinación de la curva de ruptura.....	73
2.3.8 Modelación matemática de la adsorción de plomo en columna de lecho fijo.....	74

CAPÍTULO III

Resultados y discusión.....	75
3.1 Resultados de la preparación de carbón activado	75
3.1.1 Resultados de la caracterización del carbón activado obtenido.....	78
3.2 Resultados de la experimentación de la adsorción de Pb	86
3.3.2 Resultados de estudio en columnas.....	93
3.3 Resultados del diseño de experimentos.....	105
Conclusiones.....	108
Recomendaciones.....	110
Bibliografía	111

Anexos	120
Anexo A Manual de prácticas de laboratorio	121
Anexo B Tablas utilizadas para lectura de IR	129
Anexo C Corroboración de estudio por lotes a temperatura 30°C	133
Anexo D Sistema de remoción de plomo a nivel de laboratorio.....	134

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.1	Plomo en la corteza terrestre combinado con otros elementos.....	2
Figura 1.2	Lingotes o Barras de aleaciones de plomo.....	6
Figura 1.3	Pasos del procedimiento de medición.....	17
Figura 1.4	Clasificación según la IUPAC de las formas de las isothermas de adsorción.....	21
Figura 1.5	Isotermas de adsorción más comunes encontradas desde soluciones acuosas sobre materiales carbonosos.....	20
Figura 1.6	Tipos de poros presentes en el carbón activado.....	25
Figura 1.7	Principales grupos funcionales presentes en la superficie de un carbón activado.....	27
Figura 1.8	Materia prima para carbón activado.....	28
Figura 1.9	Carbón activo en polvo.....	31
Figura 1.10	Carbón activo granular.....	31
Figura 1.11	Diagrama esquemático de los componentes del sistema de adsorción-regeneración electroquímica de carbón activado.....	37
Figura 1.12	Esquema de las partes del coco.....	39
Figura 1.13	Zonas potenciales y productoras de coco en El Salvador.....	40
Figura 1.14	Columna de adsorción.....	44
Figura 1.15	Curva de ruptura típica.....	45
Figura 1.16	Gráfica del método BDST.....	48
Figura 2.1	Ubicación geográfica del punto de recolección de estopas de coco.....	52
Figura 2.2	Reducción de tamaño de la concha de coco.....	52
Figura 2.3	Proceso de carbonización y obtención de material carbonizado a partir de concha de coco.....	53
Figura 2.4	Proceso de activación del carbón obtenido en el laboratorio.....	53

Figura 2.5	Montaje del equipo para el proceso de activación del carbón obtenido en el laboratorio.....	54
Figura 2.6	Carbón activado obtenido al final del proceso.....	54
Figura 2.7	Reducción de tamaño del carbón activado obtenido en el laboratorio.....	55
Figura 2.8	Determinación de la humedad por triplicado.....	56
Figura 2.9	Equipo para determinación de densidad aparente.....	57
Figura 2.10	Montaje para prueba de porosidad.....	58
Figura 2.11	Montaje de tamices U.S. Standard Sieve para clasificación granulométrica del carbón activado.....	59
Figura 2.12	Realización de análisis FRX sobre carbón activado.....	60
Figura 2.13	Procedimiento de preparación de muestra en dispersión de Nujol	60
Figura 2.14	Determinación del pH del carbón activado elaborado en el laboratorio.....	61
Figura 2.15	Lavado y secado de carbón activado obtenido en el laboratorio...	68
Figura 2.16	Montaje experimental del estudio continuo.....	72
Figura 3.1	Influencia del pH en la capacidad de adsorción de plomo.....	77
Figura 3.2	Influencia del pH en el porcentaje de remoción de plomo.....	78
Figura 3.3	Curva de distribución de tamaño de partícula obtenida.....	82
Figura 3.4	Espectro de la muestra 1.....	84
Figura 3.5	Espectro de la muestra 2.....	84
Figura 3.6	Espectro de la muestra 3.....	84
Figura 3.7	Porcentaje de plomo removido y Capacidad de adsorción de plomo a 20°C.....	88
Figura 3.8	Porcentaje de plomo removido y Capacidad de adsorción de plomo a 30°C.....	88
Figura 3.9	Porcentaje de plomo removido y Capacidad de adsorción de plomo a 40°C.....	88
Figura 3.10	Isotermas de adsorción experimentales.....	89
Figura 3.11	Isotermas de adsorción de Freundlich.....	90
Figura 3.12	Isotermas de adsorción de Langmuir.....	92

Figura 3.13	Curvas de ruptura para adsorción de plomo en una columna de carbón activado, a diferentes alturas de lecho y flujo volumétrico de 1 cm ³ /min.....	94
Figura 3.14	Curvas de ruptura para adsorción de plomo en una columna de carbón activado, a diferentes alturas de lecho y flujo volumétrico de 3 cm ³ /min.....	95
Figura 3.15	Curvas de ruptura para adsorción de plomo en una columna de carbón activado, a diferentes alturas de lecho y flujo volumétrico de 5 cm ³ /min.....	96
Figura 3.16	Curvas de ruptura para adsorción de plomo en una columna de carbón activado, a diferentes flujos volumétricos y altura de 1 cm..	98
Figura 3.17	Curvas de ruptura para adsorción de plomo en una columna de carbón activado, a diferentes flujos volumétricos y altura de 5cm..	98
Figura 3.18	Curvas de ruptura para adsorción de plomo en una columna de carbón activado, a diferentes flujos volumétricos y altura de 10cm	99
Figura 3.19	Ajuste de los resultados experimentales del proceso de adsorción de plomo en sistema continuo al modelo BDST para flujos 1 y 3 cm ³ /min.....	100

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1.1	Propiedades físicas y químicas del plomo.....	3
Tabla 1.1	Propiedades físicas y químicas del plomo (continuación).....	4
Tabla 1.2	Consecuencias de la exposición al plomo en las personas.....	11
Tabla 1.3	diferencias entre adsorción física y química.....	16
Tabla 1.4	Efecto de la temperatura de carbonización sobre el rendimiento y composición del carbón vegetal.....	28
Tabla 1.5	Características de algunas materias primas del carbón activado.....	41
Tabla 1.5	Características de algunas materias primas del carbón activado (continuación).....	42
Tabla 2.1	Variables del estudio por lotes.....	62
Tabla 2.2	Diseño de experimentos para estudio por lotes.....	63
Tabla 2.3	Variables del estudio en sistema continuo.....	64
Tabla 2.4	Diseño de experimentos para estudio en sistema continuo.....	64
Tabla 2.4	Diseño de experimentos para estudio en sistema continuo (continuación).....	65
Tabla 2.5	Volumen necesario de solución madre de 100 ppm para preparar los estándares de plomo.....	67
Tabla 2.6	Materiales utilizados en el estudio por lotes a diferentes temperaturas.....	69
Tabla 2.6	Materiales utilizados en el estudio por lotes a diferentes temperaturas (continuación).....	70
Tabla 2.7	Sistemas evaluados en sistema continuo.....	73
Tabla 3.1	Resultados de rendimientos obtenidos del proceso de carbonización a temperatura constante y diferentes tiempos...	75
Tabla 3.1	Resultados de rendimientos obtenidos del proceso de carbonización a temperatura constante y diferentes tiempos (continuación).....	76

Tabla 3.2	Resultados de prueba preliminar de adsorción de plomo.....	77
Tabla 3.3	Resultados de determinación de humedad en el carbón activado.....	79
Tabla 3.4	Resultados de análisis de material volátil en el carbón activado.....	79
Tabla 3.5	Resultados del análisis de contenido de cenizas en el carbón activado.....	80
Tabla 3.6	Resultados de determinación de densidad aparente.....	81
Tabla 3.7	Resultados de prueba de porosidad.....	81
Tabla 3.8	Granulometría del carbón activado obtenido.....	82
Tabla 3.9	Análisis de fluorescencia de rayos x.....	83
Tabla 3.10	Resultados de prueba de pH en el carbón activado.....	85
Tabla 3.11	Porcentaje de remoción y capacidad de adsorción de plomo evaluado a tres temperaturas.....	87
Tabla 3.12	Comparación de datos de concentración en el equilibrio y las capacidades de adsorción de las tres temperaturas evaluadas.....	89
Tabla 3.13	Constantes de adsorción para las isothermas de Freundlich....	90
Tabla 3.14	Constantes de adsorción para las isothermas Langmuir.....	92
Tabla 3.15	Comparación de las capacidades de adsorción de Pb para varios precursores del carbón activado.....	93
Tabla 3.16	Tiempos de ruptura y capacidad de adsorción en la remoción de plomo en un sistema continuo a diferentes alturas de lecho para un flujo volumétrico de 1 cm ³ /min.....	95
Tabla 3.17	Tiempos de ruptura y capacidad de adsorción en la remoción de plomo en un sistema continuo a diferentes alturas de lecho para un flujo volumétrico de 3 cm ³ /min.....	96
Tabla 3.18	Tiempos de ruptura y capacidad de adsorción en la remoción de plomo en sistema continuo a diferentes alturas de lecho para un flujo volumétrico de 5 cm ³ /min.....	97
Tabla 3.19	Parámetros del modelo BDST.....	100

Tabla 3.20	Comparación de la capacidad dinámica del lecho (N_0) de plomo en sistema continuo con otros materiales adsorbente...	101
Tabla 3.21	Comparación de los tiempos de ruptura calculados por el modelo BDST y los tiempos de ruptura experimentales para diferentes condiciones de operación.....	102
Tabla 3.22	Tiempo de ruptura calculado para nuevos flujos volumétricos	103
Tabla 3.23	Tiempo de ruptura calculado para nuevas concentraciones iniciales.....	104
Tabla 3.24	Resultados del diseño de experimento por lotes.....	105
Tabla 3.25	Análisis de varianza en estudio por lotes (programa SPSS)....	105
Tabla 3.26	Resultados del diseño de experimentos en sistema continuo..	106
Tabla 3.27	Análisis de varianza en estudio de sistema continuo (programa SPSS)	107

INTRODUCCIÓN

El plomo es un metal tóxico presente de forma natural en la corteza terrestre. Su uso generalizado ha dado lugar en muchas partes del mundo a una importante contaminación del medio ambiente, un nivel considerable de exposición humana y graves problemas de salud pública (OMS, 2017). En El Salvador, los casos de contaminación por plomo en cuerpos de agua han sido, en su mayoría, por el manejo irresponsable de materiales tóxicos provenientes de vertidos industriales sin un tratamiento adecuado, las actividades de fabricación y reciclaje de éstos. El incremento en la concentración de metales pesados como el plomo en el agua causa un efecto tóxico a las personas que las consumen, la gravedad dependerá de la cantidad o concentración y forma química del metal también de la resistencia del organismo que cada individuo posea, por tanto, se hace necesario hacer propuestas de tratamientos no convencionales de remoción de metales pesados en aguas, que permitan contrarrestar los problemas de salud que ocasionan estos contaminantes en la población y en el medio ambiente.

Actualmente, para el tratamiento de efluentes contaminados con metales pesados se emplean tecnologías como precipitación, intercambio iónico y ósmosis inversa, sin embargo, los altos costos en consumo de energía, productos químicos y equipos de proceso disminuyen la rentabilidad de su implementación. Es por ello, que el carbón activado es utilizado ampliamente en las industrias químicas, farmacéuticas, azucareras, etc. Así también, en el tratamiento de aguas se emplea en decoloración de líquidos, eliminación de olores y sabores, y retención de contaminantes. Los carbones activados son preparados a partir de materiales ricos en carbono, entre ellos se encuentran precursores lignocelulósicos, mayormente los residuos agroindustriales, como es el caso de la estopa de coco (*Cocos nucifera*), la cual presenta bajo costo y una estructura porosa, adecuada para la adsorción de metales pesados.

El carbón activado a partir de la estopa de coco presenta una solución viable, puesto que esta materia es considerada un desecho en los distintos puntos de venta donde solamente se comercializa el agua de coco y la pulpa, terminando en la mayoría de los casos siendo arrojados a predios o recolectados por el tren de aseo.

En la presente investigación se realizará un estudio por lotes y estudio continuo mediante columna de lecho empacado, el primero para evaluar si la temperatura es una variable significativa en el proceso de adsorción de iones plomo sobre el carbón activado y a la vez determinar la capacidad y porcentaje de remoción. Para el estudio en continuo se evaluará el modelo empírico matemático BDST, que permitirá extrapolar datos de nuevas concentraciones y flujos volumétricos y predecir nuevos tiempos de ruptura, diferentes a los calculados experimentalmente b. Se calcularán los tiempos de ruptura evaluando diferentes alturas y flujos volumétricos.

CAPÍTULO I: MARCO TEÓRICO

Los metales pesados son elementos totalmente no degradables, por lo que se acumulan en los sistemas ambientales, de ahí su toxicidad. El destino final de los metales pesados son los suelos y los sedimentos. Cuentan con altos valores de densidades, comparados con los otros elementos. Es importante mencionar la presencia de los metales pesados en suelos debido a la estrecha relación que hay entre las aguas subterráneas, derivada de la filtración de éstos a los mantos freáticos. Los metales pesados (elementos traza) están presentes en relativamente bajas concentraciones en la corteza de la Tierra, suelos y plantas. Muchos de ellos son esenciales para el crecimiento y desarrollo de plantas, animales y seres humanos, aunque también pueden ser tóxicos si se superan ciertos umbrales (Cano, 2017). Existe la necesidad de remover la acumulación de metales pesados en las aguas de uso diario de las personas para ello se considera el carbón activado un potente material adsorbente. El carbón activado es utilizado ampliamente en las industrias químicas, farmacéuticas, azucareras, etc. Así también, en el tratamiento de aguas se emplea en decoloración de líquidos, eliminación de olores y sabores, y retención de contaminantes. Los carbones activados son preparados a partir de materiales ricos en carbono, es preferible partir de materias primas que presentan características como abundancia, dureza, bajo contenido de cenizas, estructura porosa y alto rendimiento en masa durante el proceso de carbonización al que es

sometida; entre ellos se encuentran precursores lignocelulósicos, mayormente los residuos agroindustriales, como es el caso de la estopa de coco (*Cocos nucifera*), la cual presenta bajo costo y una estructura porosa, adecuada para la adsorción de metales pesados. Conjuntamente, existen procesos industriales donde se generan desechos como la estopa de coco, convirtiéndose la producción de carbón activado en una buena alternativa para proporcionarle valor agregado al desecho, beneficiando así la industria en el manejo ambiental de desechos y el medio ambiente al utilizar esta materia prima.

En el presente capítulo se desarrolla, en primer lugar, generalidades del plomo, sus características, formas de contaminación del agua y efectos que éste llega a causar en la población en general. Asimismo, se abordan los métodos de detección del metal pesado y los métodos convencionales para su remoción del agua. De la misma manera se expone la propuesta de utilizar carbón activado a partir de estopa de coco como medio de adsorción en la remoción de plomo en aguas, detallando fundamentos de adsorción, características requeridas del material y fundamentos para el diseño de adsorción en columnas.

1.1 Generalidades del plomo

El plomo es un metal pesado, de baja temperatura de fusión, de color gris-azulado que ocurre naturalmente en la corteza terrestre. Sin embargo, raramente se encuentra en la naturaleza en la forma de metal. Generalmente se encuentra combinado con otros dos o más elementos formando compuestos de plomo (Canjura y Escobar, 2009).



Figura 1.1 Plomo en la corteza terrestre combinado con otros elementos (Fimia, 2011).

1.1.1 Características Generales

El plomo es un elemento químico de la tabla periódica, cuyo símbolo es Pb (del latín, Plumbum). Es flexible, inelástico se corta fácilmente con un cuchillo y se funde con facilidad. Se lamina y estira por extrusión, pero pequeñas cantidades de arsénico, antimonio, cobre y metales alcalinotérreos aumentan su dureza.

Es tóxico, y la intoxicación por plomo se denomina saturnismo o plumbosis. El mayor peligro proviene de la inhalación de vapor o de polvo. La absorción a través de la piel puede llegar a ser perjudicial. Este elemento se elimina del organismo desplazando el calcio o el sodio y formando un complejo estable con los ácidos gamma-aminobutírico GABA, GABBA y GABAC que se evacuan por la orina y en menor medida a través de las heces (Tabilo, 2008)

1.1.2 Propiedades físicas y químicas

Tabla 1.1 Propiedades físicas y químicas del plomo (Cubana, 2018)

Información general	
Nombre, símbolo, número:	Plomo, Pb, 82
Serie química:	Metales del bloque p
Grupo, período, bloque:	14, 6, p
Densidad:	11,340 kg/m ³ , 1,5
Apariencia:	Gris azulado

Continúa...

Tabla 1.1 Propiedades físicas y químicas del plomo (Cubana, 2018). Continuación

Propiedades atómicas	
Radio medio:	180 pm
Radio atómico(calc):	154 pm (Radio de Bohr)
Radio covalente:	147 pm
Radio de van der Walls:	202 pm
Configuración electrónica:	[Xe]4f ¹⁴ 5d ¹⁰ 6s ² 6p ²
Electrones por nivel de energía:	2, 8, 18, 6
Estado(s) de oxidación:	4, 2 (anfótero)
Estructura cristalina:	Cúbica centrada en las caras (fcc)
Propiedades físicas	
Estado ordinario:	Sólido
Punto de fusión:	600,61 K (327,46 °C)
Punto de ebullición:	2022 K (1749 °C)
Entalpía de vaporización:	177,7 kJ/mol
Entalpía de fusión:	4,799 kJ/mol
Presión de vapor:	4,21 × 10 ⁻⁷ Pa a 600 K
Velocidad del sonido:	1260 m/s a 293,15 K

1.1.3 Uso del plomo en la Industria

El plomo se ha utilizado desde la antigüedad en la industria pues es un metal con un punto bajo de fusión, suave, maleable, dúctil, flexible y muy resistente a la corrosión, además existe en gran cantidad en la naturaleza y es fácil de obtener y de utilizar.

A través de los años, este metal se ha utilizado para diferentes aplicaciones, siendo las más antiguas las conocidas desde cinco mil años antes de cristo, cuando era un subproducto en la producción de plata, sin embargo, gracias a su flexibilidad y resistencia a la corrosión comenzó a utilizarse para aplicaciones como:

- Esculturas
- Redes de pesca
- Techos
- Ollas para cocinar
- Barcos
- Líneas de abastecimiento de agua y vertederos de aguas residuales
- Fabricación de pinturas

Entre muchos otros que cayeron en desuso al conocer los riesgos a la salud que ocasionan las emisiones y el posible consumo humano.

A pesar de que el plomo se puede encontrar en relativa abundancia, gran parte de este material destinado a la fabricación de baterías proviene del reciclaje de acumuladores y baterías usadas y cuya vida útil ha terminado. Sin embargo, se requiere un análisis de los restos de este metal, ya que puede contener contaminantes potenciales si la batería no tuvo un control en las impurezas generadas por la acción del motor y la fricción de todos los componentes.

En la industria de la construcción, sus cualidades anticorrosión se utilizan para fabricar materiales como la espuma de poliuretano, que tienen cualidades acústicas, ya que impiden el paso de las ondas sonoras y vibratorias, además de que se puede utilizar como un elemento preservador contra la descomposición y la aparición de moho. Incluso en la industria médica se utiliza ampliamente este metal como una pantalla protectora para las máquinas de rayos X y la fabricación de agentes biocidas que combaten a las bacterias.

A pesar de sus inconvenientes, el plomo es un material que cuenta con muchas aplicaciones y una gran importancia en la industria y el desarrollo humano, por lo

que se recomienda su recolección y reciclaje para evitar la contaminación ambiental. (Mecomsa, 2017)



Figura 1.2 Lingotes o Barras de aleaciones de plomo (Mecomsa, 2017).

1.1.4 Fuentes de contaminación de plomo en las aguas de uso diario

Según el estudio realizado por Burger y Pose Román (2010), la contaminación de plomo está ligada a la falta de normativas y controles sobre el manejo de los desechos industriales y sobre los rellenos de terrenos con escorias de zonas anteriormente fabriles. Sumándose a la ausencia de regulación y control para el descarte de baterías, la falta de prevención a las acciones informales de recuperación de metales, a la escasa o nula normativa y control en relación con pinturas y con objetos de manejo infantil. El plomo llega al agua que las personas utilizan mediante mecanismos explicados a continuación:

1.1.4.1 Suministros de agua potable en viviendas

La producción de plomo alcanzó niveles casi industriales durante el imperio romano, 80,000 toneladas por año para cubrir la demanda para la construcción de acueductos, el efecto de la utilización de plomo fue un factor primario debido a los estragos que tuvo en la aristocracia romana, muchos emperadores romanos del siglo III, IV y V muestran claramente los efectos de dicha enfermedad (Fluence, 2016).

Las tuberías de plomo se utilizaron a lo largo de todo Estados Unidos para transportar el agua potable, pero fue identificado el plomo como una fuente de

envenenamiento a finales del siglo XIX. En Una historia de las tuberías de plomo publicada en la revista American Journal of Public Health, Richard Rabin, MSPH, un activista en salud ambiental y ocupacional afirmó que hacia el año 1,900, el 70 por ciento de las ciudades con más de 30.000 habitantes utilizaban productos fabricados con plomo para transportar el agua. Era más durable y económico que el hierro, que era la otra opción disponible (Fluence, 2016).

El plomo puede infiltrarse en el agua potable cuando las tuberías de servicio que contienen plomo se corroen; en especial, donde el agua contiene altos niveles de acidez o poco contenido mineral que corroe las tuberías y los elementos fijos. El problema más frecuente se da con el latón o los grifos de latón cromado y los elementos fijos con soldaduras de plomo, de los cuales cantidades significativas de plomo pueden infiltrarse en el agua, en especial, en el agua caliente.

La corrosión es la disolución o deterioro de los metales causado por una reacción química entre el agua y sus tuberías. Existe un número de factores involucrados en la infiltración del plomo en el agua, entre ellos:

- Las propiedades químicas del agua (acidez y alcalinidad) y los tipos y cantidades de minerales en el agua
- La cantidad de plomo con la que entra en contacto
- La temperatura del agua
- Qué tan deteriorada están las tuberías
- La cantidad de tiempo que el agua permanece en las tuberías

La presencia de capas o revestimientos protectores en el interior de los materiales de plomería (Agencia de protección ambiental de los Estados Unidos, 2016).

1.1.4.2 Deposición de plomo en suelo

Una fuente potencial de contaminación del agua superficial y subterránea es el aporte de sustancias desde el suelo. La deposición en suelo de materiales de origen antrópico conteniendo plomo no solo degrada ambientalmente al suelo, también

constituye una fuente potencial de contaminación, tanto para aguas superficiales debido a escorrentía, como para aguas subterráneas por lixiviación, sobre todo en época lluviosa y en menor grado por actividades agrícolas; así mismo, ocurren procesos de adsorción y desorción de las sustancias por las partículas de suelo y el transporte advectivo y difusivo de las sustancias una vez incorporadas al flujo superficial y vertical (Hernández, 2014).

La contaminación del agua superficial por plomo no se origina directamente por el plomo sino por sus sales solubles en agua que son generadas como se ha mencionado anteriormente, por las actividades antropogénicas; en las aguas subterráneas en algunos casos sufren un proceso de enriquecimiento natural en metales pesados al atravesar acuíferos formados por rocas que los contienen en su composición.

1.1.4.3 Contaminación por plomo en agua en El Salvador

La contaminación por plomo que ocasionó Baterías de El Salvador, mejor conocida como “Baterías Récord”, en Sitio del Niño en San Juan Opico, La Libertad, es uno de los ejemplos más emblemáticos y catastróficos de la contaminación causada por la industria en nuestro país. Dicha fábrica comienza a ensamblar baterías cerca del año 2000, sus operaciones consistieron en fabricar baterías electrolíticas de ácido plomo para vehículos, y ya poseía una planta recicladora de plomo donde generaba su propia materia prima.

El MARN brindó el permiso ambiental a la empresa Baterías de El Salvador, mediante la resolución N° 628 2003 emitida el 3 de septiembre del 2003, en la que se establecía condiciones ambientales de obligatorio cumplimiento, sin embargo, en el monitoreo ambiental realizado por dicha institución el 21 de marzo del 2007 estableció que había incumplimiento en al menos 7 de las 13 medidas ambientales impuestas por la misma entidad. Los datos de La Auditoría Ambiental que el MARN realizó fueron tomados de las pruebas efectuadas por la empresa en diferentes fechas. En lo referente a las aguas residuales se encontró que superaba el límite de

0.05 mg/L de plomo establecido en el permiso ambiental, ya que está presentaba un valor de 0.2 mg/L de plomo. Además, las aguas residuales, eran descargadas directamente en una zona aledaña a la fábrica, por lo que muy probablemente eran infiltradas en el suelo; muy cerca de este lugar se encuentra uno de los principales pozos abastecedores de agua de la comunidad de Sitio del Niño (Campos, Quiroa Yada y Vásquez, 2009).

A principios de 2003 comenzaron a manifestarse graves problemas ambientales y de salud entre los pobladores de Sitio del Niño, principalmente en los alumnos de una escuela aledaña a las instalaciones de Baterías Récord. Los niños comenzaron a padecer de dolores de cabeza y de huesos, se les caía el cabello y vomitaban con mucha frecuencia. En 2007, un estudio realizado por el Ministerio de Salud en 358 pobladores de Sitio del Niño arrojó que 92 personas tenían plomo en la sangre. Al menos 369 extrabajadores fueron afectados y aproximadamente 7,250 personas, que habitan en seis comunidades aledañas, habían sido afectadas por la contaminación generada por la fábrica. Fue hasta en agosto de 2010 que el Ministerio de Medio Ambiente declaró estado de emergencia ambiental por contaminación con plomo en un radio de 1,500 metros en el cantón Sitio del Niño, en la ciudad de San Juan Opico, departamento de La Libertad, bajo la condición de emergencia: Sitio del Niño, Tecapán, Brisas de San Andrés, residencial Santa Fe, Prados 1 y 2, caserío Estación Bandera, Ciudad Versailles, Nueva Candelaria (Galeas, 2017).

En el año 2017, se realizó un estudio denominado “Diseño de un sistema de saneamiento ambiental en El Caserío Emiliani del Cantón Flor Amarilla ubicado al occidente del Municipio de Ciudad Arce”, desarrollado por estudiantes de la Escuela de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos de la Universidad de El Salvador, para obtener el grado de ingeniero químico. El estudio presenta que el agua abastecida al caserío está contaminada con plomo debido a la falta de un sistema de saneamiento adecuado que promueva el uso de aguas no contaminadas con metales pesados, o que cumplan con la Norma Salvadoreña, NSO 13.07.01:08; se

realizaron dos muestreos con cinco diferentes puntos de toma de muestras dando como resultado un promedio una concentración de plomo de 0.37 mg/L, una concentración mucho mayor a los 0.01 mg/L que la NSO 13.07.02:08 estipula como límite máximo permisible, esto repercute en un grave problema para los habitantes porque involucra su salud, existen riesgos de sufrir trastornos gastrointestinales, padecimientos crónicos como cáncer, insuficiencia renal u otro tipo de enfermedades y alteraciones del organismo.

La elevada concentración de plomo que se posee puede ser debido a los procesos de solubilización del plomo de las tuberías de distribución, pero se considera que esto es más una evidencia de la contaminación ambiental que hay de este metal en la región en estudio a la que pudo haber contribuido la planta de BATERIAS DE PLOMO RECORD que se encontraba ubicada en el Municipio de San Juan Opico, en la zona aledaña al Caserío Emiliani y que presento problemas de contaminación por plomo, por lo que al agua que es captada para ser ingresada al proceso de purificación posee una contaminación de este metal, lo cual el proceso aplicado de potabilización minimiza pero no erradica lo suficiente para que este parámetro entre dentro de lo reglamentario (Arévalo Vargas y Cardona Ramos, 2018).

1.1.5 Efectos del plomo en la Salud

El plomo una vez absorbido, permanece en el organismo por largo tiempo. El plomo no tiene valor biológico. El nivel ideal de plomo en sangre es cero, pero pequeñas cantidades pueden ser absorbidas del ambiente produciendo insignificantes niveles séricos sin implicaciones tóxicas. Sin embargo, exposiciones a cantidades excesivas de plomo a través de la contaminación de la atmósfera pueden dar como resultado un síndrome de intoxicación por plomo (Órgano del Colegio Médico de Honduras, 1997).

La intoxicación depende del tipo de compuesto de plomo. La intoxicación crónica se presenta generalmente por la absorción de óxidos, carbonatos y otros compuestos solubles en agua a través del tracto digestivo. La intoxicación aguda es menos

frecuente y suele resultar de la inhalación de partículas de óxido de plomo. Las concentraciones de plomo en sangre asociadas con la intoxicación se encuentran en el intervalo de 80 a 100 µg/100mL y en ocasiones se han encontrado hasta 300µg/100ml de sangre. La toxicidad aguda se presenta luego de una exposición respiratoria a altas concentraciones, con encefalopatía, insuficiencia renal y síntomas gastrointestinales. La toxicidad crónica es la más frecuente y se manifiesta con compromiso multisistémico: hematopoyético, del sistema nervioso, gastrointestinal, riñón y sistema reproductor (Hernández Rodríguez y Triviño Clavijo, 2016).

En la Tabla 1.2 se resumen de acuerdo a las etapas de vida los efectos causados por el plomo.

Tabla 1.2 consecuencias de la exposición al plomo en las personas (Agencia de protección ambiental de los Estados Unidos, 2016).

Categoría	Efectos
Niños	<ul style="list-style-type: none"> a) Problemas de conducta y aprendizaje b) Coeficiente intelectual (IQ) deficiente e hiperactividad c) Crecimiento tardío d) Problemas de audición e) Anemia
Mujeres embarazadas	<ul style="list-style-type: none"> • Crecimiento limitado del feto • Nacimiento prematuro
Adultos	<ul style="list-style-type: none"> • Efectos cardiovasculares, presión arterial elevada e incidencia de hipertensión • Disminución de la función renal • Problemas de reproducción (en hombres como en mujeres)

1.1.6 Métodos para la remoción de metales pesados en soluciones acuosas

Existen tecnologías convencionales para la remoción de metales pesados presentes en el agua, entre ellos el plomo, los mayormente usados son métodos físico-químicos donde interactúan fuerzas químicas o físicas, a continuación, se presentan las más utilizadas:

I. Precipitación Química

Es el método más convencional para la eliminación de metales pesados, se aprovecha una de sus propiedades y es que precipitan a un pH básico del medio en forma de hidroxilo. Se suelen emplear sulfuros como agente precipitante, pero presenta la desventaja de ser caro y de ser un contaminante en sí, si con una primera precipitación no se alcanzan los límites establecidos por la normativa, se procede a una segunda precipitación con carbonatos con la siguiente etapa de ultrafiltración, ósmosis inversa o adsorción (Belaire Cervantes y Jacobs Fantassi, 2017).

II. Coagulación-Floculación

Los procesos de coagulación y floculación siguen normalmente a la precipitación química y que preceden a la sedimentación/flotación. Son de carácter químico y físico respectivamente.

La coagulación consiste en desestabilizar cargas eléctricas alrededor de una molécula con la finalidad de obtener, coágulos cargados positiva o negativamente, de esta forma se dan lugar agregados de material. Se conoce también como fenómeno de compresión de la doble capa. Se lleva a cabo adicionando sales de aluminio o hierro y polímeros sintéticos muy complejos que favorecen procesos de puente intra-partícula. La floculación consiste en la aglomeración de materia coloidal coagulada y de materia finamente dividida en suspensión como resultado de colisión de choque entre partículas (Belaire Cervantes y Jacobs Fantassi, 2017).

III. Intercambio iónico

Es una tecnología que aprovecha el principio de equilibrio químico para intercambiar iones de carga similar entre una disolución y un sustrato sólido con grupos funcionales ácidos o básicos. Estos sustratos sólidos suelen ser resinas sintéticas colocadas en una columna a través de la cual se hace pasar el fluido a tratar. Cada tipo de resina es muy selectiva para uno varios metales en concreto, dependiendo

de los grupos funcionales que posea. Cuando la columna está saturada del metal pesado, esta se puede regenerar, primero haciendo pasar una disolución capaz de arrastrar los iones adsorbidos a la superficie de la resina, y seguidamente se añade una solución, para regenerar de los grupos funcionales que ha perdido la columna (Usualmente, HCl para grupos funcionales ácidos y NaOH para grupos funcionales básicos) (Belaire Cervantes & Jacobs Fantassi, 2017).

IV. Biorremediación

El uso de biomasa activa para la eliminación de metales pesados es una técnica reciente muy competitiva desde el punto de vista económico frente a tecnologías que trabajan en un rango de concentraciones bajo. La eliminación de metales pesados con microorganismos se puede llevar a cabo a través de tres procesos distintos, que son, la acumulación biológica, la mineralización por actividad biológica y la biotransformación (Belaire Cervantes y Jacobs Fantassi, 2017).

V. Adsorción

La adsorción es un proceso de extracción de materia de una solución, conocido como adsorbato, concentrando ésta sobre la superficie de una fase, generalmente sólida, conocido como adsorbente.

Existen diversos materiales que se usan para un proceso de adsorción, éstos son los siguientes:

- a) Carbón activo: Es el más común de todos ellos y el más eficiente actualmente que se encuentra en el mercado, su eficiencia se debe a su superficie específica que ronda entre los $500-1200 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ en función del diámetro de partícula. Los carbones comerciales suelen producirse a partir de madera, pizarra, carbón bituminoso, residuos de petróleo y cáscara de coco.
- b) Biomasa: Un grupo emergente de materiales que surge por la necesidad de obtener técnicas de tratamientos eficientes y más económicos, además abre un nuevo camino al uso de subproductos, que vienen siendo residuos de

procesos productivos. Hay una gran variedad de biomasas y existe un gran número de investigaciones detrás de ellos con el fin de comercializar este tipo de tecnología. Un proceso de adsorción que emplea biomasa inerte se conoce como bioadsorción (Belair Cervantes y Jacobs Fantassi, 2017).

1.1.7 Métodos analíticos para determinación de plomo en soluciones acuosas.

El empleo de la espectroscopia de absorción atómica (EAA) es el método analítico de elección para el análisis de trazas de metales pesados y metaloides en diversas matrices (fluidos biológicos, alimentos, filtros de captación ambiental, etc) (Departamento de Medicina Legal, s.f.)

Para el análisis concreto de cada uno de los contaminantes se emplean diferentes técnicas analíticas:

- EAA con Llama (Ej.: Cu, Zn)
- EAA con Horno de Grafito (Ej.: Pb, Cd)

I. Espectroscopia de absorción atómica con llama (FAAS)

Esta técnica permite la detección y determinación de plomo en cualquier tipo de muestra industrial siempre y cuando pueda ser solubilizada. Los límites de detección en este caso son del orden de la ppm (partes por millón). Esta técnica analítica está especialmente indicada para determinar elementos alcalinos, alcalinotérreos y metales pesados presentes en cualquier tipo de muestra susceptible de ser disuelta. Los niveles de concentración que se pueden analizar van desde % hasta ppb (partes por billón ó 1 mg/Tm) (Medina, 2015)

II. Espectroscopia de absorción atómica con cámara de grafito (GFAAS)

Permite trabajar con muestras de volumen muy reducido (inferior a 100 µL) o directamente sobre muestras orgánicas líquidas. Habitualmente se analizan muestras de material biológico de origen clínico (sangre, suero, orina, biopsias hepáticas, etc.). Por su elevada sensibilidad (niveles de ppb), la técnica se aplica en

la detección de metales en productos de alta pureza, como por ejemplo fármacos, alimentos (peces y carne) y productos industriales, y también en aguas de bebida y de acuíferos (determinación de la presencia de Cu, Cd, Pb, As, Hg, etc.) (Medina, 2015).

Los equipos de espectrometría de absorción atómica por horno de grafito modernos son fiables y precisos. Por lo general, los dispositivos están equipados con un cargador de muestras automático, que permite procesar un gran número de muestras y obtener mayor exactitud. Como este método utiliza gases inertes, los equipos pueden funcionar con seguridad sin supervisión (Yuste, 2016).

1.2 Fundamentos de Adsorción

La adsorción es un proceso de separación en la que ciertos componentes de una fase fluida se transfieren hacia la superficie de un sólido adsorbente. Generalmente las pequeñas partículas de adsorbente se mantienen en un lecho fijo mientras que el fluido pasa continuamente a través del lecho hasta que el sólido está prácticamente saturado y no es posible alcanzar ya la separación deseada (McCabe, Smith, & Harriott, 1991).

1.2.1 Tipos de adsorción

Se debe distinguir para principiar entre dos tipos de fenómenos de adsorción: físicos y químicos.

I. La adsorción física, o adsorción de “Van der Waals”

Fenómeno fácilmente reversible, es el resultado de las fuerzas intermoleculares de atracción entre las moléculas del sólido y la sustancia adsorbida (Treybal , 1988).

En estos casos, la molécula adsorbida no está fija en un lugar específico de la superficie, sino más bien está libre de trasladarse dentro de la interfase. Esta adsorción, en general, predomina a temperaturas bajas (Cárdenas Salazar y Ortega Revilla, 2015).

II. Quemisorción o adsorción activada

Es el resultado de la interacción química entre el sólido y la sustancia adsorbida. La fuerza de la unión química puede variar considerablemente y puede suceder que no se formen compuestos: químicos en el sentido usual; empero, la fuerza de adhesión es generalmente mucho mayor que la observada en la adsorción física.

El calor liberado durante la quemisorción es comúnmente grande, es parecido al calor de una reacción química. El proceso frecuentemente es irreversible; en la desorción, de ordinario se descubre que la sustancia original ha sufrido un cambio químico.

La misma sustancia, que en condiciones de baja temperatura, sufrirá esencialmente sólo la adsorción física sobre un sólido, algunas veces exhibe quemisorción a temperaturas más elevadas; además, los dos fenómenos pueden ocurrir al mismo tiempo (Treybal, 1988).

Tabla 1.3 Diferencias entre adsorción física y química (Cárdenas Salazar y Ortega Revilla, 2015).

Parámetro	Adsorción Física	Adsorción Química
Tipo de Enlace	Fuerzas intermoleculares de Van der Waals	Enlaces químicos
Reversibilidad	Reversible	Irreversible
Velocidad de adsorción	Rápido	Lento
Especificidad por el adsorbato	No es específico	Específico
Calor de Adsorción $\Delta^{\circ}H_{ads}$ (KJ/mol)	20-40	>100
Temperatura de reacción	Baja	Alta
Tipo de recubrimiento	Multicapas	Monocapa

1.2.2 Equilibrio de adsorción

Una de las formas más habituales de representación del equilibrio de adsorción es mediante la relación entre la cantidad adsorbida y la presión, en el caso de gases o vapores, o la concentración en la fase líquida, en el caso de adsorción de líquidos, para una temperatura determinada. Esta relación se conoce como isoterma de adsorción para un determinado sistema adsorbato-adsorbente.

El grado de adsorción de un soluto determinado prácticamente decrece siempre que aumenta la temperatura; generalmente es mayor cuanto menor es la solubilidad en el disolvente. Como de ordinario es reversible, se obtiene la misma isoterma, ya sea que el soluto se desorba o se adsorba (Treybal, 1988).

I. Interpretación cualitativa de las isotermas

Una inspección visual de las formas de isoterma proporciona información útil acerca de considerables extensiones de adsorción y de las redes porosas en el que el proceso de adsorción se ha producido.

Tipo I: isotermas que llegan a un valor máximo de adsorción sin inflexiones y características de los carbones que contengan sólo microporosidad (muy pocos lo hacen). Los gradientes de la parte inicial de la isoterma, desde p/p^0 valores de cero a cerca de 0,05, son indicativos de las dimensiones de la microporosidad, lo más pronunciado de la pendiente son los microporos.

Tipo II: muestran una inflexión en la región de $p/p^0 > 0.1$, y en la presión relativa alta, el $p/p^0 > 0.9$, en las extensiones de la subida de adsorción muy rápidamente. Estas son características de las isotermas de adsorción en superficies abiertas con la formación de capas (con la asistencia de condensación, y no debe considerarse como el volumen de llenado) se producen en las etapas finales del proceso. Además, el tipo II describe isotermas de adsorción en situaciones mixtas de microporos y de las superficies abiertas.

Tipo III: son convexas, mirando hacia arriba, y son características de la adsorción en las zonas de bajo potencial de adsorción, como es el caso de la adsorción en las superficies de los sistemas de polímeros orgánicos.

Tipo IV: se asemejan a las isothermas de tipo II, pero, además, en lugar de adsorción en superficies abiertas a altas presiones relativas, la adsorción tiene lugar en mesoporosidad. Estas isothermas podrán exhibir las histéresis cuando el mecanismo de llenado por la condensación capilar en mesoporos difiera de la de mesoporos de vaciado. Es habitual que los carbones activados, que no muestran una meseta en la región de alta presión relativa.

Tipo V: son las de un bajo consumo de energía y superficie sólida homogénea por poseer mesoporosidad.

Tipo VI: son de las superficies con una estructura muy homogénea (por ejemplo, grafito pirolítico) usando, por ejemplo, el argón y metano, adsorbatos (pero no de nitrógeno).

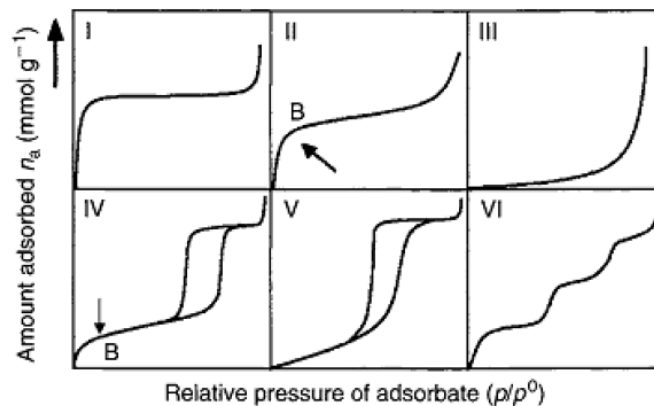


Figura 1.4 Clasificación según la IUPAC de las formas de las isothermas de adsorción (Colina, 2012).

II. Adsorción de soluciones diluidas

Los contaminantes de los suministros de agua están en concentraciones bajas y el conocimiento de su comportamiento hacia los adsorbentes es fundamental, de ahí

la importancia de la solución. Las principales diferencias entre la adsorción de la fase gaseosa y la fase líquida son las siguientes:

- a) Una solución es típicamente un sistema de más de un componente. En los sistemas experimentales, hay al menos dos sustancias que pueden adsorber. Para una solución diluida, la adsorción de un tipo de molécula consiste en la sustitución de la otra. Así, las moléculas se adsorben no sólo porque se sienten atraídas a las superficies sólidas, sino también porque la solución puede rechazarlos. Un ejemplo típico es el de la unión de moléculas hidrófobas en adsorbentes hidrofóbicos a partir de soluciones acuosas que es impulsado principalmente por su antipatía hacia el agua y no por su atracción a la superficie.
- b) Isotermas de la solución puede presentar no idealidad, no sólo debido a las interacciones laterales entre las moléculas adsorbidas, sino también a la no idealidad de la solución.
- c) Los procesos de condensación capilar de la solución parecen ser menos común que la de la fase de gas, debido a las fuerzas de interacción fuerte de detección en los fluidos condensados.

Las isotermas lineales no son comunes en la adsorción sobre carbón, pero se encuentran en la parte inicial de las isotermas en superficies homogéneas. El tipo Langmuir (L) con frecuencia se produce, incluso cuando las premisas de la teoría de Langmuir no se cumplen. Tipo F , típico de las superficies heterogéneas, es quizás la más común. Isotermas de alta afinidad se caracterizan por un aumento inicial muy fuerte, seguido de un pseudomeseta.

Isotermas sigmoideas se han obtenido con superficies homogéneas, como los negros de carbón grafitado. Estadísticamente, la adsorción de soluciones diluidas es simple porque el disolvente se puede interpretar como primitivo, es decir, como un continuo sin estructura. Por lo tanto, todas las ecuaciones derivadas de la adsorción de gases en monocapa siguen siendo válidas después de reemplazar a

la presión ejercida por la concentración y la modificación de las dimensiones de algunos parámetros.

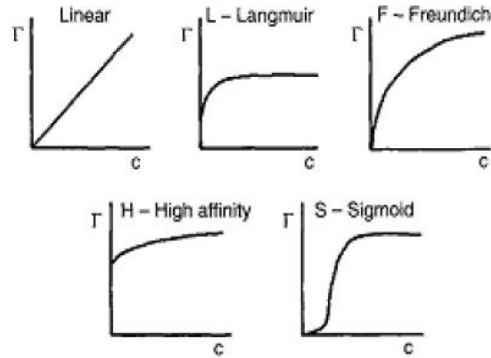


Figura 1.5 Isotermas de adsorción más comunes encontradas desde soluciones acuosas sobre materiales carbonosos (Mendoza Molina, 2012).

Entre los adsorbente más utilizados para aplicaciones industriales está el carbón activado granular (CAG). Las isotermas más comunes aplicadas en el sistema sólido-líquido son la isoterma de equilibrio teórico, de Langmuir y el más conocido y más utilizado para la isoterma de adsorción de un soluto de una solución líquida, el de Freundlich (Mendoza Molina, 2012).

1.2.2.1 Isoterma de Freundlich

En 1906 Freundlich, estudiando la adsorción de un soluto sobre carbón activado, encontró una relación de tipo exponencial entre la cantidad de soluto adsorbido y la concentración en equilibrio, el cual se expresa mediante la siguiente ecuación:

$$q_e = kC_e^{1/n} \quad \text{Ec.1.1}$$

Donde q_e es la cantidad de adsorbible removido por unidad de masa de adsorbente (mg/g), C_e es la concentración en el equilibrio (mg/dm³), k es la constante de equilibrio (m^gg⁻¹ (dm³mg⁻¹)^{1/n}) y n es una constante relacionada con la afinidad entre el adsorbente y el soluto. La Ecuación 1.1 puede linealizarse aplicando logaritmo natural:

$$\ln(q_e) = \ln(k) + \frac{1}{n} \ln(C_e) \quad \text{Ec. 1.2}$$

De forma que representando $\ln(q_e)$ contra $\ln(C_e)$ de los valores de la pendiente y la ordenada al origen se obtienen los parámetros de la isoterma de Freundlich k y n (Ortega, 2012).

1.2.2.2 Isoterma de Langmuir

El modelo de Langmuir fue originalmente desarrollado para representar la adsorción de un sistema gas-sólido con carbón activado y ha sido ampliamente utilizado para estudiar la adsorción de un soluto en fase líquida. En este modelo la atracción entre el soluto y la superficie del adsorbente se basa fundamentalmente en fuerzas físicas (fuerzas electrostáticas o de Van der Waals) y en su aplicación se asume, por un lado, que la adsorción ocurre en sitios activos idénticos de la superficie del adsorbente y por otro, que una vez el soluto ocupa un lugar, no puede ocurrir otra adsorción en este mismo sitio (adsorción en monocapa). La isoterma de Langmuir puede representarse de la siguiente manera:

$$q_e = \left(\frac{q_{max} b C_e}{1 + b C_e} \right) \quad \text{Ec. 1.3}$$

Donde q_{max} y b son las constantes de Langmuir, y representan la capacidad máxima de adsorción de la fase sólida (mgg^{-1}) y la constante de energía relacionada con el calor de adsorción respectivamente ($\text{dm}^3\text{mg}^{-1}$). Esta ecuación puede ser rearrreglada de forma lineal por la conveniencia del trazado y determinación de las constantes de Langmuir, de la siguiente manera (Ortega, 2012):

$$\frac{C_e}{q_e} = \frac{1}{b q_{max}} + \frac{C_e}{q_{max}} \quad \text{Ec.1.4}$$

Las características esenciales de las isotermas de Langmuir pueden ser expresadas en términos de un parámetro de equilibrio adimensional (R_L) (Mendoza Molina, 2012).

$$R_L = \frac{1}{1+bc_o} \quad \text{Ec. 1.5}$$

Donde b es la constante de Langmuir y C_o es la concentración más alta de Pb en mg/L. El valor de R_L indica que el tipo de isoterma puede ser desfavorable ($R_L > 1$), lineal ($R_L = 1$), favorable ($0 < R_L < 1$) o irreversible $R_L = 0$.

1.3 CARBÓN ACTIVADO

En el presente trabajo se estudia la remoción de plomo en aguas en sistema por lotes y sistema continuo, usándose carbón activado a partir de estopa de coco como adsorbente. La selección de este material fue debido a su fácil adquisición, pues es considerado un desecho agrícola.

1.3.1 Breve historia del carbón activado

La primera aplicación industrial del carbón activo tuvo lugar en 1794, en Inglaterra, utilizándose como agente decolorante en la industria del azúcar. Esta aplicación permaneció en secreto por 18 años hasta que en 1812 apareció la primera patente.

En 1854 tiene lugar la primera aplicación a gran escala del carbón activo en fase gas, cuando el alcalde de Londres ordena instalar filtros de carbón vegetal en los sistemas de ventilación de las cloacas. En 1872, aparecen las primeras máscaras con filtros de carbón activo utilizadas en la industria química para evitar la inhalación de vapores de mercurio. Sin embargo, el término adsorción no fue utilizado hasta 1881 por Kayser para describir como los carbonizados atrapaban los gases. Aproximadamente por estas fechas R. von Ostrejko, considerado el inventor del carbón activo, desarrolla varios métodos para producir carbón activo tal y como se conoce en nuestros días, más allá de simples carbonizados de materiales orgánicos o del carbón vegetal. Así, en 1901 patentó dos métodos diferentes para producir carbón activo. El primero consistía en la carbonización de materiales lignocelulósicos con cloruros de metales; lo cual resultó la base de lo que hoy en día es la activación química. En el segundo, proponía una gasificación suave de materiales previamente carbonizados con vapor de agua o CO_2 ; es decir una

activación física, o más correctamente térmica. La Primera Guerra Mundial, y el uso de agentes químicos durante esta contienda, trajeron como consecuencia la necesidad urgente de desarrollar filtros de carbón activo para máscaras de gas. Sin duda este acontecimiento fue el punto de partida para el desarrollo de la industria de carbón activo y de un buen número de carbones activos usados no solo en la adsorción de gases tóxicos sino en la potabilización de agua. A partir de este momento tuvo lugar el desarrollo de multitud de carbones activos para las aplicaciones más diversas: depuración de gases y aguas, aplicaciones médicas, soporte de catalizadores, etc.

Actualmente, entre los usos del carbón activado cabe resaltar las aplicaciones medio ambientales, en las cuales los carbones activados son adsorbentes muy apreciados por sus propiedades. Tanto así, que la Agencia Estadounidense para la Protección del Medio Ambiente (U.S. Environmental Protection Agency) ha reconocido la adsorción sobre carbón activado como una de las mejores tecnologías disponibles para la eliminación de compuestos orgánicos e inorgánicos de efluentes acuosos (Ramírez Guerra, 2009).

1.3.2 Definición de carbón activado

El nombre de carbón activado se aplica a una serie de carbones porosos preparados artificialmente, a través de un proceso de carbonización, para que exhiban un alto grado de porosidad y una alta superficie interna (Luna, González, Gordon, y Martín, 2007).

Los carbones activados son elaborados a partir de diferentes materiales orgánicos que poseen un elevado contenido de carbono, entre ellos están: la madera, cáscaras de semillas de frutos, huesos de animales, carbón mineral, etc.

Con el término genérico de carbón se conoce a los compuestos que tienen en su composición al elemento carbono (C), ordenado regularmente. Los átomos situados en la parte exterior de la estructura cristalina disponen de fuerzas de atracción libre, lo que les permite atraer compuestos existentes en su inmediato alrededor. Todos

los átomos de carbono de una estructura cristalina se atraen unos a otros, adquiriendo una estructura ordenada. Una de las maneras más sencillas de diferenciar los carbones que se encuentran en la naturaleza de aquellos que son fabricados por el hombre, es de acuerdo al grado de ordenamiento de sus átomos. En el extremo de mayor orden se encuentra el diamante y poco antes de éste el grafito. De acuerdo con esto un carbón estará más ordenado mientras su proceso de formación se haya llevado a cabo a mayor temperatura y a mayor tiempo (Grupo TAR, 2016).

1.3.3 Mecanismos de operación como adsorbente

El carbón activado posee la virtud de adherir o retener en su superficie uno o más compuestos (átomos, moléculas, iones) que se encuentren disueltas en el líquido que está en contacto con él. Este fenómeno se denomina poder adsorbente. La adsorción es la responsable de purificar, desodorizar y decolorar el agua u otros líquidos o gases que se entren en contacto con el material adsorbente (Ramírez Guerra, 2009).

Desde un punto de vista estructural, el carbón activado se puede ver como un grafito en bruto con una estructura aleatoria o amorfa, muy poroso, con poros de tamaños muy diversos, desde grietas y rendijas visibles a grietas y rendijas de dimensiones moleculares. Esta falta de ordenamiento es la razón por la cual el carbón activado posee una estructura porosa muy desarrollada, dando como consecuencia una superficie muy elevada, útil para los procesos de adsorción.

Los poros de carbón activado se pueden clasificar por tamaño y también por función. De acuerdo a su función los poros pueden clasificarse en poros de adsorción o de transporte. Los poros de adsorción son las únicas regiones de una partícula de carbón activado con suficiente fuerza de adsorción para adsorber impurezas. Son los poros más pequeños de la partícula, y consisten en huecos situados entre placas de grafito de entre 1 o 5 veces el diámetro de molécula que puede retenerse. Los poros de transporte son los más grandes de la partícula, y van desde poros de 5

moléculas de diámetro a grietas y rendijas visibles. Los poros de transporte consisten en una amplia variedad de estructuras de tamaños y formas de cinco órdenes de magnitud en una única partícula de carbón activado. Los poros de transporte son demasiado grandes para adsorber y por tanto funcionan, simplemente, como difusores que transportan el adsorbato a los puntos de adsorción.

Por su tamaño, según la IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry- Unión Internacional de Química Pura y Aplicada), se distinguen tres grupos de poros: macroporos (> 50 nm diámetro), mesoporos ($2-50$ nm diámetro) y microporos (< 2 nm diámetro).

En general, los microporos contribuyen a la mayor parte del área de superficie interna. En general, los macros y mesoporos se pueden considerar las autopistas de entrada a la partícula de carbono, y son básicos para la cinética (Desotec, 2014).

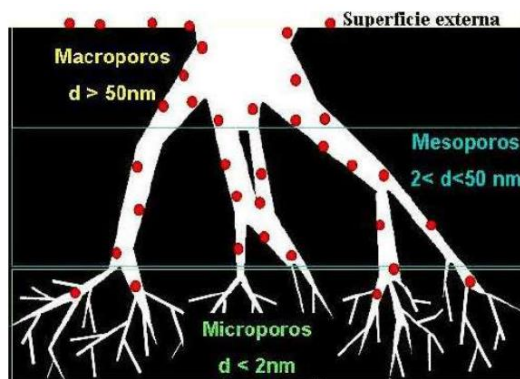


Figura 1.6 Tipos de poros presentes en el carbón activado (Hidalgo Segovia y Rivera Garcés, 2017).

Sin embargo, las propiedades adsorbentes de un carbón activado no sólo se ven influenciadas por su estructura porosa, sino también por su naturaleza química. Una naturaleza química, relacionada con los grupos funcionales superficiales principalmente de oxígeno y los compuestos presentes en la materia inorgánica del carbón activado, que posee un efecto importante en los procesos de adsorción.

Estos grupos funcionales introducen polaridad en la superficie del carbón lo que tiene efecto en las propiedades adsorbentes (Ramírez Guerra, 2009).

El intercambio iónico de los grupos ácidos al liberar protones en medios acuosos y de los grupos básicos en captarlos cuando se encuentran en un medio ácido, promueve la aparición de cargas positivas o negativas en la superficie del carbón activado. La superficie del carbón activado incluye una amplia variedad de grupos superficiales, estos grupos están compuestos principalmente por oxígeno, y pueden ser de carácter ácido, básico o neutro, los cuales determinan características del material tales como acidez y basicidad total, carga superficial y el carácter hidrofóbico o hidrofílico del sólido (Estupiñán, 2011).

De estos grupos superficiales los que contienen oxígeno son los más usuales. Dada el área relativamente alta de fin de plano de los carbones activados presentan una fuerte propensión a quimisorber (o quemisorber) oxígeno. Este oxígeno molecular quemisorbido puede disociarse en átomos que reaccionen químicamente con átomos de carbono para formar compuestos oxigenados superficiales.

Este proceso de oxidación es más significativo en carbones activados tratados a altas temperaturas. El contenido superficial del oxígeno no se debe sólo a reacciones con oxígeno, sino que puede reaccionar con otros gases o disoluciones oxidantes. Así, la superficie del carbón activado se conforma por oxidación con diferentes agentes oxidantes para crear grupos oxigenados superficiales, o mediante su eliminación por tratamiento térmico. Los átomos de carbono de los planos basales poseen orbitales π , que contienen electrones más o menos deslocalizados dentro de estos planos basales. La presencia o ausencia de los grupos superficiales, así como el mayor o menor grado de deslocalización de los electrones, afecta a las interacciones del carbón con otros elementos o compuestos (Ariza, 2012).

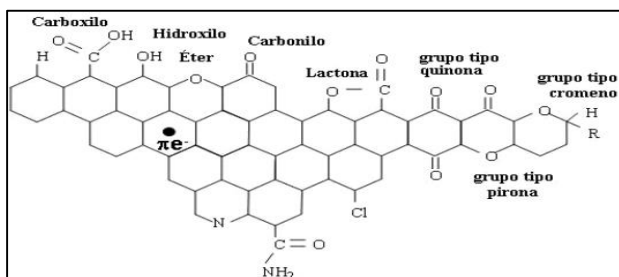


Figura 1.7 Principales grupos funcionales presentes en la superficie de un carbón activado (Ariza, 2012).

1.3.4 Propiedades y condiciones que afectan la adsorción en carbón activado

La adsorción en carbón activado se ve afectada por diversas propiedades tanto del carbón como del adsorbato, así como por las condiciones en el que se lleva a cabo este fenómeno. Las propiedades que afectan la adsorción son las siguientes:

I. Propiedades relacionadas con el tipo de carbón activado

- a) La adsorción aumenta cuando el diámetro de los poros predominantes está entre una y cinco veces el diámetro del adsorbato.
- b) Diferencias en la química superficial y en los contribuyentes de las cenizas pueden afectar la adsorción, especialmente en fase líquida (Ramírez Guerra, 2009).

II. Propiedades relacionadas con el adsorbato

- a) El tipo de compuesto que desea ser eliminado. Los compuestos con elevado peso molecular y baja solubilidad se absorben más fácilmente.
- b) La concentración del compuesto que desea ser eliminado. Cuanto más alta sea la concentración, más carbón se necesitará.
- c) Presencia de otros compuestos orgánicos que competirán con otros compuestos por los lugares de adsorción disponibles.
- d) El pH del agua. Por ejemplo, los compuestos ácidos se eliminan más fácilmente a pH bajos (Lenntech BV, s.f.).

III. Propiedades relacionadas con el líquido que rodea al carbón activado

- a) Generalmente aumenta la adsorción al disminuir el pH.

- b) A mayor temperatura disminuye la viscosidad del solvente, facilitando la difusión hacia los poros (Ramírez Guerra, 2009).

1.3.5 Activación del carbón

La obtención de carbón activado está basada en dos etapas fundamentales: la carbonización de la materia prima y la activación del producto carbonizado. En general, todos los materiales carbonosos pueden ser transformados en carbón activado, siendo las propiedades del producto final dependientes de la naturaleza de la materia prima, del agente activante, las condiciones del proceso de carbonización como del de activación. En la Tabla 1.4 se muestra el efecto de la temperatura de carbonización sobre los porcentajes de carbón fijo y materia volátil para carbones vegetales.

Tabla 1.4 Efecto de la temperatura de carbonización sobre el rendimiento y composición del carbón vegetal (Prías Barragán, Rojas González, Echeverry Montoya, Fonthal, y Ariza Calderón, 2011).

Temperatura de carbonización (°C)	Carbón fijo (%)	Material volátil (%)
300	68	31
500	86	13
700	92	7



Figura 1.8 Materia prima para carbón activado (preparación y caracterización de carbón activado de origen vegetal, 2018).

Existen dos formas de activación del carbón: el proceso físico o también llamado térmico y el proceso químico.

I. Proceso físico

El proceso se inicia con la etapa de carbonización, de modo que se logre la deshidratación y la desvolatilización de forma controlada, obteniéndose un carbonizado con elevado por ciento en carbono fijo y una estructura porosa inicial. Durante la carbonización los elementos no carbonosos, como el hidrógeno y oxígeno, presentes en la materia prima, son eliminados en parte por pirólisis del material y los átomos de carbono se organizan en estructuras microcristalinas conocidas como "cristalitas gráficas elementales". El proceso de carbonización (o pirólisis) consiste en un tratamiento térmico sin la adición de otras sustancias químicas ajenas al material a temperaturas entorno a 600-850°C (Recobert, 2015). Entre estos microcristales hay espacios libres, debido a que su ordenamiento es irregular. Estos espacios o intersticios son bloqueados por carbono amorfo, alquitranes y otros residuos de la descomposición pirolítica del material celulósico. Como resultado de ello los carbones producto de la carbonización sólo presentan una pequeña capacidad de absorción aumentándose esta capacidad a través del proceso de activación.

El proceso físico de activación consiste en carbonizar la materia prima llegando al rojo vivo para expulsar los hidrocarburos, pero sin el suficiente aire para llegar a la combustión, obteniéndose así un carbón primario. Luego se expone éste a un agente oxidante, normalmente el vapor de agua, la reacción es endotérmica por lo que es necesario generar una temperatura constante (800–1000 °C). El proceso físico también se conoce como activación térmica a pesar de que la activación se produce debido a una reacción (química) del agente activante (un oxidante como el aire, vapor de agua, CO₂, etc).

II. Proceso químico

Este proceso se desarrolla en una sola etapa, calentando en atmósfera inerte una mezcla del agente activante con el material de partida. Las sustancias más usadas

son: ácido fosfórico (H_3PO_4), Cloruro de cinc ($ZnCl_2$), ácido sulfúrico (H_2SO_4), aunque también se han usado sulfuros y tiocianatos de potasio, cloruros de calcio y magnesio, hidróxidos de metales alcalinos, entre otras sustancias, siempre en dependencia de la materia prima original a utilizar y el mayor o menor volumen de poros de un tipo o de otro que se quiera obtener. El proceso involucra el mezclado de la materia prima original con el agente activante (deshidratante), formando una pasta que luego es secada y carbonizada en un horno, a una temperatura entre 200 y 650 °C, ocurriendo una deshidratación con el resultado final de la creación de una estructura porosa y una ampliación del área superficial. Los parámetros fundamentales que controlan el proceso de activación química y el producto a obtener son: la relación de impregnación, la temperatura de activación y el tiempo de residencia. La dependencia de la estructura del carbón con estas variables puede ser seguida por los cambios en las formas de las isotermas de adsorción (Grupo TAR, 2016).

1.3.6 Forma física y tamaño del carbón

El carbón activado puede encontrarse en presentaciones como: gránulos irregulares (CAG), polvo (CAP), pellets, fibras o teles, siendo los primeros dos los más utilizados.

I. Carbón activo en polvo (pulverizado)

Los carbones activados pulverizados tienen una gran área superficial y una estructura porosa bien definida, en la cual predominan los medios y macroporos. Éste se añade al fluido a tratar, por lo cual posteriormente se remueve por filtración y/o sedimentación luego de estar en contacto un determinado tiempo. El contacto íntimo que se produce con el fluido es debido al tamaño de sus partículas, así como sus propiedades de humedad y sedimentación (Hidalgo Segovia y Rivera Garcés, 2017). Presentan un tamaño medio de partícula entre 15 y 25 μm (Carrillo & Sánchez Muños, 2013).



Figura 1.9 Carbón activo en polvo (Carbotecnia, 2014).

II. Carbón activo granular

El carbón activo granular es producido en base a materias primas rígidas, lo que le permite al carbón adquirir la dureza requerida para prevenir las pérdidas por fricción y manipulación. Tienen una elevada área superficial, que le confiere una gran capacidad de adsorción dependiendo de su aplicación. Por lo general, son empleados en columnas de lechos fijos o móviles para tratar los fluidos (Hidalgo Segovia y Rivera Garcés, 2017). Presenta tamaños menores de 100 μm , siendo los tamaños típicos entre 1 y 5 mm (Carrillo y Sánchez Muños, 2013).



Figura 1.10 Carbón activo granular (Carbotecnia, 2014).

1.3.7 Caracterización física y química del carbón activado

Durante el proceso de carbonización los elementos no carbonosos como el hidrógeno y oxígeno, presentes en la materia prima son eliminados en parte por la pirolisis del material y los átomos de carbono se organizan en estructuras

microcristalinas, así también la química superficial del material cambia luego de todo el proceso. Por lo que un análisis físico-químico al material obtenido es requerido para verificar si cumple con los estándares requeridos para un buen desempeño en su uso final.

1.3.7.1 Análisis físico

El análisis físico de carbón se define como la determinación de humedad, contenido de cenizas y materia volátil. Se especifica, a continuación, las respectivas normas:

- ASTM D2867-99, Standard Test Methods for Moisture in Activated Carbon
- ASTM D2866-94, Standard Test Methods for Total Ash Content of Activated Carbon
- ASTM D5832-98, Standard Test Methods for Volatile Matter Content of Activated Carbon Samples

El contenido de humedad se debe especificar ya que mientras mayor sea su contenido menor será el porcentaje de carbón neto. En el caso del tratamiento de agua, la desventaja fundamental de las cenizas consiste simplemente en que mientras mayor es su porcentaje, menor es la cantidad de carbón realmente efectivo (Ramírez Guerra, 2009). La determinación de materia volátil puede usarse como una medida relativa del grado de carbonización en un carbón activado y el grado de carga de material volátil sobre un carbón activado que se ha usado en una aplicación de adsorción. Combinado con otra información, la materia volátil de un carbón activado puede ser útil en la evaluación de su desempeño en aplicación de adsorción (ASTM D5832-98).

1.3.7.2 Distribución del tamaño de partícula del carbón activado granular

Es necesario conocer la distribución del tamaño de partícula del carbón activado a fin de proporcionar el contacto apropiado de gases o líquidos en un lecho empacado del material. Cambios en la distribución del tamaño de partícula puede afectar la caída de presión a través del lecho y la tasa de adsorción en un lecho de tamaño

dado. Un peso conocido de carbón activado es colocado arriba del tamiz superior de un conjunto apilado de tamices U.S Standard y sacudido bajo condiciones estándar por un período específico de tiempo. Luego, con porcentaje de peso del total retenido en cada tamiz y la bandeja del fondo es determinado (ASTM D2862-97).

Según Ramírez Guerra (2009), los carbones granulados utilizados para el tratamiento de agua y de líquidos en general tienen un rango típico entre granulometrías de 8x30, 12x40, 14x30 y 14x40.

1.3.7.3 Fluorescencia de rayos X

La fluorescencia de rayos X (FRX) es una técnica espectroscópica que utiliza la emisión secundaria o fluorescente de radiación X generada al excitar una muestra con una fuente de radiación X. La radiación X incidente o primaria expulsa electrones de capas interiores del átomo. Los electrones de capas más externas ocupan los lugares vacantes, y el exceso energético resultante de esta transición se disipa en forma de fotones, radiación X fluorescente o secundaria, con una longitud de onda característica que depende del gradiente energético entre los orbitales electrónicos implicados, y una intensidad directamente relacionada con la concentración del elemento en la muestra. La FRX tiene como finalidad principal el análisis químico elemental, tanto cualitativo como cuantitativo, de los elementos comprendidos entre el flúor (F) y el uranio (U) de muestras sólidas (filtros, metales, rocas, muestras en polvo, tejidos, etc.) y líquidas porque permite hacerlos sin preparación de la muestra (Universidad de Alicante, s.f.).

1.3.7.4 Espectroscopia infrarroja

Esta espectroscopia se fundamenta en la absorción de la radiación IR por las moléculas en vibración. Una molécula absorberá la energía de un haz de luz infrarroja cuando dicha energía incidente sea igual a la necesaria para que se dé una transición vibracional de la molécula. Es decir, la molécula comienza a vibrar de una determinada manera gracias a la energía que se le suministra mediante luz

infrarroja. En principio, cada molécula presenta un espectro IR característico (huella dactilar), debido a que todas las moléculas (excepto las especies diatómicas homonucleares como O₂ y Br₂) tienen algunas vibraciones que, al activarse, provocan la absorción de una determinada longitud de onda en la zona del espectro electromagnético correspondiente al infrarrojo.

De esta forma, analizando cuales son las longitudes de onda que absorbe una sustancia en la zona del infrarrojo, podemos obtener información acerca de las moléculas que componen dicha sustancia.

La espectroscopia infrarroja tiene su aplicación más inmediata en el análisis cualitativo: detección de las moléculas presentes en el material (Universidad del País Vasco, s.f.)

1.3.7.5 pH del carbón activado

Cuando un fluido que contiene un adsorbato se pasa a través de un lecho de carbón activado, reacciones químicas toman lugar entre el carbón activado, sus otros constituyentes no carbonosos y el adsorbato contenido en el fluido. El pH del carbón puede ser un parámetro significativo de tal reacción y, por lo tanto, puede ser una característica importante (ASTM D3838, 1999).

Un carbón activado de concha de coco, aunque se activa con vapor de agua y sin intervención de reactivos químicos, contiene sodio y potasio en forma de óxidos, que provienen de la misma materia prima; al disolverse en agua, éstos forman hidróxidos que aumentan el pH de la misma.

Si el pH del extracto acuoso es igual al del agua que va a tratarse, no ocurre alteración en esta última. Cuando es diferente, solamente se modificará el pH de los primeros litros tratados. En su defecto el usuario puede agregar un ácido o un álcali e inundar el carbón activado granular en agua hasta lograr el pH requerido (Ramírez Guerra, 2009).

1.3.8 Reactivación del carbón activado

Los lechos de carbón activo van perdiendo capacidad de adsorción a medida que el propio carbón va saturándose de las sustancias adsorbidas, llegando a un punto de ruptura tal que habrá que tomar la decisión de proceder a su regeneración, para lo cual hay que extraer este carbón y trasladarlo a la instalación de regeneración correspondiente (Hernández Castro y Ortez Morán, 2006).

Los métodos para regenerar el carbón granular se basan en:

- I. Paso de vapor a baja presión a través del lecho, para evaporar y eliminar el disolvente ocluido. Si el carbón usado sólo ha adsorbido algunos productos muy volátiles, puede practicarse la regeneración del mismo mediante vapor, que además es útil para quitar la obstrucción de la superficie de los gránulos y esterilizar el carbón.
- II. Extracción del adsorbato mediante un disolvente, un ácido o un álcali. Se citan desarrollos que emplean un disolvente a 100°C y a pH elevado, con pérdidas de carbón del orden del 1 %.
- III. Regeneración por vía térmica.
- IV. Tratamiento del carbón con gases oxidantes.

Es frecuente el uso de una de las dos primeras técnicas en combinación con las siguientes; así, el carbón granular se regenera fácilmente por oxidación de la materia orgánica y su posterior eliminación de la superficie del carbón en un horno (Textos científicos, s.f.)

La técnica de regeneración de mayor uso es la térmica, pero ésta demanda un alto consumo de energía y es necesario el traslado del carbón a empresas donde pueda ser tratado.

El Instituto de Materiales de la Universidad de Alicante en el año 2017 desarrolló un nuevo procedimiento para la regeneración de materiales porosos saturados con contaminantes mediante métodos electroquímicos. Esta tecnología permite la

regeneración del carbón activado y la transformación de los contaminantes desorbidos en un solo paso y en el mismo sitio (in situ) donde se produce la saturación del material poroso. Se trata de un proceso muy sencillo, eficiente y económico que aporta una serie de ventajas respecto a la regeneración térmica utilizada actualmente, entre ellas: posee un alto rendimiento en la regeneración, permite destruir los contaminantes adsorbidos o transformarlos en otros (menos tóxicos o de alto valor añadido), no se modifica la porosidad y las propiedades iniciales del carbón, tiene un consumo más bajo de energía y la tecnología se puede adaptar a los sistemas existentes para llevar a cabo la regeneración in situ. Además, esta tecnología permite aumentar la velocidad de adsorción de los contaminantes y la capacidad de adsorción del material poroso. En la regeneración electroquímica se aplica una diferencia de potencial entre dos electrodos mediante una fuente de corriente continua, lo que provoca una polarización del material poroso. Esta polarización afecta a las interacciones entre las especies retenidas y el material poroso, modificando el equilibrio de adsorción de estas especies. Según la naturaleza de las especies retenidas, el pH del medio y otros factores, se puede favorecer la desorción de los contaminantes, con la consiguiente regeneración completa del material poroso usado (saturado con contaminantes) de un modo suave, sencillo, rápido y económico.

Además, una vez desorbido el contaminante, puede ser eliminado completamente (si es un compuesto orgánico, se puede llegar a CO_2 y H_2O), transformarlo en otro (menos tóxico o de mayor valor añadido), o recuperarlo para su venta y/o incorporación de nuevo al proceso productivo.

Otra de las posibilidades que permite este nuevo tratamiento electroquímico es el aumento del proceso de adsorción, ya que mejora tanto la cantidad de contaminante adsorbido, como la velocidad de adsorción.

Por tanto, el proceso de regeneración electroquímica es muy versátil y permite tanto la regeneración del carbón activado al término de su vida útil, como la

transformación del contaminante. Además, permite el aumento del rendimiento en el proceso de adsorción durante el uso del carbón activado.

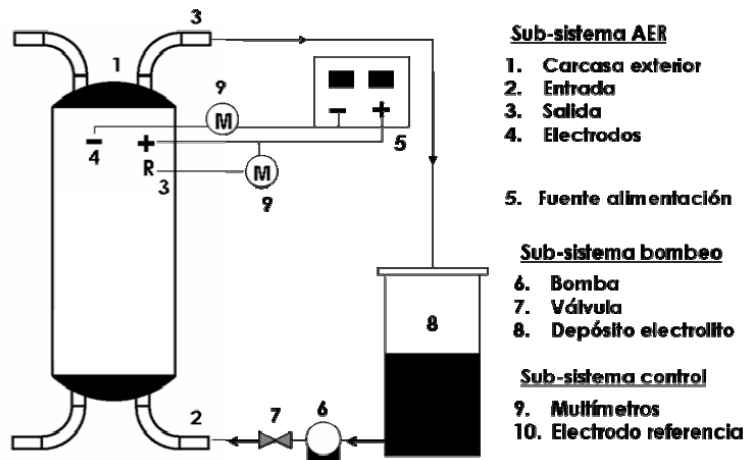


Figura 1.11 Diagrama esquemático de los componentes del sistema de adsorción-regeneración electroquímica de carbón activado (Lozano, 2013).

En casos en los que no se considere la regeneración del adsorbente, se deberá disponer del mismo de acuerdo con la legislación y manejarlo como un residuo peligroso.

1.3.9 Disposición final de carbón activado contaminado con plomo

Al agotarse la posibilidad de regeneración de los adsorbentes, es necesario realizar la disposición final de los mismos.

Entre los métodos de disposición final para residuos sólidos peligrosos se encuentran:

- I. Reducción de volumen
- II. Estabilización y solidificación (encapsulado)
- III. Enterrado
- IV. Exportación a países desarrollados (sólo con fines de tratamiento y disposición final)

Los desechos peligrosos se mezclan con otros materiales para ser capturados o fijados, formando una estructura sólida. El objetivo es convertir los desechos peligrosos en un sólido inerte, estable, de baja lixiviabilidad (la lixiviación es el proceso por el cual los contaminantes se transfieren de una matriz estabilizada a un medio líquido como el agua) y con suficiente fuerza mecánica, se previene que migren hacia el agua.

La solidificación depende de las características de los desechos. Los materiales usados en la solidificación son:

- I. Cementos,
- II. Limo o materiales puzolánicos (porcelana),
- III. Materiales termoplásticos: betún, parafina o polietileno,
- IV. Silicatos fundidos
- V. Arcillas (Salas Jiménez, Quesada Carvajal y Harada, 2009)

En el país, el MARN, en el año 2015 propone en el Lineamiento Técnico para el Tratamiento y Disposición final de Desechos Contaminados con Plomo, realizar la estabilización de material contaminado con plomo mediante la cementación en una matriz de hormigón y la posterior evaluación de la lixiviación del plomo mediante el análisis del contaminante por la técnica de absorción atómica. Si la determinación de no peligrosidad de los bloques de hormigón de la muestra de lixiviación reporta concentraciones menores o iguales a 5 ppm de plomo, estos podrán ser dispuestos en un relleno sanitario que cuente con el permiso ambiental de funcionamiento. De encontrarse concentraciones mayores de plomo, los bloques deberán ser triturados y mezclados nuevamente con una proporción mayor de cemento portland a fin de garantizar la cementación de plomo. Posteriormente, se deberá evaluar la no peligrosidad mediante la lixiviación.

1.3.10 Carbón activado a partir de estopa de coco (*Cocos nucifera*)

Coco es comúnmente llamado al fruto del árbol cocotero, de la familia de las palmáceas, especie *Cocos nucifera*; el árbol tiene un tronco cilíndrico de 30 – 45

centímetros de diámetro aproximadamente y dependiendo de la especie hasta 30 metros de altura, marcado por anillos que señalan la posición de las hojas que ha ido perdiendo. En el extremo superior se encuentran las hojas curvadas en forma de arco que llegan a tener de 3 a 4,5 metros de longitud. El fruto cuelga en racimos de 10 a 20 unidades y en cada árbol puede haber, dependiendo de la época unos 10 racimos. El Coco maduro es de forma ovoidal, de unos 30 centímetros de longitud y puede llegar a pesar hasta 2,5 kilogramos, está revestido de una cáscara fibrosa (exocarpo) de 4 o 5 centímetros de espesor que envuelve una cáscara dura (endocarpo) de 5 milímetros de espesor; parte del exocarpo es una capa intermedia (mesocarpo) que recubre el endocarpo y dentro de este último está una pulpa blanca oleaginosa (endosperma) conteniendo en su cavidad central un líquido dulce conocido como agua de coco (cotiledón) de aproximadamente 300 gramos, que se encuentra encerrado en el interior hueco del fruto (García Rodríguez y Guerrero, 2003).

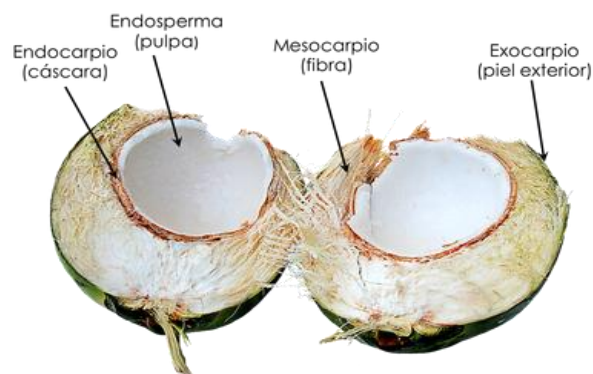


Figura 1.12 Esquema de las partes del coco (González, 2016).

En El Salvador existen 7,000 ha de cocotero; es la especie de fruta tropical que mejor se adapta a la zona costera y playas del país.

La mayoría de las tierras cultivadas de cocotero se encuentran ubicadas en las zonas costeras del país: en los departamentos de La Paz, La Libertad, Sonsonate, Ahuachapán y Usulután (en las Islas de la bahía de Jiquilisco) donde se encuentra

el 50 % del área cultivada, sin embargo, el cocotero se adapta en los valles intermedios: Jiboa, Lempa -Acahuapa, Atiococho, San Andrés y Zapotitlán.

En el país el uso más frecuente es el de fruta fresca, consumiéndose el agua como fruta fresca, el palmito es la yema terminal del cocotero y se consume crudo, del endosperma de la semilla se obtiene aceite de coco que se utiliza en la fabricación de aceites comestibles, jabones, detergentes y otros subproductos. (García Rodríguez y Guerrero, 2003).

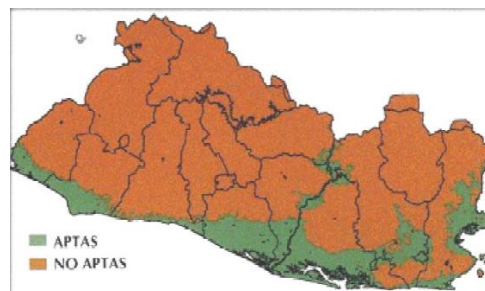


Figura 1.13 Zonas potenciales y productoras de coco en El Salvador (García Rodríguez y Guerrero, 2003).

La demanda mundial de carbón activado está incrementando. Las materias primas utilizadas no son renovables. Consecuentemente, todas las fuentes posibles deben ser investigadas. Por lo tanto, la preparación de carbón activado con área de alta superficie del subproducto agrícola es un tema muy interesante. La estopa de coco es adecuada para la preparación de carbón activado microporoso debido a su excelente estructura natural y a su bajo contenido de cenizas. La conversión de estopa de coco en carbones activados que pueden usarse como adsorbentes en la purificación del agua o tratamiento de efluentes industriales y municipales agregaría valor a estos productos agrícolas, ayudará a reducir el costo de eliminación de desechos y proporcionará una alternativa potencialmente barata a los carbones comerciales existentes (Hernández Rodríguez, Yperman, Otero Calvis, y Falcón Hernández, 2017).

El mesocarpio de coco posee grandes potencialidades para adsorber iones de metales pesados. Su naturaleza porosa es un elemento que influye en su elevada adsorptividad, además contiene lignina (15-36%), celulosa (33-61%), pentosa (29,27%) y ceniza (0,61%), entre otros componentes. Sus propiedades adsorptivas se atribuyen a la presencia de algunos grupos funcionales, como el carboxilo, el hidroxilo, y la lactona, que tienen una elevada afinidad por los iones metálicos. La interacción que gobierna la captación de los iones metálicos en el mesocarpio está dada principalmente por la presencia de lignina y celulosa, ya que poseen grupos funcionales como alcoholes y grupos carboxilo, que intervienen en el intercambio del ion mediante la formación de complejos con los cationes metálicos (Pérez, 2015).

A continuación, en la Tabla 1.5 se presenta algunas características de materias primas para elaboración de carbones activados, el fruto del cocotero se perfila en la casilla de materiales que contienen lignina:

Tabla 1.5 Características de algunas materias primas del carbón activado (Hidalgo Segovia y Rivera Garcés, 2017).

Materia prima	Carbón (%)	Volátiles (%)	Densidad (g/cc)	Ceniza (%)	Textura del carbón activado	Aplicación
Madera suave	40-45	55-60	0,4-0,5	0,3-1,1	Suave, gran volumen de poro	Adsorción en fase acuosa
Madera dura	40-42	55-60	0,55-0,80	0.3-1.2	Suave, gran volumen de poro	Adsorción en fase acuosa
Lignina	35-40	58-60	0,3-0,4	--	Suave, gran volume de poro	Adsorción en fase acuosa

Continúa...

Tabla 1.5 Características de algunas materias primas del carbón activado (Hidalgo Segovia & Rivera Garcés, 2017). Continuación

Materia prima	Carbón (%)	Volátiles (%)	Densidad (g/cc)	Ceniza (%)	Textura del carbón activado	Aplicación
Cáscara de nuez	40-45	55-60	1,4	0,5-0,6	Volumen de microporo mediano	Adsorción en fase gaseosa
Lignito	55-70	25-40	1,00-1,35	5-6	Duro, reducido tamaño de poro	Adsorción en fase vapor
Carbón suave	65-80	20-30	1,25-1,50	2-12	Reducido volumen de poro	Tratamiento de aguas residuales
Carbón duro	85-95	5-10	1,5-1,8	2-15	Duro gran volumen de poro	Adsorción en fase gaseosa

La lignina presenta propiedades químicas como dispersante, adsorbente, aglomerante, emulsionante y estabilizador de emulsiones. Debido a la presencia de estos sitios activos, la molécula de lignina tiene mayor afinidad con iones metálicos, por lo que puede ser utilizada en la adsorción de metales pesados como Pb(II), Cu(II), Cd(II), Zn(II), y Ni(II) en el tratamiento de aguas residuales (Ramírez Franco y Enríquez Enríquez, 2014).

1.4 MODELACIÓN Y DISEÑO DE COLUMNAS DE LECHO FIJO

Los modelos matemáticos del fenómeno de adsorción en columnas de lecho fijo son una excelente herramienta para su adecuado diseño, operación y mantenimiento.

Asimismo, favorecer su posible escalamiento a un nivel industrial. La validación del modelo propuesto y su solución analítica se puede lograr por experimentos de laboratorio bien diseñados.

1.4.1 Transferencia de masa del proceso

El proceso de adsorción en una columna de lecho fijo se realiza haciendo pasar el agua a tratar a través de la columna, la cual contiene el material filtrante, pasando de forma constante hasta el fondo de la columna, de manera que se produce una acumulación de sustancias en el filtro al paso del tiempo, la concentración del soluto contaminante se va concentrando en la superficie de las partículas del filtro al paso del tiempo hasta que el empaque se satura y la concentración con la que entra el soluto en la parte inicial de la columna (filtro) será igual a la concentración de salida.

La solución entra y sale constantemente de modo que el equilibrio entre el adsorbato y el adsorbente en cualquier etapa nunca se establece. El equilibrio se produce continuamente debido a la entrada de alimentación fresca a la columna, por lo que las concentraciones son ajustadas en todo momento.

Supongamos que una solución de concentración inicial conocida (C_0) pasa a través de un lecho de material adsorbente, cuya superficie se encuentra en un principio libre de soluto. Si la parte alta del lecho es la que primero entra en contacto con la solución, habrá una adsorción rápida de soluto, quedando retenido la mayor parte en esta sección, adsorbiéndose las moléculas de soluto que hayan escapado en las capas siguientes del lecho.

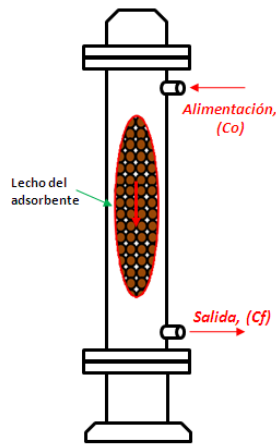
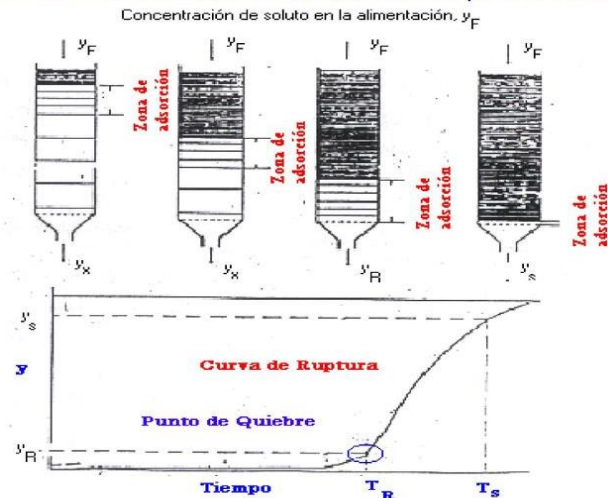


Figura 1.14 Columna de adsorción (Morón, 2018).

De modo que, al inicio, la concentración de la solución en la salida de la columna (C_f) se encontrará libre de soluto; sin embargo, esto solo ocurre durante un breve periodo de tiempo, puesto que a medida que la solución siga ingresando a la columna las capas subsiguientes se irán saturando con el soluto. En consecuencia, la zona de adsorción se va desplazando a lo largo de la columna, a una velocidad menor que la velocidad con la que el fluido la atraviesa; llegando un instante en el cual la zona de adsorción alcanza el fondo de la columna, provocando un repentino aumento de la concentración del soluto en la solución de la salida, instante que se conoce como punto de ruptura (Morón, 2018).

La curva de ruptura representa el perfil de concentración de adsorbato frente al tiempo que consume el fluido en abandonar el lecho. Cuando la concentración alcanza el valor límite permisible (punto de ruptura), entonces se interrumpe el flujo o bien se conduce este a otro lecho de adsorbente fresco (Cárdenas Salazar & Ortega Revilla, 2015).

Se alimenta constantemente la columna hasta que se satura.



t_R : Tiempo de quiebre donde se empieza a saturar la columna
 t_S : Tiempo cuando la columna está completamente saturada y es completamente ineficiente.

Figura 1.15 Curva de ruptura típica (Mendoza Molina, 2012).

Valencia y Castellar (2013) afirman que “El criterio de tiempo de ruptura se adopta como el lapso que transcurre cuando la concentración del adsorbible llegue al 10% de la concentración inicial”.

1.4.2 Modelo matemático para el diseño de unidades de adsorción de lecho fijo

Normalmente, las isotermas de sorción han sido utilizadas como una prueba preliminar para la selección de un adsorbente antes de realizar pruebas más costosas; ya que éstas dan una indicación de la efectividad en la remoción del contaminante en particular, así como la cantidad máxima que puede ser adsorbida o intercambiada por un determinado adsorbente del contaminante en estudio. No obstante, las isotermas no pueden proporcionarnos datos precisos sobre el escalamiento en sistemas de lecho fijo o columnas empacadas, debido a que:

- I. La adsorción en las columnas no llega al equilibrio.
- II. El adsorbente raramente llega a su agotamiento total.
- III. La información sobre los efectos de regeneración y problemas hidráulicos son difíciles de obtener con las pruebas en lote.

IV. Las isothermas no pueden predecir cambios químicos o biológicos en el adsorbente.

Por lo anterior, es importante estudiar la aplicabilidad de los materiales adsorbentes en operaciones en columna o sistemas de lecho fijo, para así poder obtener algunos parámetros operacionales básicos que sean útiles para un posterior escalamiento.

Los métodos cortos o empíricos se usan ampliamente para el diseño de lechos fijos, no solamente debido a su simplicidad y confiabilidad, sino también a que representan una buena alternativa a métodos más rigurosos. Aun así, se debe tener especial cuidado cuando se determine la aplicabilidad de los métodos cortos para un problema de diseño en particular.

Algunos métodos cortos son:

- I. Longitud o peso de lecho sin usar (Length of Unused Bed – LUB, o Weight of Unused Bed – WUB)
- II. Longitud de la Zona de Transferencia de Masa (LZTM)
- III. Tiempo de Contacto de Lecho Vacío (Empty Bed Contact Time, EBCT)
- IV. Tiempo de Servicio de Profundidad de Lecho (Bed Depth Service Time, BDST)
- V. Aproximación de Unidad de Transferencia (Transfer Unit Approach, NTU y HTU)
- VI. Capacidad al Punto de Ruptura

Los métodos EBCT y BDST son los más utilizados para el diseño en sistemas de tratamiento de agua a partir de datos obtenidos a escala piloto o experimental. El método BDST ha sido utilizado por varios investigadores para el manejo de datos obtenidos de pruebas en columna en la remoción de iones metálicos y compuestos orgánicos sobre varios tipos de adsorbentes (Cortés Martínez, 2007).

1.4.2.1 Modelo BDST

Modelo del tiempo de servicio de la altura de un lecho (BDST): Este modelo supone que la difusión intraparticular y la resistencia de masa externa son insignificantes y que la cinética de adsorción está controlada por la reacción superficial entre el soluto

en la disolución y el adsorbente que no ha sido usado. La ecuación inicial propuesta por Bohart y Adams está dada por la expresión:

$$\ln\left(\frac{C_o}{C} - 1\right) = \ln\left(e^{(KN_o\frac{Z}{U})} - 1\right) - (KC_o t) \quad \text{Ec. 1.6}$$

En esta relación $e^{(KN_o\frac{Z}{U})} \gg 1$, por lo tanto $\ln\left(e^{(KN_o\frac{Z}{U})} - 1\right) \cong \ln\left(e^{(KN_o\frac{Z}{U})}\right)$; esta es la razón por la cual Hutchins propuso la siguiente relación lineal entre la altura del lecho de la columna (Z) y el tiempo de servicio (t):

$$t = \frac{N_o}{C_o U} Z - \frac{1}{KC_o} \ln\left(\frac{C_o}{C} - 1\right) \quad \text{Ec. 1.7}$$

donde t es el tiempo de servicio de la columna en el punto de ruptura (min), N_o es la capacidad dinámica del lecho ($\text{mg}\cdot\text{dm}^{-3}$), Z es la altura del lecho (cm), U es la velocidad de flujo lineal ($\text{cm}\cdot\text{min}^{-1}$) detenida como la razón entre el flujo volumétrico Q_v ($\text{cm}^3\cdot\text{min}^{-1}$) y el área de la sección transversal de la columna (cm^2), C_o y C son, respectivamente la concentración inicial y a un tiempo t ($\text{mg}\cdot\text{dm}^{-3}$) y, K es la constante de velocidad de adsorción ($\text{dm}^3\cdot\text{min}^{-1}\cdot\text{mg}^{-1}$).

La Ecuación 1.7 se conoce con el nombre de tiempo de servicio de una altura de lecho (BDST) y representa una línea recta que puede expresarse de una manera simplificada como:

$$t = aZ + b \quad \text{Ec. 1.8}$$

donde:

$$a = \frac{N_o}{C_o U} \quad \text{Ec. 1.9}$$

y

$$b = \frac{1}{KC_o} \ln\left(\frac{C_o}{C} - 1\right) \quad \text{Ec. 1.10}$$

La capacidad dinámica del lecho N_0 , puede evaluarse a partir de la pendiente de la gráfica (a) y la constante de velocidad de adsorción, K puede calcularse a partir de la ordenada al origen (b) (Valencia Ríos & Castellar Ortega, 2013).

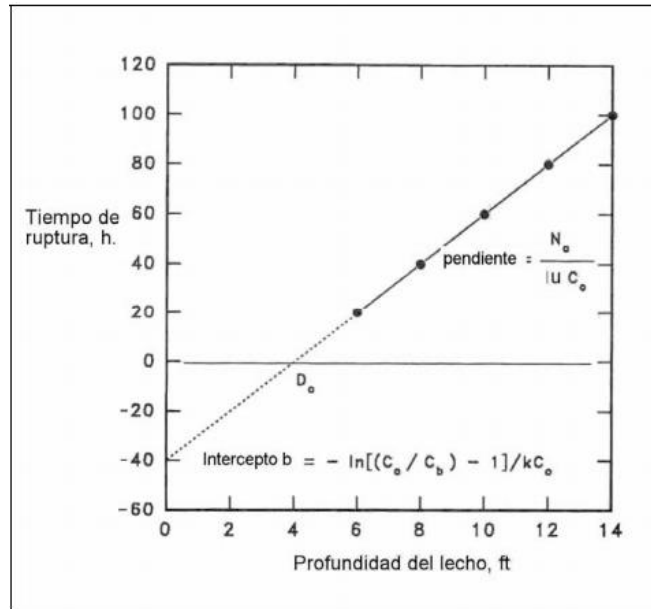


Figura 1.16 Gráfica del método BDST (Cortés Martínez, 2007).

Cortés Martínez (2007), ratifica que en el método BDST “La cinética de adsorción no está influenciada significativamente por condiciones externas al adsorbente; esto es, que la velocidad de adsorción es controlada solamente por procesos que ocurren dentro de las partículas de adsorbente. Si esta suposición es válida, entonces los datos de los experimentos en columna pueden ser escalados de manera confiable a otras velocidades de flujo sin la necesidad de realizar pruebas piloto en columnas más grandes”.

Este método para estimar el efecto de cambio en la concentración de alimentación parece funcionar bien cuando se trata de remover un solo componente del agua usando carbón. No obstante, se requiere de mayor experimentación antes de aplicar el método a sistemas multicomponentes y sistemas no diluidos (Cortés Martínez, 2007)

1.5 VARIABLES DE DISEÑO DE UNA COLUMNA DE LECHO FIJO

Las condiciones experimentales por variar son: el flujo volumétrico (Q_v) y la altura del lecho (Z), sobre la capacidad de adsorción en columna, manteniendo la temperatura y pH constantes, para la remoción de iones plomo sobre carbón activado granular.

La cantidad de soluto adsorbido por gramo de adsorbente en el punto de ruptura, q_b ($\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$) puede obtenerse a partir de la siguiente ecuación:

$$q_b = \frac{Q_v t_{10\%} C_0}{1000m} \quad \text{Ec. 1.11}$$

Donde $t_{10\%}$ es el tiempo de servicio (min) obtenido cuando la concentración de soluto a la salida de la columna es el 10% de la concentración inicial o, de entrada, C_0 es la concentración inicial o de entrada a la columna ($\text{mg}\cdot\text{dm}^{-3}$), Q_v es el flujo volumétrico ($\text{cm}^3\cdot\text{min}^{-1}$), m es la masa de adsorbente y el valor de 1000 corresponde a un factor de conversión. El criterio más importante en el diseño de una columna de adsorción es la predicción de la curva de ruptura o la forma del frente de onda de adsorción, lo cual determina la longitud del lecho, la vida útil y su tiempo de regeneración (Valencia Ríos & Castellar Ortega, 2013). Los resultados obtenidos se comparan con los modelos de predicción del tiempo de servicio de la columna.

CAPÍTULO II: METODOLOGÍA DE LA INVESTIGACIÓN

En este capítulo se presenta la metodología utilizada para la recolección y preparación del material adsorbente empleado en la investigación, de igual manera, para la realización de su caracterización física y química con el objeto de tener más información sobre la influencia de las condiciones de elaboración y la calidad de carbón activado que se obtiene con ellas. Luego, se presenta el desarrollo de un diseño experimental del tipo factorial de dos por dos aplicado a los datos obtenidos de las isotermas, y uno del tipo factorial de tres por tres a los obtenidos de columnas, ambos para determinar los efectos significativos que puedan tener las diferentes variables sobre la variable respuesta y la confiabilidad de los datos obtenidos, para lo cual se definió las variables principales que podrían afectar al proceso de remoción de plomo y sus diferentes combinaciones para llevar a cabo los experimentos. Seguidamente, se describen las técnicas y procedimientos desarrollados para la realización del trabajo experimental del estudio por lotes y estudio en sistema continuo, para la obtención de isoterma de adsorción y curva de ruptura, respectivamente, las cuales son parte de los objetivos de la investigación. Se presenta la metodología utilizada en preparación de soluciones y montaje de equipos para pruebas de activación del carbón, estudio experimental para porcentaje de remoción de plomo y los estudios antes mencionados. Aplicando un análisis preliminar para demostrar su efectividad y posteriormente desarrollando experimentos controlando las variables principales que influyen en el proceso de remoción; de manera tal que puedan obtenerse relaciones entre variables que favorezcan la remoción de plomo aplicando el modelo BDST, con la finalidad de obtener parámetros útiles para el diseño de un sistema de remoción de plomo, a nivel de laboratorio para aguas contaminadas.

2.1 PREPARACIÓN DE CARBÓN ACTIVADO A PARTIR DE ESTOPA DE COCO

A continuación, se describe el procedimiento para la preparación del material adsorbente a utilizar en los estudios posteriores, desde su recolección hasta las pruebas físicas y químicas realizadas al material obtenido luego de los procesos de carbonización y activación.

2.1.1 Procedimiento de preparación del material adsorbente

La preparación del carbón activado se realizó en las instalaciones de la Planta Piloto de la Escuela de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos. Se hizo pruebas variando el tiempo de carbonización del material a 600°C y se llevó a cabo un proceso físico para la activación, como se describe en las secciones que se presentan a continuación:

2.1.1.1 Recolección del material de partida

El material se obtuvo a través de compra de cocos maduros enteros, provenientes de un cocotero ubicado en Cantón El Rodeo, Municipio de San Pedro Perulapán, Departamento de Cuscatlán. Se compraron 60 cocos enteros maduros a un costo de \$0.15 individual, se seleccionó las que estuviesen maduras, ya que presentaban mayor grosor siendo preferible para la mayor obtención de carbón activado. Fueron trasladados a una casa de habitación de dicho cantón donde se aprovechó el agua, la pulpa del coco y se extrajo con almádena el hueso del coco para luego secarlo al sol por al menos 32 horas, reduciendo el contenido de humedad para luego llevarlo al laboratorio y proceder a la elaboración del carbón activado.

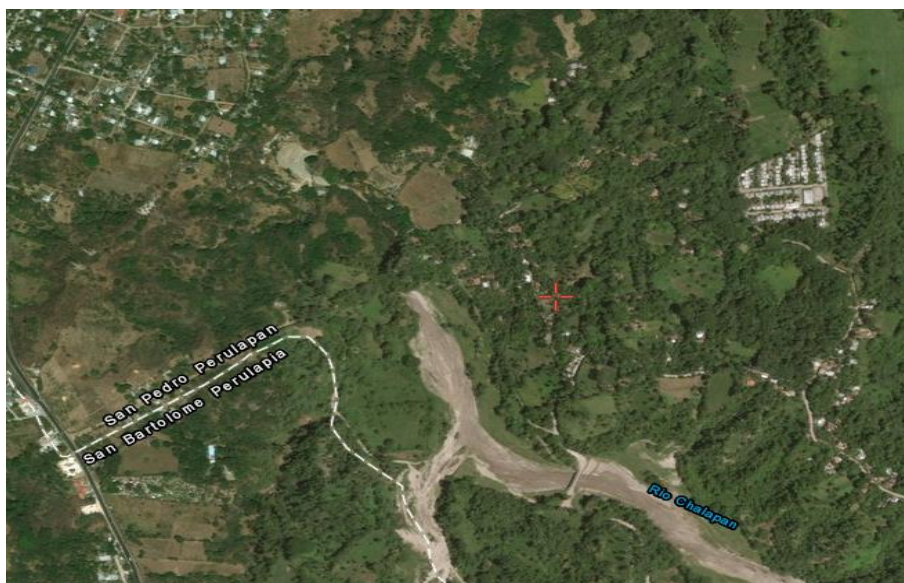


Figura 2.1 Ubicación geográfica del punto de recolección de estopas de coco.

2.1.1.2 Elaboración del carbón activado

Para pasar a la etapa de carbonización se realiza primero la reducción de tamaño, quebrando con un martillo el hueso de coco extraído.



Figura 2.2 Reducción de tamaño de la concha de coco.

Posteriormente, se procede a la etapa de carbonización, llevándose a cabo en el equipo eléctrico de temperatura controlada marca Cole-Parmer®, realizando una prueba para determinar el tiempo de calcinación que presente mayor rendimiento en cuanto a la masa que se obtiene luego de la calcinación para ello se colocó el material a carbonizar en contenedores cerámicos, llevando a cabo pruebas a tres, dos y una hora a una temperatura constante de 600°C, pasados dichos tiempos se

comenzó a bajar la temperatura del equipo para luego sacar los contenedores, una vez afuera se dejaron enfriar a temperatura ambiente para las muestras a un desecador. El rendimiento de la estopa de coco sometida a los distintos tiempos de carbonización antes mencionados se calculó con la Ecuación 2.1:

$$\% \text{ Rendimiento estopa de coco} = \frac{\text{Peso de la muestra después del proceso (g)}}{\text{Peso de la muestra antes del proceso (g)}} \times 100 \quad \text{Ec. 2.1}$$



Figura 2.3 Proceso de carbonización y obtención de material carbonizado a partir de concha de coco

Para el proceso de activación, se eligió el proceso físico, el cuál como fue detallado en el Capítulo I, se trata de activar el carbón sometiéndolo a un agente oxidante para aumentar su área superficial a través de la exposición constante a vapor de agua. Para éste proceso se sometió el carbón al vapor de agua por tres horas, se utilizó agua destilada. Se acomodó el carbón sobre un colador de metal, a su vez éste fue situado sobre una olla que contenía agua en ebullición, como se muestra en la siguiente figura:



Figura 2.4 Proceso de activación del carbón obtenido en el laboratorio

Una vez el equipo fue ubicado se tapa la olla, para asegurarse que el contacto del carbón con el vapor sea constante, se tuvo otro contenedor con agua destilada en ebullición para verter en el equipo de ser necesario. Se mezcló el carbón con ayuda de una espátula de plástico cada 15 minutos para asegurarse que se diese la activación en todas sus partes.



Figura 2.5 Montaje del equipo para el proceso de activación del carbón obtenido en el laboratorio



Figura 2.6 Carbón activado obtenido al final del proceso

Al obtener el carbón activado se procedió a la reducción de tamaño con un molino manual que luego fue clasificado en el análisis granulométrico, el cual se especifica en el apartado 2.1.2.3.



Figura 2.7 Reducción de tamaño del carbón activado obtenido en el laboratorio

Posteriormente, se realizaron tres pruebas previas para comprobar la efectividad de remoción de plomo del carbón activado obtenido, las cuales se hicieron a tres valores diferentes de pH para contrastar en qué medio, ácido, básico o neutro se facilitaba la adsorción. Dichas pruebas se llevaron a cabo según el procedimiento descrito en los apartados 2.2.1 y 2.2.2

2.1.2 Caracterización del carbón activado obtenido a partir de la estopa de coco

A continuación, se describe los procesos para los análisis físicos y químicos realizados al carbón activado obtenido de la estopa de coco a condiciones de 600°C y 1 hora en el proceso de carbonización.

2.1.2.1 Análisis físico

En esta sección se presenta la metodología a seguir para la realización de análisis físicos sobre el material previamente obtenido.

I. Determinación de la humedad

Se siguió el procedimiento de ASTM D2867-99, se pesaron tres muestras de 1 gramo de carbón activado en crisoles tarados, los cuales fueron llevados a una estufa marca Thermo Fisher Scientific™ precalentada a 145°C durante 3 horas luego se pesaron y se repitió el procedimiento tres veces hasta obtener un peso constante. El porcentaje de humedad se calcula con la ecuación 2.2:

$$\% H = \frac{C-D}{C-B} \times 100 \quad \text{Ec. 2.2}$$

Donde H es el porcentaje de humedad en la muestra, B es el peso de crisol, C es Peso de la muestra seca más crisol (g) y D el peso de la muestra seca (g).



Figura 2.8 Determinación de la humedad por triplicado

II. Contenido de material volátil

Siguiendo el procedimiento ASTM D5832-98, se pesó en crisoles tarados un gramo de muestras secas las cuales fueron llevadas a la mufla a 950°C por 7 minutos, pasado ese tiempo se llevó a un desecador para dejar enfriar y proceder a pesar de nuevo. El peso obtenido corresponde a los compuestos no volátiles. El contenido de material volátil se calculó con la ecuación 2.3:

$$V = \frac{C-D}{C-B} \times 100 \quad \text{Ec. 2.3}$$

Donde V es el porcentaje de material volátil en el material, B es el peso de crisol, C es peso de la muestra más crisol (g) y D el peso de crisol y de contenido de material no volátil (g).

III. Contenido de cenizas

Siguiendo el procedimiento ASTM D2866-94, se pesó en un crisol tarado 0.1 g de muestra seca y se llevó a la mufla a 650°C durante 3 horas, pasado ese tiempo se llevó a un desecador para dejar enfriar y proceder a pesar a temperatura ambiente. El contenido de cenizas se determinó por la ecuación 2.4:

$$Ce = \frac{D-B}{C-B} \times 100 \quad \text{Ec. 2.4}$$

IV. Densidad aparente

La densidad aparente se determinó utilizando el equipo de cono de densidad que se muestra en la Figura 2.9, se pesó un vaso de precipitados vacío de 100 mL, luego se colocó abajo del embudo de acero inoxidable, por el que se hizo pasar la muestra de carbón hasta su derrame, se enrasó con una espátula el vaso de precipitado y se pesó. La prueba se realizó por triplicado.

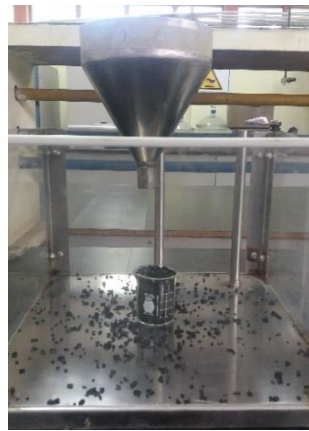


Figura 2.9 Equipo para determinación de densidad aparente

El cálculo de la densidad aparente se realizó con la Ecuación 2.5:

$$\rho_a = \frac{A-B}{C} \quad \text{Ec. 2.5}$$

Donde: ρ_a es la densidad aparente (g/mL), A el peso del vaso de precipitado con carbón (g), B el peso del vaso de precipitado vacío y C el volumen del vaso de precipitados hasta el enrase (mL).

V. Porosidad

Para la determinación de la porosidad, se utilizó una bureta de vidrio de 25 mL de capacidad, se llenó con agua destilada hasta su línea de aforo, sujeta a un soporte universal por medio de pinzas metálicas, como se muestra en la Figura 2.10. Luego en una probeta de vidrio de 25 mL se colocó 15 mL de la muestra de carbón

activado. Posteriormente se dejó caer por goteo el contenido de la bureta en la probeta, hasta que la altura del líquido fue igual a la altura de la muestra, inmediatamente se dejó de gotear y se anotó el volumen gastado de la bureta. Realizándose por triplicado.



Figura 2.10 Montaje para prueba de porosidad

El cálculo de la porosidad se realizó con la Ecuación 2.6:

$$\varepsilon = \frac{\text{Volumen gastado (mL)}}{\text{Volumen de la muestra (mL)}} \quad \text{Ec. 2.6}$$

2.1.2.2 Granulometría

Para la realización del análisis granulométrico como para los cálculos posteriores se prosiguió de acuerdo a la norma ASTM D2862-97, se apilaron los tamices de malla 4, 8, 10, 12, 14 y 20 U.S. Standard Sieve, hasta la bandeja receptora en el fondo, aumentando la abertura de tamiz de abajo hacia arriba. Se pesó en balanza semianalítica marca Shimadzu® una muestra de 100 g de carbón activado previamente molido, se colocó la muestra en el tamiz superior del cernidor y se hizo vibrar durante 10 minutos de forma manual, al terminar el ciclo de operación, se obtuvo el peso del carbón retenido en cada uno de los tamices y se calculó el porcentaje retenido mediante la Ecuación 2.7:

$$\% \text{ Retenido} = \frac{\text{Peso del carbón activado retenido en el tamiz}}{\text{Peso inicial del carbón activado}} \times 100 \quad \text{Ec. 2.7}$$



Figura 2.11 Montaje de tamices U.S. Standard Sieve para clasificación granulométrica del carbón activado

Además, se calculó el diámetro efectivo de partícula (mm) y el coeficiente de uniformidad con las Ecuaciones 2.8 y 2.9, respectivamente.

$$\text{Effective MPD} = \frac{\sum \text{Peso retenido}}{100} \quad \text{Ec. 2.8}$$

$$\text{Coeficiente de uniformidad} = \frac{\text{Valor (mm) del 60\% pasante}}{\text{Valor (mm) del 10\% pasante}} \quad \text{Ec. 2.9}$$

En donde el valor del 60 y 10 % pasantes son leídos en la curva de granulométrica obtenida. En cuanto al coeficiente de uniformidad, si éste es 1.0 se considera que todas las partículas son perfectamente iguales, hasta 3.0 se consideran como el tamaño de partícula como muy uniforme, mientras se va incrementando el valor las partículas disminuyen en uniformidad.

2.1.2.3 Fluorescencia de rayos X

El análisis por FRX fue hecho con el equipo portátil se encuentran bajo resguardo de la Dirección de Saneamiento Ambiental del MARN, empleando un analizador portátil Niton® XL3t, realizándose primero la respectiva calibración del equipo, luego para el caso se analizaron tres muestras de 3 g cada una de carbón activado granular previamente secadas en estufa a 110°C, posteriormente fueron colocadas

por separado en bolsas de plástico para proceder con la prueba de forma directa, como se muestra en la Figura 2.12:



Figura 2.12 Realización de análisis FRX sobre carbón activado

2.1.2.4 Espectroscopia infrarroja

El procedimiento se llevó a cabo en las instalaciones de la planta piloto de la EIQA, en el equipo espectrofotómetro infrarrojo IRRafinity-1 Shimadzu®, se preparó la muestra en dispersión de Nujol colocándose ± 1 miligramo de muestra en el mortero de ágata para ser pulverizado, se añadieron de 2 a 3 gotas de Nujol y se formó una pasta homogénea de la cual una pequeña cantidad fue puesta en la ventana con movimiento rotativo a manera de obtener una película fina evitando inclusión de aire, se colocó en el dispositivo portado de celdas, luego se corrió el espectro como lo describe Flamenco (2009). La medida se realizó a tres muestras del carbón activado elaborado.

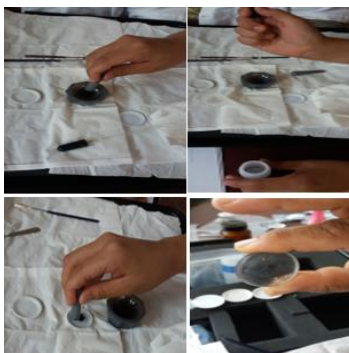


Figura 2.13 Procedimiento de preparación de muestra en dispersión de Nujol.

2.1.2.5 pH del carbón activado

De acuerdo a la norma ASTM D3838, sin secado previo se pesaron tres muestras de 4 gramos de carbón activado en beakers de 250 mL, se añadió agua destilada y se dejaron hervir por 5 minutos tapándolos con un vidrio reloj, pasado ese tiempo se vertió el líquido sobrenadante antes que se alcanzaran los 60°C en beakers de 100 mL dejándolos reposar hasta alcanzar la temperatura ambiente y proceder a medir el pH de la solución con un potenciómetro de mesa marca Thermo Scientific 3 Orion Star™.



Figura 2.14 Determinación del pH del carbón activado elaborado en el laboratorio

2.2 Análisis estadístico

Se llevó a cabo un análisis de inferencia estadística para la experimentación en el laboratorio, que permite el estudio simultáneo de los efectos de varios factores que puede haber sobre la variable respuesta. Asimismo, se sabe que, si se repite un experimento, en condiciones indistinguibles, los resultados presentan una cierta variabilidad, por lo que es fundamental conocer los factores que influyen realmente en dicha variación y estimar esta influencia. Para conseguir esto es necesario experimentar, variar las condiciones que afectan a las unidades experimentales y observar la variable respuesta. Del análisis y estudio de la información recogida se podrán obtener tales conclusiones. Las variables de diseño experimental para el estudio por lotes se presentan en la Tabla 2.1, a continuación:

Tabla 2.1 Variables del estudio por lotes

Variable	Símbolo	Unidades	Tipo	Valores asignados
Porcentaje de remoción de plomo	R	%	Dependiente	-
Capacidad de adsorción de plomo	q_e	mg/g	Dependiente	-
Concentración inicial de plomo	C_o	ppm	Independiente	20, 30, 40 y 50
Temperatura	T	°C	Independiente	20, 30 y 40
Masa del adsorbente	m_{ca}	g	Independiente	1.0
pH	pH	Unidad de pH	Independiente	4.0
Tamaño de partícula del adsorbente	T_p	mm	Independiente	0.841-1.41
Tiempo de contacto	t	h	Independiente	8.0

Para el estudio por lotes se consideraron como factores principales la concentración inicial de plomo y la temperatura; para evaluar la interacción entre ellos y el efecto que tienen sobre el porcentaje de remoción de plomo y la capacidad de adsorción de plomo, que depende de la concentración final de plomo, la cual es la variable respuesta. La distribución de los tratamientos se muestra en la Tabla 2.2

Tabla 2.2 Diseño de experimentos para estudio por lotes

Concentración inicial de plomo (ppm)	Temperatura (°C)			Cantidad de carbón activado (g)	Tiempo de contacto (h)
	20	30	40		
20	20	30	40	1.0	8
30				1.0	
40				1.0	
50				1.0	

Tomando en consideración qué:

- Efectos fijos: Concentración inicial de plomo y temperatura ya que viene decidido se utilizarán 4 y 3 niveles respectivamente
- Tamaño del experimento: 12 observaciones en total

Se evaluó la distribución anterior con un diseño factorial de dos factores sin réplicas, tomando como hipótesis nula (H_0) que los factores de temperatura y concentración inicial de plomo no afectan la concentración final de plomo, como hipótesis alterna (H_a) que los factores mencionados anteriormente sí afectan la concentración final de plomo.

Las variables de diseño experimental para el estudio en sistema continuo se presentan en la Tabla 2.3, a continuación:

Tabla 2.3 Variables del estudio en sistema continuo

Variable	Símbolo	Unidades	Tipo	Valores asignados
Concentración final de plomo	C_f	ppm	Dependiente	-
Concentración inicial de plomo	C_o	ppm	Independiente	20
Altura del lecho	h	cm	Independiente	1, 5 y 10
Flujo volumétrico	fv	cm ³ /min	Independiente	1, 3 y 5
Masa del adsorbente	m_{ca}	g	Independiente	0.8-3.6
pH	pH	Unidad de pH	Independiente	4.0
Tamaño de partícula del adsorbente	T_p	mm	Independiente	0.841-1.41
Tiempo del proceso	t	min	Independiente	0-75

En este estudio se tomaron como factores principales a analizar el tiempo del proceso, la altura del lecho y el flujo volumétrico; para estudiar el efecto conjunto que éstos producen sobre la variable respuesta, la cual es la concentración de plomo a la salida del sistema. La distribución del experimento se muestra en la Tabla 2.4, a continuación:

Tabla 2.4 Diseño de experimentos para estudio en sistema continuo

Tiempo (min)	Altura (cm)	Flujo volumétrico (cm³/min)
5	1	1
15		
30		3
45		
60		5
75		

Continúa...

Tabla 2.4 Diseño de experimentos para estudio en sistema continuo. Continuación

Tiempo (min)	Altura (cm)	Flujo volumétrico (cm ³ /min)
5	5	1
15		
30		3
45		
60		5
75		
5	10	1
15		
30		3
45		
60		5

Tomando en consideración qué:

- Efectos fijos: Tiempo, altura y flujo volumétrico, con 5, 3 y 3 niveles, respectivamente
- Tamaño del experimento: 45 observaciones en total

Para la evaluación de la distribución anterior se utilizó un diseño factorial de tres factores sin réplicas, tomando como H_0 las interacciones entre altura, caudal y tiempo no tienen efecto sobre la concentración final de plomo, como H_a :

1. La interacción de los factores altura y flujo volumétrico tienen efecto sobre la concentración final de plomo
2. La interacción de los factores tiempo y altura tienen efecto sobre la concentración final de plomo
3. La interacción de los factores tiempo y flujo volumétrico tienen efecto sobre la concentración final de plomo

El análisis estadístico para los datos de adsorción obtenidos en ambos casos, se empleó el programa SPSS (Statistical Package for the Social Sciences) 23, siendo el estadígrafo contraste de varianzas, a un nivel de confianza del 95% ($p \leq 0.05$).

2.3 Experimentación de la adsorción de Pb

Las muestras preparadas en el laboratorio de la escuela de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos se obtuvieron a partir de nitrato de plomo (J.T. BAKER. $(\text{Pb}(\text{NO}_3)_2)$) grado analítico.

Se prepararon dos soluciones madre de 100 ppm de Pb de la cual se extrajeron los mililitros necesarios para preparar los estándares de trabajo de 20, 30, 40, y 50 ppm, estos se guardaron en botellas plásticas con capacidad de un litro.

2.3.1 Preparación de la solución madre de plomo

Dado que se partió del nitrato de plomo sólido, se calculó cuántos gramos de $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ eran necesarios:

$$100 \text{ ppm de Pb} = \frac{\text{mg de Pb}}{\text{L de Solución}} \quad \text{Ec. 2.10}$$

Despejando *mg de Pb* de la Ec. 2.10:

$$100 \text{ ppm de Pb} * \text{L de Solución} = \text{mg de Pb}$$

$$100 * 1 = \text{mg de Pb}$$

$$100 = \text{mg de Pb}$$

$$100 \text{ mg de Pb} * \frac{331.2 * 10^3 \frac{\text{mg}}{\text{mgmol}} \text{Pb}(\text{NO}_3)_2}{207.2 * 10^3 \frac{\text{mg}}{\text{mgmol}} \text{Pb}} = 159.8456 \text{ mg} = 0.1598 \text{ g de Pb}(\text{NO}_3)_2$$

Al obtener el dato de gramos necesarios se midió en la balanza analítica con ayuda de una microespátula y un vidrio reloj, se transfirió a un beacker de 100 mL para ser diluido con agua destilada, posteriormente se trasvasó a un balón volumétrico de un litro.

El procedimiento se realizó dos veces para tener las dos soluciones madre de 100 ppm de Pb.

2.3.2 Preparación de soluciones estándar

Se prepararon 500 mL de soluciones estándar de 20, 30, 40 y 50 ppm se utilizó la Ecuación 2.11 para determinar los mL necesarios de la solución madre.

$$C_1 * V_1 = C_2 * V_2 \quad \text{Ec. 2.11}$$

- Para solución de 20 ppm

$$V_{Soln\ 100\ ppm} = \frac{20\text{ppm} * 500\text{mL}}{100\text{ppm}} = 100\text{ mL}$$

Para regular el pH de las soluciones se utilizó hidróxido de sodio 0.1N o Ácido nítrico al 10% según fuera el caso, verificando el pH con un potenciómetro Thermo Scientific 3 Orion Star™, el pH de trabajo fue de 4 (Véase sección 3.1).

Se realizó el cálculo para las demás soluciones, se presentan un resumen en la Tabla 2.5:

Tabla 2.5 Volumen necesario de solución madre de 100 ppm para preparar los estándares de plomo

Concentración de Pb (ppm)	Volumen necesario de Solución madre (mL)	Volumen final (mL)
20	100	500
30	150	500
40	200	500
50	250	500

2.3.3 Prueba de efectividad de remoción de plomo

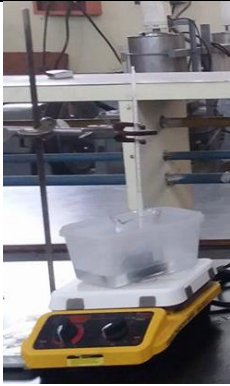
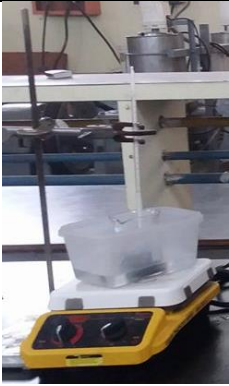

Los ensayos de adsorción de plomo se realizaron en un sistema por lotes evaluando tres temperaturas. Inicialmente se lavó el carbón activado con agua destilada luego se secó por ocho horas en la estufa a una temperatura de 105°C.



Figura 2.15 Lavado y secado de carbón activado obtenido en el laboratorio

Para cada isoterma se pesó un gramo de carbón activado en balanza semianalítica marca Shimadzu^o, se agregó a un beacker de 250 mL con 100 mL de solución de concentración conocida de plomo, poniéndose en contacto durante ocho horas a una velocidad de 180 rpm con el objetivo de alcanzar el equilibrio, la Tabla 2.6 se muestran los materiales utilizados para el estudio por lotes a diferentes temperaturas:

Tabla 2.6 Materiales utilizados en el estudio por lotes a diferentes temperaturas

T 20°C	T 30°C	T 40°C
<p>Materiales:</p> <ul style="list-style-type: none"> • 4 Hotplate • 4 Agitadores magnéticos • 4 Soportes Universal con pinza de extensión • 4 Termómetro • 4 Depósito de plástico para baño maría • 3 Botellas plásticas de 1000 mL 	<p>Materiales:</p> <ul style="list-style-type: none"> • 4 Hotplate • 4 Agitadores magnéticos • 4 Soportes Universal con pinza de extensión • 4 Termómetro • 4 Depósito de plástico para baño maría • 2 Botellas plásticas de 1000 mL • 1 Mechero Bunsen con trípode 	<p>Materiales:</p> <ul style="list-style-type: none"> • 4 Hotplate • 4 Agitadores magnéticos • 4 Soporte Universal con pinza de extensión • 4 Termómetro
		

Continúa...

Tabla 2.6 Materiales utilizados en el estudio por lotes a diferentes temperaturas.

Continuación

T 20°C	T 30°C	T 40°C
Para este tratamiento se usó baño María con agua fría, se colocaron los beakers que contienen la solución de plomo y se espera a que la temperatura sea 20°C para agregar el carbón activado e iniciar el tiempo de contacto a 180 rpm.	Para este tratamiento se utilizó baño María de agua caliente y agua fría para regular la temperatura, inicialmente se estabilizó el sistema y alcanzados los 30°C entró en contacto el carbón activado durante ocho horas a 180 rpm.	En este tratamiento se utilizó el termostato del hot plate, se acopló el sistema y se esperó a que el termómetro marcara 40°C para iniciar el contacto durante ocho horas a 180 rpm.

Al finalizar la agitación de cada lote se separó la disolución en filtros para jeringa de nylon 0.45 micrómetros, se almacenó en tubos plásticos para centrífuga de 50 mL para su posterior análisis de concentración de plomo por el método de espectrofotómetro de absorción atómica de llama.

2.3.4 Evaluación de la isoterma de adsorción

De los datos del estudio por lotes se elaboran las isotermas experimentales, graficando q_e vs. C_o , utilizando las Ecuaciones 2.12 y 2.13 se obtienen la capacidad de adsorción (q_e) y el porcentaje de remoción, respectivamente:

$$q_e = \frac{(C_o - C_e) * V}{W} \quad \text{Ec. 2.12}$$

$$\%R = \frac{(C_o - C_e)}{C_o} * 100 \quad \text{Ec. 2.13}$$

Dónde: C_o es la concentración antes del contacto (ppm), C_e es la concentración en el equilibrio (ppm), V es el volumen de solución de plomo (mL) y W es el peso seco de muestra de carbón dosificada (g).

2.3.5 Evaluación de la isoterma de adsorción teórica

Las isotermas más comunes aplicadas en el sistema sólido-líquido son las isotermas de equilibrio teórico, de Langmuir y el más conocido y más utilizado para la isoterma de adsorción de un soluto de una solución líquida, el de Freundlich.

I. Isotherma de Langmuir

Con los datos obtenidos en la ecuación 2.12 y los datos de concentración en el equilibrio graficamos la recta lineal y se obtienen los parámetros de la ecuación de Langmuir, b y q_{max} .

$$\frac{C_e}{q_e} = \frac{1}{bq_{max}} + \frac{C_e}{q_{max}} \quad \text{Ec. 2.14}$$

II. Isotherma de Freundlich

Para obtener los parámetros de esta ecuación (k y n), aplicamos logaritmo natural a los datos de la Ecuación 1.1 y a la concentración en el equilibrio (C_e):

$$\ln(q_e) = \ln(k) + \frac{1}{n}\ln(C_e) \quad \text{Ec. 2.15}$$

2.3.6 Estudio en Columnas

El fin del estudio en lechos fijos es reproducir el proceso de adsorción en condiciones que se ajusten a una aplicación real, maximizando el tiempo de servicio de la columna.

El resultado de este estudio radica en obtener la curva de ruptura que posteriormente ayuda a obtener parámetros de operación del sistema continuo.

2.3.6.1 Montaje experimental para estudio en columnas

Para este estudio se utilizó un depósito de capacidad de 500 mL que contenía la solución de plomo, un descartable de suero para regular el caudal, una columna de vidrio de dimensiones de 1.1 cm de diámetro interno y 50 cm de altura, beakers de

100 mL y jeringas de 20 mL para colectar las muestras en períodos de tiempo establecidos.




Una vez montado el sistema se ajustó el caudal manualmente y se hizo pasar la solución de 20 ppm de plomo, se variaron flujos volumétricos y alturas de carbón activado, las mediciones se realizaron en los tiempos: 5, 15, 30, 45, 60 y 75 minutos, en la siguiente figura se muestra el sistema acoplado.



Figura 2.16 Montaje experimental del estudio continuo

Se varió la altura de lecho de carbón activado y el flujo volumétrico para una concentración de alimentación de 20 ppm. En la Tabla 2.7 se detallan los sistemas evaluados.

Tabla 2.7 Sistemas evaluados en sistema continuo

Altura del lecho (cm)	1			5			10		
									
Flujo volumétrico (cm³/min)	1	3	5	1	3	5	1	3	5

Al finalizar cada prueba las muestras fueron colectadas con ayuda de una jeringa de capacidad de 20 mL, posteriormente se filtraron con filtro para jeringa de nylon 0.45 μm se almacenaron en tubos plásticos para centrífuga de 50 mL. La medida de concentración de plomo se realizó con un espectrofotómetro de absorción atómica de llama.

2.3.7 Determinación de la curva de ruptura

La curva de ruptura se obtuvo a partir de la concentración normalizada $\left(\frac{C_t}{C_o}\right)$, definida como el cociente entre las concentraciones de metal en el efluente a un tiempo determinado C_t y la concentración inicial de alimentación C_o en función del tiempo de operación o del volumen del efluente, para una altura de lecho fija; con la cual fue posible obtener una descripción de la velocidad de transferencia de masa del adsorbato al adsorbente.

Para este estudio se tomó como referencia que “El criterio de tiempo de ruptura se adopta como el lapso que transcurre cuando la concentración del adsorbible llegue al 10% de la concentración inicial”, como lo plantea Valencia y Castellar (2013).

2.3.8 Modelación matemática de la adsorción de plomo en columna de lecho fijo

En columnas de lecho fijo, el principal criterio de diseño es predecir cuanto tiempo es necesario para que el material adsorbente sea capaz de retener determinada concentración de iones antes de que deba ser regenerado, conocido como tiempo de servicio del lecho (Valencia y Castellar, 2013). En el presente estudio se evaluó el modelo BDST, explicado anteriormente en el Capítulo I.

CAPÍTULO III: RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Se realizó la etapa de calcinación de la estopa de coco donde se determinó el rendimiento del proceso de carbonización posteriormente se realizó la caracterización del carbón activado obtenido.

Para el estudio de adsorción se utilizó un sistema discontinuo y continuo, en el primer caso se evaluaron tres temperaturas para verificar el efecto en la efectividad de remoción, en el sistema continuo se varió la altura del lecho de carbón activado y el flujo volumétrico de la solución para determinar el mayor tiempo de ruptura en la columna. A continuación, se presenta el análisis y discusión de resultados obtenidos en esta investigación.

3.1 RESULTADOS DE LA PREPARACIÓN DE CARBÓN ACTIVADO

De la etapa de carbonización donde se mantuvo una temperatura constante de 600°C, como lo recomienda Recobert (2015) y se varió el tiempo de carbonización se obtuvieron los resultados presentados en la Tabla 3.1, a continuación:

Tabla 3.1 Resultados de rendimientos obtenidos del proceso de carbonización a temperatura constante y diferentes tiempos

Tiempo de carbonización (min)	Peso de la muestra seca del proceso (g)	Peso de la muestra después del proceso (g)	Rendimiento del proceso (%)	Rendimiento promedio del proceso (%)
180	65.6	10.8	16.46	14.90
	30.7	4.6	14.98	
	23.4	3.1	13.25	

Continúa...

Tabla 3.1 Resultados de rendimientos obtenidos del proceso de carbonización a temperatura constante y diferentes tiempos. Continuación

Tiempo de carbonización (min)	Peso de la muestra seca del proceso (g)	Peso de la muestra después del proceso (g)	Rendimiento del proceso (%)	Rendimiento promedio del proceso (%)
120	104.9	24.7	23.55	27.05
	92.6	22.2	23.97	
	76.2	18.1	23.75	
60	89.5	29.9	33.41	32.58
	80.5	26	32.30	
	386.1	123.7	32.04	

Durante el proceso sólo se logró obtener un rendimiento promedio de carbonización de la estopa de coco del 32.58% el cual corresponde a las condiciones de 600°C y 60 minutos, es decir, que se dio una pérdida del 67.42% de la materia inicial, de acuerdo con la Tabla 1.5 los materiales que contienen lignina tienen un rendimiento de carbón del 35-40%, por lo que para las condiciones antes descritas se considera un rendimiento bajo. De igual forma, en el Manual del Carbón Activo (2016), se describe que, si la pérdida por combustión está entre el 50-75% el producto obtenido es una mezcla de estructura micro y macroporosa, como es el caso para el carbón elaborado en este estudio.

En la prueba previa para corroborar la adsorción de plomo del carbón elaborado se obtuvieron los resultados de la Tabla 3.2:

Tabla 3.2 Resultados de prueba preliminar de adsorción de plomo

Muestra	pH de la muestra	Concentración inicial de Pb (ppm)	Concentración final de Pb (ppm)	Pb removido (%)	q _e (mg/g)
1	4	19.8343	0.7144	96.40	1.9119
2	7		0.7872	96.03	1.9047
3	10		1.0382	94.77	1.8796

La influencia del pH en la adsorción de plomo por medio de carbón activado se estudió mediante la prueba de adsorción con soluciones a pH 4, 7 y 10 se realizaron a temperatura ambiente (30 +/- 2 °C), a 180 revoluciones por minuto, durante 5 horas, con 1 g de material adsorbente (0.841-1.14 mm) y una concentración inicial de 19.8343 ppm de plomo. En la Figura 3.1 se evidencia que el pH óptimo para el proceso de adsorción de plomo se alcanza cuando la capacidad de adsorción es máxima en 1.9119 mg/g de adsorbente. Asimismo, el porcentaje máximo de adsorción fue de 96.40%, como se observa la Figura 3.2, ambos valores se alcanzan a pH 4:

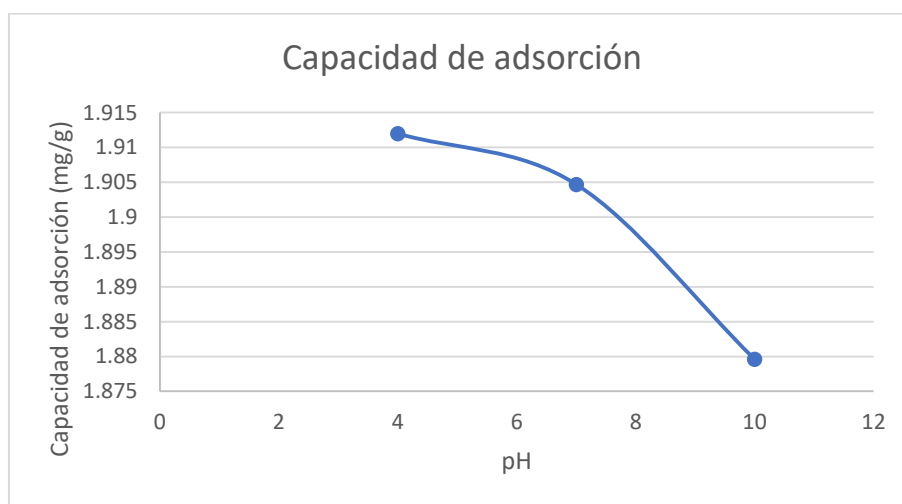


Figura 3.1 Influencia del pH en la capacidad de adsorción de plomo

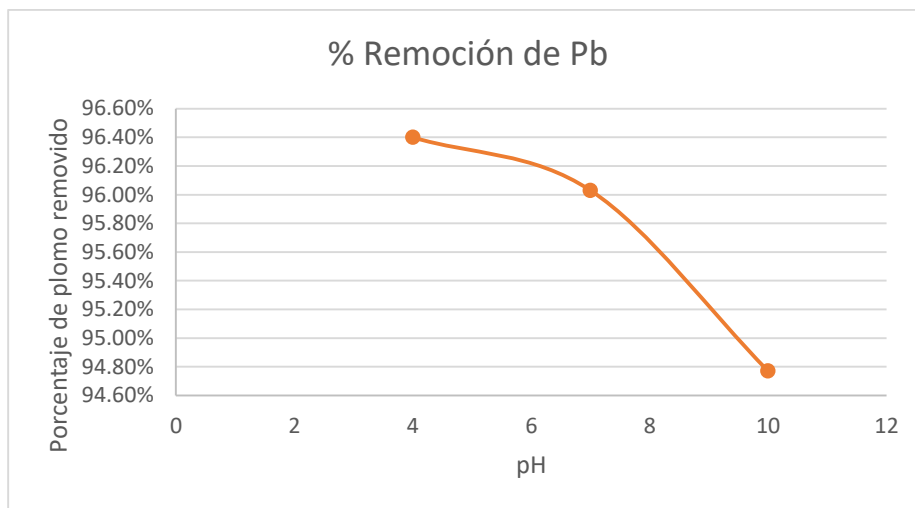


Figura 3.2 Influencia del pH en el porcentaje de remoción de plomo

A valores superiores al óptimo se observa una disminución tanto en la capacidad de adsorción como en el porcentaje removido de plomo. Desde el punto de vista del adsorbente, la relación entre el pH y la capacidad de adsorción del metal indican que existe una atracción entre sus grupos funcionales superficiales y los iones del adsorbato. Dicha relación se confirma en la sección 3.1.2.5.

A partir de los resultados anteriores se definió el valor de pH 4 como óptimo para la remoción de plomo en medio acuoso, por lo que para las etapas siguientes de la investigación las soluciones fueron ajustadas a dicho valor.

3.1.1 Resultados de la caracterización del carbón activado obtenido

A continuación, se presentan los resultados obtenidos de las pruebas físicas y químicas realizadas al carbón activado obtenido de estopas de coco.

3.1.2.1 Análisis físico

A continuación, se presentan los resultados obtenidos en el análisis físico realizado al material obtenido:

I. Determinación de la humedad

Los resultados del análisis de humedad en el carbón activado elaborado se presentan a continuación en la Tabla 3.3:

Tabla 3.3 Resultados de determinación de humedad en el carbón activado

Muestra	Peso de crisol (g)	Peso de la muestra (g)	Peso de la muestra seca más crisol (g)	Peso de la muestra seca (g)	Humedad (%)
1	29.4025	1.0003	30.4028	0.0705	7.05
2	22.7919	1.0066	23.7985	0.0684	6.80
3	23.2862	1.0012	24.2874	0.0688	6.87
Promedio					6.90

El contenido promedio de humedad es de 6.90% el cual se obtuvo luego de repetir tres veces la prueba.

Según la Norma ASTM-D 2867 el parámetro de humedad para carbón activado granular debe ser del 2-15% para considerarse adecuado para el tratamiento de aguas. Por lo que, el porcentaje obtenido es aceptable de acuerdo a la norma.

II. Contenido de material volátil

La Tabla 3.4 presenta los resultados del análisis de contenido de material volátil en el carbón activado:

Tabla 3.4 Resultados de análisis de material volátil en el carbón activado

Muestra	Peso de crisol (g)	Peso de la muestra (g)	Peso del crisol más la muestra (g)	Peso de crisol más contenido de material no volátil (g)	Material volátil (%)
1	31.8057	1.0068	32.8125	32.7083	10.34
2	24.9183	1.0005	25.9188	25.8192	9.95
3	25.6917	1.0022	26.6939	26.6013	9.23
Promedio					9.84

El porcentaje de material volátil para carbones vegetales se encuentra entre 7-13% (véase Tabla 1.5), ya que el porcentaje promedio de material volátil es del 9.84% se considera un valor aceptable. La importancia en el contenido de material volátil radica en que mientras éste sea menor habrá menos contenido de alquitrán en el material, lo que se traduce a menor capacidad de incineración, que es factible para carbones activados usados en tratamientos de agua.

III. Contenido de cenizas

Tabla 3.5 Resultados del análisis de contenido de cenizas en el carbón activado

Muestra	Peso del crisol (g)	Peso de la muestra (g)	Peso de la muestra más crisol (g)	Peso de crisol y de contenido de cenizas (g)	Contenido de cenizas (%)
1	24.9186	1.0025	25.9211	25.9006	2.04
2	25.6911	1.0007	26.6918	26.6697	2.20
3	31.8066	1.0051	32.8117	32.7885	2.30
Promedio					2.18

El promedio del porcentaje de contenido de cenizas obtenido es 2.18%, según la Norma ASTM-D 2866, para carbón activado a partir de concha de coco el valor de contenido de cenizas es de 7.74%. Por otro lado, autores como Hernández Rodríguez et al. (2017), reportan que contenido de cenizas en carbones activados comerciales elaborados de concha de coco es de 0.44-19.24%, por lo que el porcentaje de cenizas para el carbón activado obtenido en el laboratorio es considerado aceptable de acuerdo a la norma.

IV. Densidad aparente

Los resultados obtenidos en la prueba de determinación de densidad aparente se muestran en la Tabla 3.6, a continuación:

Tabla 3.6 Resultados de determinación de densidad aparente

Muestra	Peso del vaso de precipitado con carbón (g)	Peso del vaso de precipitado vacío (g)	Densidad aparente (g/mL)
1	56.0	28.7	0.546
2	55.9	28.7	0.544
3	56.0	28.7	0.546
Promedio			0.545

Según la Norma ASTM D-2854, el rango permitido de densidad aparente para carbones activados es de 0.26-0.65 g/cm³, el resultado promedio del carbón activado elaborado en el laboratorio fue de 0.545 g/cm³, estando este valor dentro del rango permitido. Dado que la densidad aparente incluye el volumen de los poros y el de los espacios entre las partículas de carbón activado es una variable para determinar la masa de carbón necesaria para el lecho en columnas (Véase sección 3.3.2).

V. Porosidad

Tabla 3.7 Resultados de prueba de porosidad

Muestra	Volumen de la muestra (mL)	Volumen gastado (mL)	Porosidad
1	15	7.1	0.473
2	15	7.1	0.473
3	15	7.2	0.480
Promedio			0.476

Como se observa en la Tabla 3.7, el promedio de porosidad en el carbón activado fue de 0.476, valor que indica porosidad alta. Ramírez Guerra (2009), reporta que el rango de valores típicos de porosidad en carbones activados es de 0.2-1.0.

3.1.2.3 Granulometría

A continuación, se muestran los resultados del análisis granulométrico realizado al carbón activado:

Tabla 3.8 Granulometría del carbón activado obtenido

N° malla	Abertura (mm)	Peso retenido (g)	Retenido (%)	Retenido acumulado (%)	Pasante acumulado (%)
4	4.76	29.3	29.07	29.07	70.93
6	3.35	31.4	31.15	60.22	39.78
8	2.38	17.3	17.16	77.38	22.62
10	2	5	4.96	82.34	17.66
14	1.41	6.2	6.15	88.49	11.51
20	0.841	4.1	4.07	92.56	7.44
Fondo		7.5	7.44	100.00	0.00
Total		100.8	100.00		

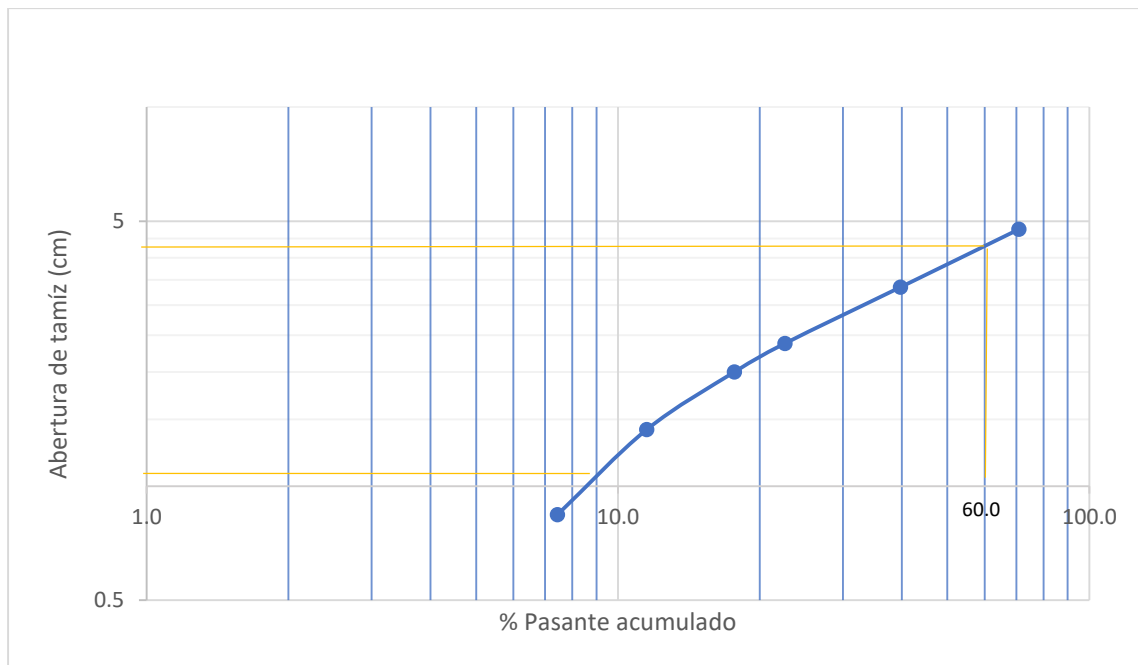


Figura 3.3 Curva de distribución de tamaño de partícula obtenida

El tamaño de partícula efectivo calculado con la Ecuación 2.6 es de 1.008 mm, las partículas con tamaño mayor a dicha abertura hasta el próximo tamiz en series de $\sqrt{2}$ (ASTM D-2862-97), representan el tamaño promedio de partícula, por tanto para las pruebas se utilizó el carbón retenido por los tamices 14x20 que está dentro de rango considerado como carbón activado granular, siendo el rango en milímetros de 0.841-1.41. El coeficiente de uniformidad calculado con la Ecuación 2.7 es de 3.8, por lo que se consideran partículas uniformes.

3.1.2.4 Fluorescencia de rayos X

A continuación, se presenta el resultado del análisis realizado por triplicado sobre las muestras de carbón:

Tabla 3.9 Análisis de fluorescencia de rayos X

Elemento	Contenido en Muestra (ppm)			Promedio (ppm)
	1	2	3	
Pb	N/D	N/D	N/D	-
Cu	39	30	43	37.33
Rb	18	17	15	16.67
Sr	7	11	10	9.33
Zr	12	14	12	12.67
Mo	27	24	24	25.00

Dichos elementos se encuentran como óxidos en la superficie del carbón, Ramírez (2009) afirma que “Respecto a las cenizas, los carbones activados comerciales de diversos orígenes contienen entre 3 y 15% de ellas, generalmente en forma de óxidos metálicos”, el resultado para el contenido de cenizas fue en promedio de 2.18% (véase Tabla 3.5), dicho resultado es coherente con el análisis anterior, que confirma una pequeña presencia de contenido inorgánico, esto es debido al método de activación física, ya que cuando los carbones son activados químicamente presentan un mayor contenido de cenizas. El bajo contenido de cenizas es

indispensable para carbones que serán empleados en tratamientos de aguas porque pueden afectar la adsorción y la distribución del tamaño de poros.

3.1.2.5 Espectroscopia infrarroja

En las Figuras 3.4, 3.5 y 3.6 se presentan los espectros de tres muestras de carbón activado:

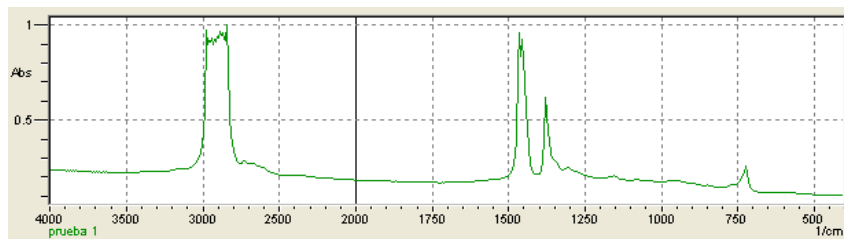


Figura 3.4 Espectro de la muestra 1

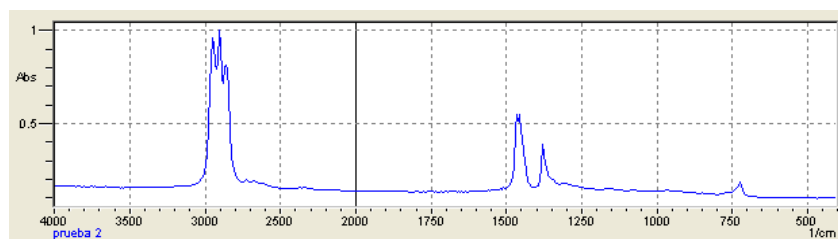


Figura 3.5 Espectro de la muestra 2

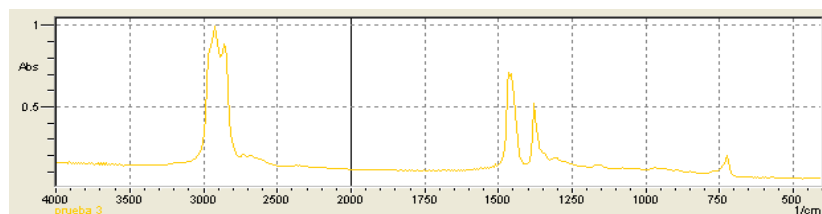


Figura 3.6 Espectro de la muestra 3

En las tres muestras se observa que el espectro se intensifica en la región de tensión del hidrógeno $2900-2700\text{ cm}^{-1}$ presentando una banda ancha atribuida a enlaces – C-H del $-\text{CH}_3$, dicha banda se confirma en la región de huella digital en $1475-1375\text{ cm}^{-1}$ cuya intensidad es media y está asociada a grupos carbonilos (cetonas, aldehídos, ácidos carboxílicos, ésteres y anhídridos) en la superficie del carbón activado. La señal que se muestra en 725 cm^{-1} es muy débil por lo que se considera que no garantiza ser un componente (Véase Anexo 2).

De acuerdo a los resultados anteriores, la presencia de grupos oxigenados en el carbón activado elaborado indica la oxidación de su superficie debido al proceso de activación al cual fue sometido; con respecto a cómo afecta la química superficial grupos carbonilos encontrados, Estupiñán (2011), afirma que “Este tipo de distribución corresponde a un material poroso obtenido desde un proceso de activación física, con un contenido de grupos oxigenados alto y por tanto la adsorción de iones metálicos se ve favorecida mediante fuerzas electrostáticas, producto de las interacciones entre los iones y los grupos en la superficie del carbón que se ionizan en solución”. Dichos resultados son coherentes con los obtenidos en la prueba preliminar de adsorción, dado que los grupos ácidos favorecen la adsorción de cationes metálicos en soluciones acuosas.

3.1.2.6 pH del carbón activado

A continuación, en la Tabla 3.10 se muestran los resultados de la prueba de determinación de pH del carbón activado en contacto con un líquido:

Tabla 3.10 Resultados de prueba de pH en el carbón activado

Muestra	pH
1	9.9
2	9.8
3	9.8
Promedio	9.8

El carbón activado elaborado posee un carácter básico, con un valor promedio de pH 9.8. Hernández Rodríguez et al. (2017), afirman que el pH del extracto acuoso en contacto con carbón activado tiene un valor de pH 10.

3.2 RESULTADOS DE LA EXPERIMENTACIÓN DE LA ADSORCIÓN DE Pb II

La experimentación en estudio por lotes permitió determinar la capacidad de adsorción que presenta el carbón activado es decir la afinidad que existe entre nuestro material adsorbente y los iones plomo, la segunda etapa consistió en el sistema continuo, se verificó la influencia del flujo volumétrico y la altura del lecho en la adsorción de iones plomo y el tiempo de ruptura que nos indica el momento en que empieza a saturarse la columna.

3.2.1 Resultados de la prueba de efectividad de remoción Plomo

Para el estudio en lotes se verificó la influencia de la temperatura dejando evidencia que para 30°C se logran los mayores porcentajes de remoción, posteriormente se elaboraron las isotermas experimentales y las ajustadas a modelos matemáticos, el análisis se presenta a continuación:

3.2.1.1 Efecto de temperatura

La temperatura a la cual el proceso de adsorción tiene lugar influye tanto en la velocidad de adsorción como en el grado en que la adsorción se produce. Su efecto depende del calor de adsorción (cambio de entalpia), siendo diferente para cada clase de sitio activo y contribuyendo de forma distinta a la unión del metal (Valencia y Castellar, 2013).

A continuación, se presenta el porcentaje removido de plomo para cada temperatura:

Tabla 3.11 Porcentaje de remoción y capacidad de adsorción de plomo evaluado a tres temperaturas

Concentración inicial de plomo (ppm)	T 20°C		T 30°C		T 40°C	
	%Remoción	q _e (mg/g)	%Remoción	q _e (mg/g)	%Remoción	q _e (mg/g)
19.8343	98.27%	1.9490	98.50%	1.9537	98.27%	1.9491
30.8466	97.98%	3.0222	99.08%	3.0563	98.47%	3.0373
38.8281	98.30%	3.8167	99.13%	3.8491	98.76%	3.8346
50.5393	98.04%	4.9548	98.69%	4.9879	98.76%	4.9913
Promedio	98.15%	3.45	98.85%	3.46	98.57%	3.44

Los resultados indican que para el carbón activado a partir de estopa de coco los mayores porcentajes de remoción se logran a la temperatura de 30°C obteniéndose un promedio de 98.85% además se observa que en los tres lotes el mayor porcentaje de remoción se logra para la solución de 38.8281 ppm de plomo, el menor porcentaje de remoción se obtiene a la temperatura de 20°C. Se muestra que para las concentraciones estudiadas se logra porcentajes de remoción por encima del 95% considerándose de buen rendimiento el carbón activado.

En cuanto a la capacidad de remoción existe una diferencia de 0.1 mg/g entre cada temperatura, logrando un valor promedio de 3.46 para 30°C. Se observa que a bajas concentraciones de plomo hay menor capacidad de remoción para las tres temperaturas y a medida que aumenta la concentración aumenta la capacidad de remoción, teniendo un valor máximo de 4.9913 mg/g a 40°C para concentración de 50.5393 ppm de plomo.

En las siguientes figuras se muestra el porcentaje de remoción y la capacidad de remoción de plomo en las temperaturas evaluadas:

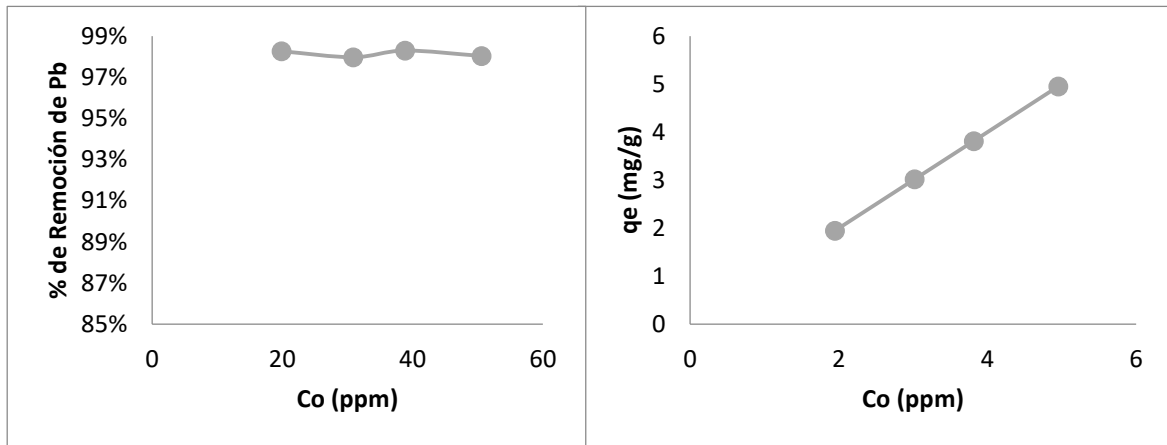


Figura 3.7 Porcentaje de plomo removido y Capacidad de adsorción de plomo a 20°C

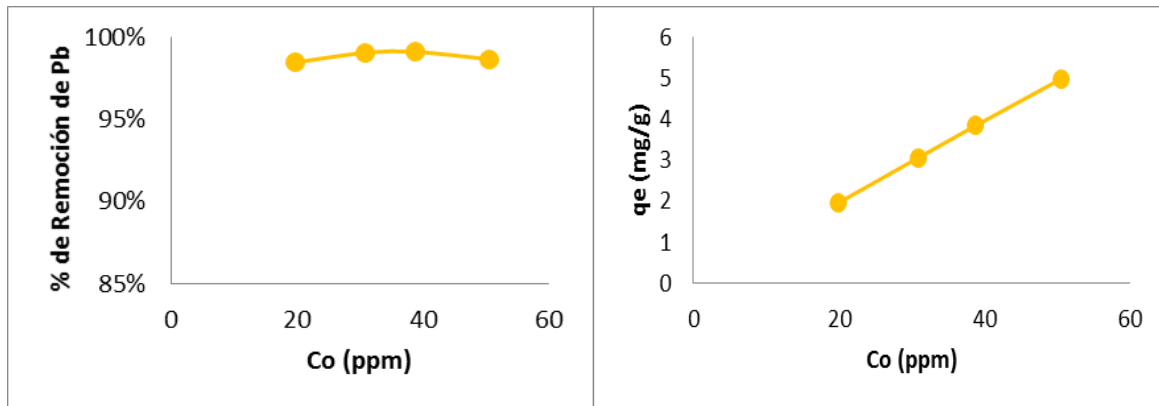


Figura 3.8 Porcentaje de plomo removido y capacidad de adsorción de plomo a 30°C

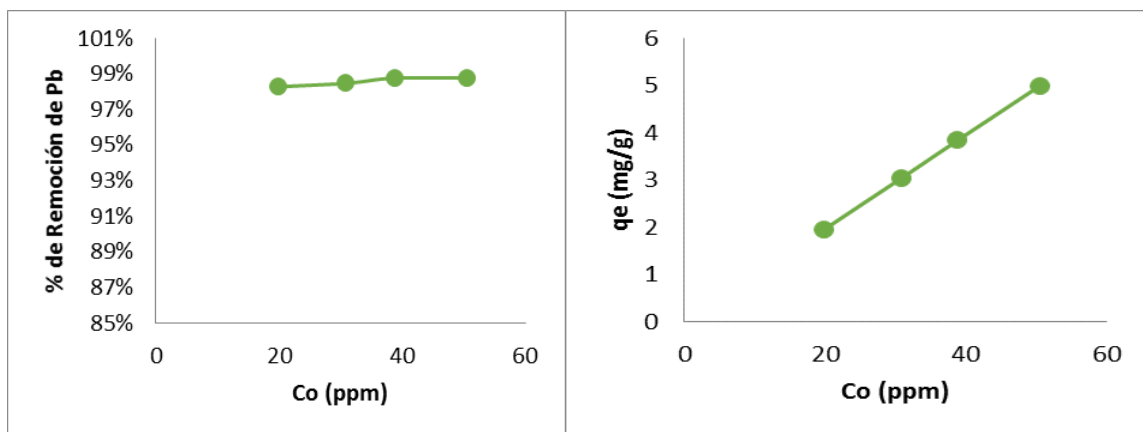


Figura 3.9 Porcentaje de plomo removido y Capacidad de adsorción de plomo a 40°C

3.2.1.2 Isotermas experimentales de adsorción

La isoterma de adsorción describe el fenómeno de adsorción en una fase sólida (carbón activado granular) y una fase líquida (solución de plomo) y se consideran esenciales para comprender la relación entre el adsorbato y el material adsorbente, así como el diseño práctico de sistemas de adsorción a gran escala. En la Tabla 3.12 se presentan los resultados de concentración del equilibrio obtenidos luego del contacto por ocho horas y los resultados de la capacidad de remoción en el equilibrio. En la Figura 3.10 están representadas las isotermas sin ajuste de modelo matemático.

Tabla 3.12 Comparación de datos de concentración en el equilibrio y las capacidades de adsorción de las tres temperaturas evaluadas

Ce T 20°C	Ce T 30°C	Ce T 40°C	qe (mg/g) T 20°C	qe (mg/g) T 30°C	qe (mg/g) T 40°C
0.3437	0.2969	0.3425	1.9490	1.9537	1.9491
0.6244	0.2833	0.4731	3.0222	3.0563	3.0373
0.6603	0.3367	0.4813	3.8167	3.8491	3.8346
0.9911	0.6598	0.6261	4.9548	4.9879	4.9913

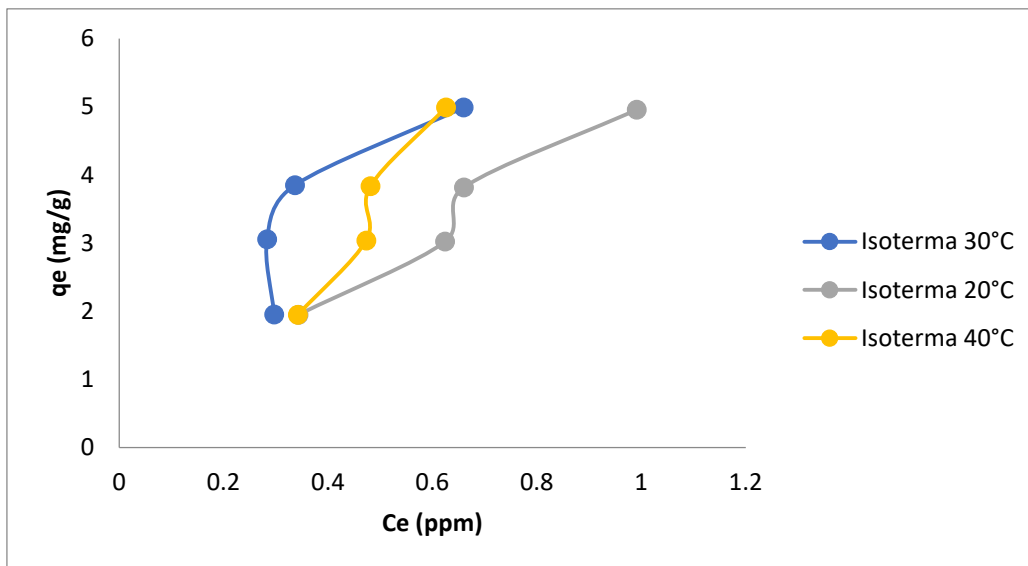


Figura 3.10 Isotermas de adsorción experimentales

Se observa que para para las tres temperaturas el tipo de isoterma de adsorción sobre materiales carbonosos el tipo F se describe mejor, indicando una superficie heterogénea con alta afinidad, para 20 y 40°C no se observa un ajuste en su totalidad, pero si sigue la tendencia de un aumento inicial muy fuerte seguido de una pseudo meseta, para 30°C si se observa un mejor ajusta al tipo de isoterma F.

En la Figuras 3.11 se presentan los datos experimentales ajustados a las isotermas de Freundlich:

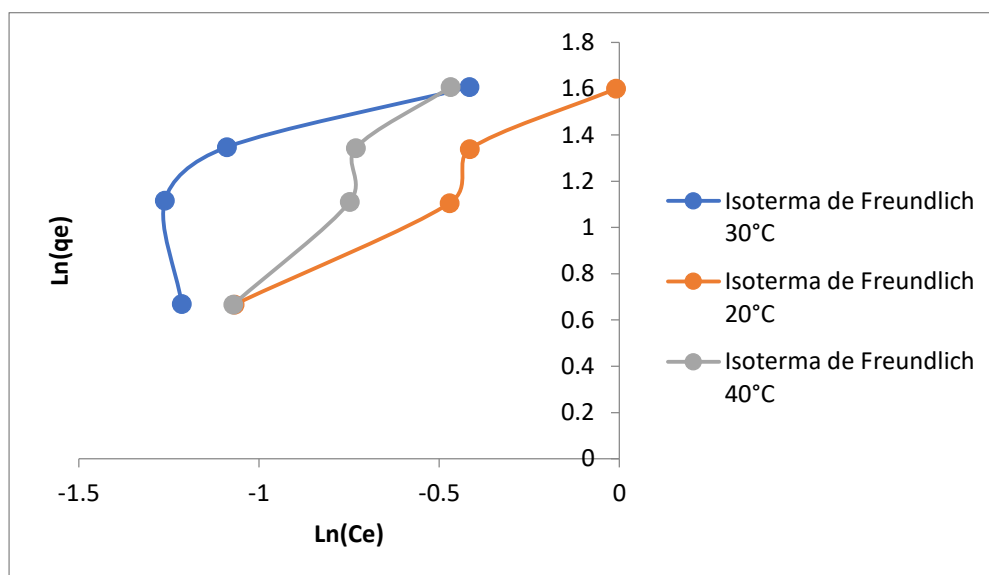


Figura 3.11 Isotermas de adsorción de Freundlich

Tabla 3.13 Constantes de adsorción para las isotermas de Freundlich

Temperatura	K ($\text{mg}^{1.1/n} \text{L}^{1/n}/\text{g}$)	n	R ²
20°C	7.0944	1.2857	0.95
30°C	5.0299	1.1226	0.59
40°C	10.7167	0.6347	0.96

Los coeficientes de correlación (R^2) son aceptables para las temperaturas 20 y 40°C sin embargo para la isoterma de 30°C se obtiene un valor de 0.59, lo que no representa un ajuste satisfactorio de los datos experimentales indicando que existen otras variables que modifican y explican la variabilidad de la concentración en el equilibrio. Para la constante K que es el parámetro que está relacionado con la resistencia de la unión y la adsorción, se obtienen valores mayores a uno lo que indica que hay una fácil captación de los iones de plomo.

Hernández & Triviño (2016) afirman que “La constante n relaciona la afinidad entre el carbón activado y los iones de plomo de tal forma que si $n=1$ la adsorción es lineal, $n>1$ el fenómeno de adsorción es físico y existe una tendencia de adsorción en concentraciones bajas de soluto, para valores $n<1$ se refiere a adsorción química indicando una adsorción cooperativa”.

Se observa que para la temperatura de 40°C se obtiene un valor menor a uno lo que indica un fenómeno de enlaces químicos, es decir, la adsorción sólido-líquido es más compleja que la sólido-gas, puesto que las fuerzas de interacción no son sólo adsorbente-adsorbato, sino que también intervienen fuerzas de interacción adsorbente-disolvente, adsorbato-disolvente y adsorbato-adsorbato. Este hecho motiva que la afinidad de un adsorbente por un adsorbato no dependa solamente de la naturaleza de las interacciones entre ambos, sino también de la naturaleza del disolvente en el que el adsorbato se encuentra disuelto. El carácter polar o no polar define la afinidad del soluto por el disolvente, de manera que la adsorción se ve favorecida cuanto menor es la afinidad del adsorbato por el disolvente y mayor lo es por el adsorbato (Asenjo, 2014).

La Figura 3.12 muestra las isotermas de Langmuir obtenidas y la Tabla 3.14 las respectivas constantes, se observa que los valores de R^2 no se ajustan a una línea recta de modo que el mayor valor es de 0.703 para la isoterma de 40°C, en cuanto al parámetro de equilibrio adimensional R_L nos indican el tipo de isoterma de modo que si $R_L>1$ es desfavorable, $R_L=1$ lineal, $0<R_L<1$ favorable e irreversible si $R_L=0$, para este estudio sólo las isotermas de 20 y 30°C presentan tendencia favorable

según los datos de R_L , para el q_{max} existe una mayor captación para el lote de 20°C y luego para 30°C, en la Tabla 3.15 se muestran valores encontrados por otros investigadores para la capacidad máxima de adsorción de iones plomo sobre carbón activado y son muy diversos, dependiendo principalmente del tipo de precursor para obtener el carbón activado y las condiciones de operación.

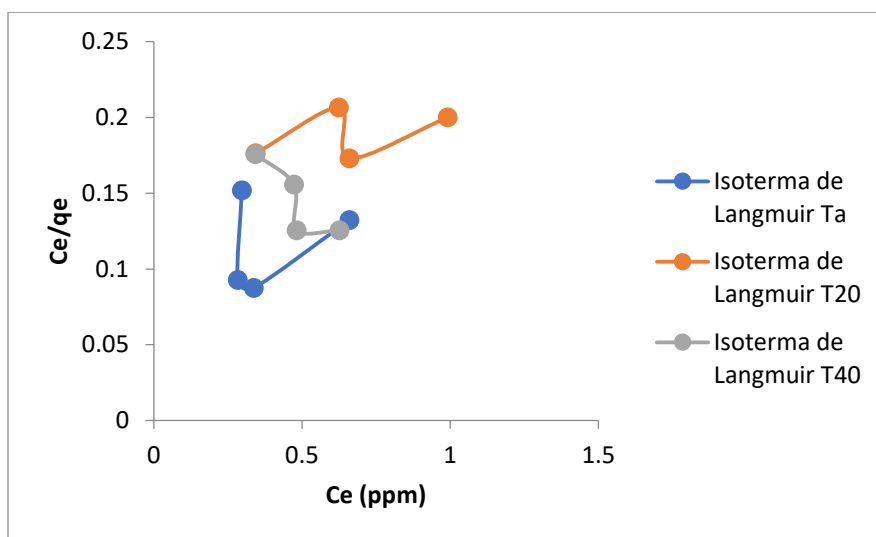


Figura 3.12 Isotermas de adsorción de Langmuir

Tabla 3.14 Constantes de adsorción para las isotermas Langmuir

Temperatura (°C)	$q_{máx}$	b	R_L	R^2
20	30.03	0.20	0.09	0.28
30	18.94	0.55	0.03	0.09
40	-5.61	-0.77	-0.03	0.70

Tabla 3.15 Comparación de las capacidades de adsorción de Pb para varios precursores del carbón activado (Ortega, 2012)

Fuente del carbón	Condiciones experimentales				
	Dosis (g/dm ³)	pH	Temperatura (°C)	Concentración (mg/dm ³)	q _{max} (mg/g)
Cáscara de coco	0.5	-	30	20-60	26.5
Ceiba pantandra	2-8	6.0	30	40-200	25.5
Residuos de café	-	5.8	60	10-90	71.4
Cáscara de coco	2	5.0	37	5-70	29.4
Carbón activado comercial	10	4.0	28	50-1000	35.7

3.3.2 Resultados de estudio en columnas

El estudio en continuo nos dejó evidencia que la altura del lecho y el flujo volumétrico son variables que determinan el tiempo de ruptura ya sea para que aumente o disminuya, en las siguientes secciones se explica cada uno de los parámetros e indica cuales son las condiciones de operación para alcanzar un mayor tiempo para que la relación de concentración a un tiempo dado respecto a la concentración inicial sea igual a 0.1.

3.3.2.1 Efecto de altura del lecho

Uno de los parámetros que más influye en el proceso de adsorción de metales en lechos fijos es la altura debido a que la cantidad de iones adsorbidos en una columna de lecho se encuentra altamente asociada a la cantidad de material adsorbente utilizado.

Para analizar la influencia de la altura del lecho se empleó una solución de plomo de concentración 19.7523 ppm con flujos por gravedad de 1, 3 y 5 cm³/min, a temperatura ambiente de (28°C +/- 3°C) y alturas de 1, 5 y 10 cm.

Los resultados muestran que el tiempo de ruptura aumenta a medida que aumenta la altura del lecho ya que a mayor altura de relleno la concentración del efluente se demora más en acercarse a la concentración de la solución de alimentación, es decir, C_t/C_o en llegar a la unidad, indicando una zona de transferencia de masa más amplia (Hernández Rodríguez & Triviño Clavijo, 2016).

Para el flujo 1 cm³/min un mayor tiempo de ruptura se logra a la altura de 10 cm obteniéndose a los 55.06 minutos tal como se observa, a continuación, en la Figura 3.13:

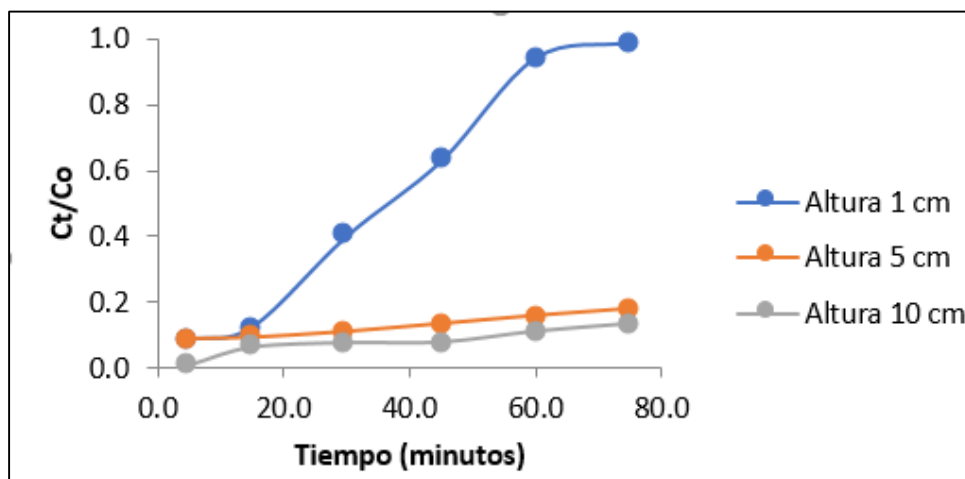


Figura 3.13 Curvas de ruptura para adsorción de plomo en una columna de carbón activado, a diferentes alturas de lecho y flujo volumétrico de 1 cm³/min

En la Tabla 3.16 se observa que a medida aumenta la altura del lecho la capacidad de adsorción calculado con la Ecuación 1.12 es mayor, obteniéndose un valor de 0.3059 mg de plomo por gramo de carbón activado.

Tabla 3.16 Tiempos de ruptura y capacidad de adsorción en la remoción de plomo en un sistema continuo a diferentes alturas de lecho para un flujo volumétrico de 1 cm³/min

Concentración inicial (ppm)	Tiempo de ruptura (C/Co)=0.1 (min)	Altura del lecho (cm)	Masa del lecho (g)	Capacidad de adsorción de la columna (mg/g)
19.7523	8.27	1	0.8	0.1921
19.7523	17.89	5	1.7	0.2079
19.7523	55.06	10	3.6	0.3058

Para el flujo de 3 cm³/min el mayor tiempo de ruptura se logra para una altura de 10 cm, esto es debido al aumento en el área superficial del adsorbente, el cual provee más sitios de unión para la adsorción, en la Figura 3.14 se observa que el área bajo la curva es menor para la altura 10 cm indicando un mayor aprovechamiento en la columna (Guzmán, 2014):

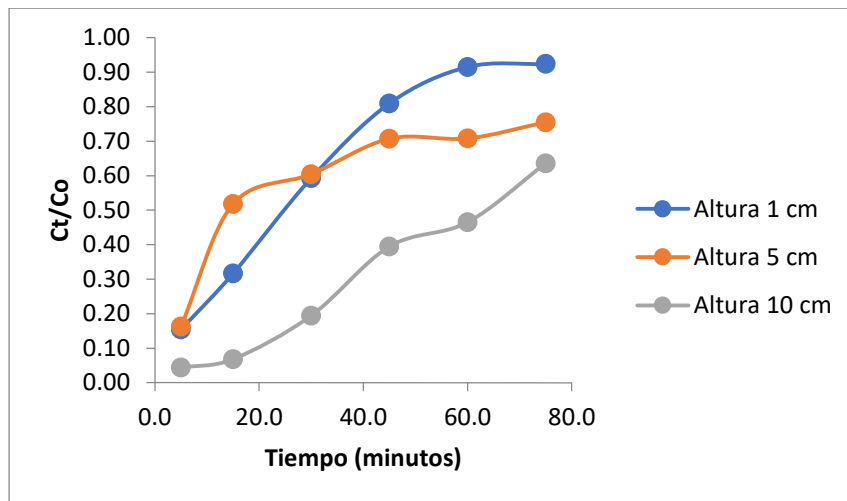


Figura 3.14 Curvas de ruptura para adsorción de plomo en una columna de carbón activado, a diferentes alturas de lecho y flujo volumétrico de 3cm³/min

El tiempo de ruptura disminuyó a valores por debajo del minuto para la altura 1 y 5 cm debido al fenómeno de dispersión axial en la transferencia de masa que reduce

la difusión del soluto y en consecuencia los iones metálicos no tienen el suficiente tiempo para distribuirse en todo el material adsorbente reportando así valores de relación de ruptura altos en poco tiempo.

Tabla 3.17 Tiempos de ruptura y capacidad de adsorción en la remoción de plomo en un sistema continuo a diferentes alturas de lecho para un flujo volumétrico de 3 cm³/min

Concentración inicial (ppm)	Tiempo de ruptura (C/Co)=0.1 (min)	Altura del lecho (cm)	Masa del lecho (g)	Capacidad de adsorción de la columna (mg/g)
19.7523	0.3	1	0.8	0.0222
19.7523	3.6	5	1.8	0.1185
19.7523	17.89	10	3.6	0.3081

Para el flujo de 5 cm³/min de igual forma reporta un mayor tiempo de ruptura a la altura de 10 cm, sin embargo, para la altura 1 y 5 cm no se logró determinar el tiempo de ruptura debido a que los sitios de adsorción disponibles son menores comparado con la altura 10 y hay mayor presencia de iones plomo, de modo que para un tiempo de operación de cinco minutos la relación C_t/C_o es igual a 0.4576 dejando en evidencia que el tiempo de ruptura es instantáneo al inicio de operación.

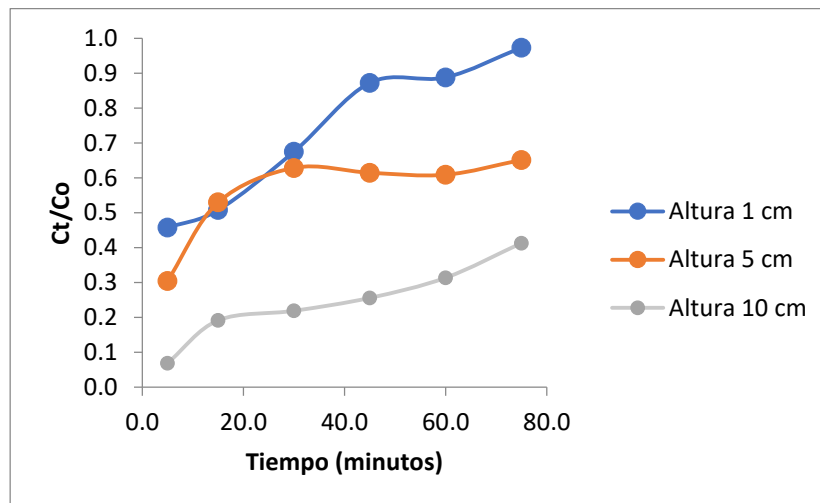


Figura 3.15 Curvas de ruptura para adsorción de plomo en una columna de carbón activado, a diferentes alturas de lecho y flujo volumétrico de 5 cm³/min

La capacidad de adsorción es menor comparada con los flujos 1 y 3 cm³/min, esto es debido a que la cantidad de iones plomo es mayor que la cantidad de intersticios disponibles todo esto unido a un mezclado longitudinal, un mal empaquetado del carbón activado o por un mezclado radial, los tiempos de ruptura para la altura 1 y 5 cm no pudieron obtenerse pues fue el tiempo de ruptura fue instantáneo.

Tabla 3.18 Tiempos de ruptura y capacidad de adsorción en la remoción de plomo en sistema continuo a diferentes alturas de lecho para un flujo volumétrico de 5 cm³/min

Concentración inicial (ppm)	Tiempo de ruptura (C/C₀)=0.1 (min)	Altura del lecho (cm)	Masa del lecho (g)	Capacidad de adsorción de la columna (mg/g)
19.7523	-	1	0.8	-
19.7523	-	5	1.81	-
19.7523	5.24	10	3.81	0.1450

3.3.2.2 Efecto de flujo volumétrico

Otro parámetro que determina la remoción de iones metálicos en columnas de lecho fijo es el flujo volumétrico, para este experimento se analizó tres flujos 1, 3 y 5 cm³/min para tres alturas diferentes de lecho, los resultados se describen a en las Figuras 3.16, 3.17 y 3.18 se observa que a medida aumenta el flujo volumétrico disminuye el tiempo de ruptura.

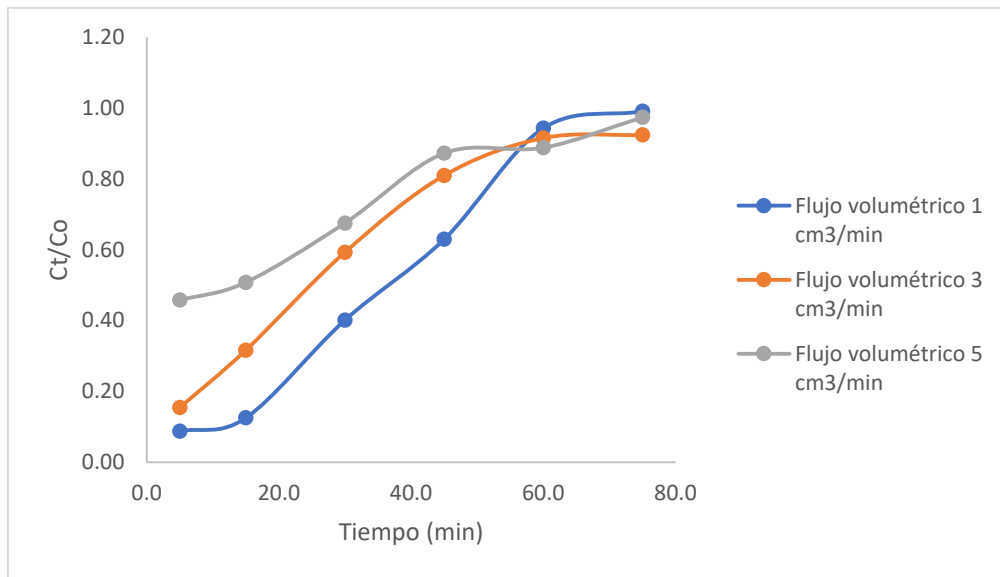


Figura 3.16 Curvas de ruptura para adsorción de plomo en una columna de carbón activado, a diferentes flujos volumétricos y altura de 1 cm

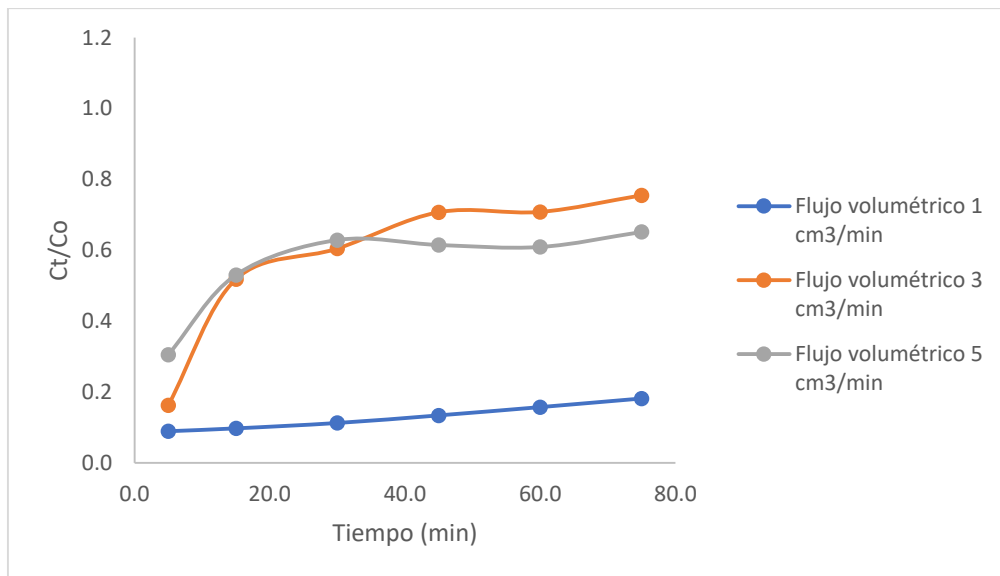


Figura 3.17 Curvas de ruptura para adsorción de plomo en una columna de carbón activado, a diferentes flujos volumétricos y altura de 5 cm

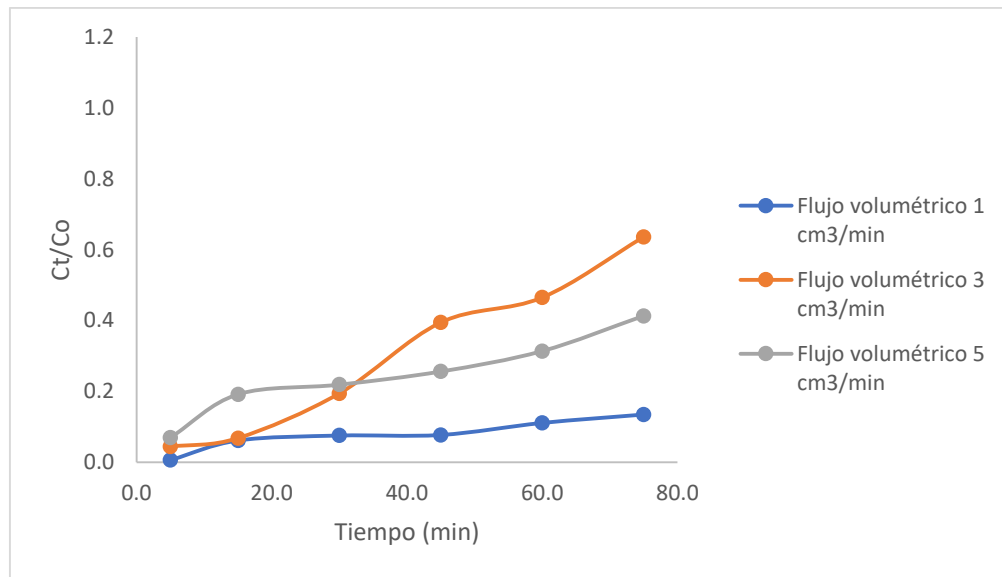


Figura 3.18 Curvas de ruptura para adsorción de plomo en una columna de carbón activado, a diferentes flujos volumétricos y altura de 10 cm

3.3.2.3 Aplicación del modelo BDST

Este modelo provee una descripción real del proceso de adsorción de plomo sobre el carbón activado de estopa de coco suponiendo una adsorción directa del soluto en la superficie del adsorbente que ignora la transferencia de masa intraparticular y la resistencia externa (Hernández Rodríguez y Triviño Clavijo, 2016).

La Figura 3.19 muestra la representación lineal del modelo BDST para la remoción de Pb en un lecho fijo de carbón activado para flujo volumétrico 1 y 3 cm³/min a las diferentes alturas del lecho estudiadas. A partir de los valores de las pendientes e intercepto se obtuvo N_0 y K para cada una de las líneas de isorremoción.

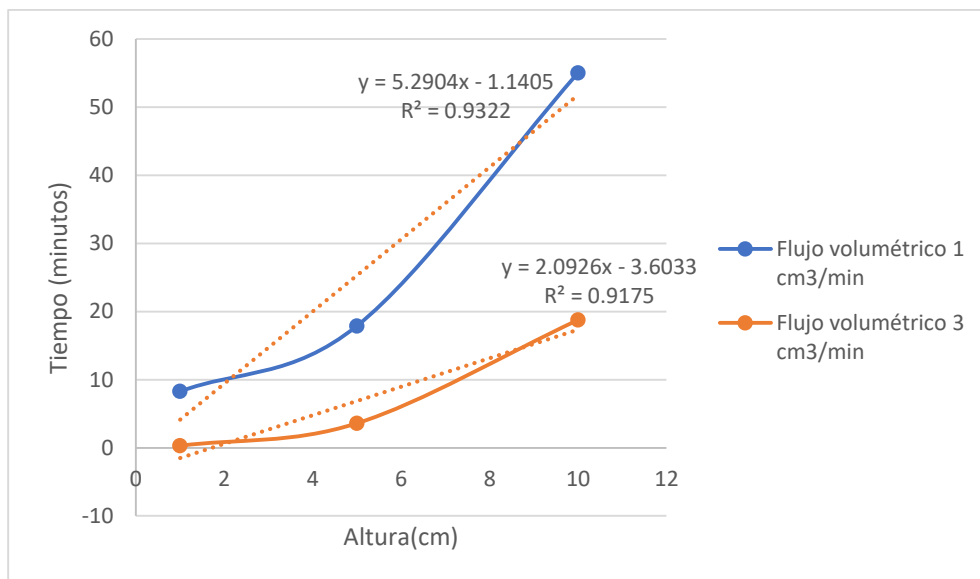


Figura 3.19 Ajuste de los resultados experimentales del proceso de adsorción de plomo en sistema continuo al modelo BDST para flujos 1 y 3 cm³/min

Tabla 3.18 Parámetros del modelo BDST

Flujo (cm ³ /min)	C _o (ppm)	C/C _o	U (cm/min)	N _o (mg/dm ³)	K (dm ³ /(min*mg))	R ²
1	19.7523	0.1	1.0522	109.9504	0.0975	0.9322
3	19.7523	0.1	3.1567	43.4939	0.0308	0.9175

La cantidad de iones de plomo que son adsorbidos por un litro de material adsorbente son representados en la constante N_o , se obtuvo un valor de 109.9504 mg/dm³ para el flujo 1 cm³/min es menor comparado con otros estudios donde se utiliza carbón activado comercial, en la Tabla 3.19 se presenta los datos obtenidos por otros autores, la diferencia se debe al uso de agentes químicos para la activación del carbón donde se utiliza ácidos que aumentan la capacidad de adsorción del adsorbente de acuerdo a su estructura química. Para el flujo volumétrico 3 cm³/min es menos de la mitad del flujo uno, indicando una baja cantidad de iones adsorbidos. En cuanto a la constante K , esta influencia la forma de la curva de ruptura, indicando que se necesita mayor altura de lecho para evitar

la llegada del tiempo de ruptura cuando se obtiene un valor de K menor a uno y en contraparte el punto de ruptura puede eliminarse con alturas de lecho pequeñas cuando el valor de K es alto.

Tabla 3.19 Comparación de la capacidad dinámica del lecho (N_o) de plomo en sistema continuo con otros materiales adsorbente

Adsorbente	Concentración inicial (ppm)	Flujo (cm³/min)	Temperatura (°C)	N_o (mg/dm³)	Referencia
Activado Granular (GAC Norit)	24.9	1	27	221	(Valencia Ríos & Castellar Ortega, 2013)
Hojas de Ficus religiosa pretratadas	100	10	--	1756	(Qaiser, Saleemi, & Umar, 2009)
Estopa de coco	19.7523	1	27-30	109	Fuente propia

Para calcular los tiempos de ruptura y comparar con los obtenidos experimentalmente sustituimos los valores de N_o y K en la Ecuación 1.7

$$t = \frac{109.9504}{C_o U} Z - \frac{1}{0.097535 C_o} \ln\left(\frac{C_o}{C} - 1\right) \quad \text{Ec. 3.1}$$

$$t = \frac{43.4939}{C_o U} Z - \frac{1}{0.030871 C_o} \ln\left(\frac{C_o}{C} - 1\right) \quad \text{Ec. 3.2}$$

Reemplazando las condiciones de operación C_o , U y la relación del efluente $\frac{C_o}{C}$ se obtienen las Ecuaciones 3.3 y 3.4:

$$t = 5.2899 * Z - 1.1405 \quad \text{Ec. 3.3}$$

$$t = 0.6975 * Z - 3.6033 \quad \text{Ec. 3.4}$$

En la Tabla 3.20 se presenta la comparación de los tiempos calculados por el modelo BDST y los tiempos de ruptura obtenidos experimentalmente, se observa que las ecuaciones se reproducen con bastante aproximación y predicen tiempos de rupturas similares a los experimentales.

Tabla 3.20 Comparación de los tiempos de ruptura calculados por el modelo BDST y los tiempos de ruptura experimentales para diferentes condiciones de operación

Flujo volumétrico	1 (cm ³ /min)		3 (cm ³ /min)	
	t calculado (min)	t exp (min)	t calculado (min)	t exp (min)
Altura de lecho (cm)				
1	8.2700	6.4305	0.3000	4.3009
5	17.8956	27.5904	3.6000	7.0910
10	55.0600	54.0403	18.7708	10.5787

Los parámetros N_o y K que se muestran en la Tabla 3.18 pueden ser utilizados para el diseño de columnas de adsorción con propósitos prácticos. Según el enfoque del modelo BDST estos valores pueden ser ajustados para el diseño de columnas que utilicen condiciones diferentes de velocidad lineal y concentración inicial.

Para una velocidad lineal diferente se multiplica el valor de la pendiente original (a) y la relación de velocidad de flujo lineal original y la nueva tal como se muestra en la Ecuación 3.5, donde a_n corresponde a la pendiente del nuevo valor de flujo lineal U_n .

$$a_n = a \left(\frac{U}{U_n} \right) \quad \text{Ec. 3.5}$$

Y para el caso de evaluar una concentración nueva, se ajustan los valores originales de la pendiente (a) y de la ordenada (b) como se muestra en las Ecuaciones 3.6 y 3.7:

$$a * _n = a \left(\frac{C_o}{C_{*o}} \right) \quad \text{Ec. 3.6}$$

$$b * n = b \left(\frac{C_o}{C_{*o}} \right) \quad \text{Ec. 3.7}$$

En la Tabla 3.21 se muestran los resultados obtenidos con nuevos flujos volumétricos de operación, se observa que a medida aumenta el flujo disminuye el tiempo de ruptura, así como se registró en los datos experimentales. Se tiene que para el flujo de 30 cm³/min el tiempo de ruptura es 0.6230 minutos.

Tabla 3.21 Tiempo de ruptura calculado para nuevos flujos volumétricos

Flujo (cm³/min)	Z (cm)	a (min/cm)	b (min)	U (cm/min)	a_n (min/cm)	U_n (cm/min)	tb (min)
10	10	5.2904	-1.1405	1.0523	0.5290	10.5226	4.1499
20	10	5.2904	-1.1405	1.0523	0.2645	21.0453	1.5047
30	10	5.2904	-1.1405	1.0523	0.1763	31.5679	0.6230

Si es necesario alargar el tiempo de ruptura, se utiliza la Ecuación 3.3 despejando Z y sustituyendo a por el nuevo valor a_n y definiendo el tiempo de ruptura deseado. Por ejemplo, si se desea incrementar el tiempo de ruptura para el flujo 10 cm³/min a 20 minutos, se tiene que:

$$Z = \frac{20 + 1.1405}{0.5290} = 39.96 \text{ cm}$$

Como lo establece Hernández Rodríguez & Triviño Clavijo (2016), para obtener la dosis de adsorbente equivalente se emplea la Ecuación 3.8:

$$D_a = \rho_{ap} * A_T * Z \quad \text{Ec. 3.8}$$

Donde D_a es la dosis de adsorbente equivalente (g), ρ_{ap} es la densidad aparente (g/mL), A_T es el área transversal de la columna (cm²) y Z es la altura del lecho empacado (cm).

Por tanto, la masa de carbón activado necesaria para una altura de lecho de 39.96 cm es de 20.69 g.

En la Tabla 3.22 se calcularon tiempos de ruptura para nuevas concentraciones iniciales de plomo, el dato de 0.20 ppm fue tomado en base a la auditoría ambiental realizada en el año 2007 por el MARN en aguas residuales de la fábrica BAES y 0.37 ppm del trabajo de graduación “Diseño de un sistema de saneamiento ambiental en El Caserío Emiliani del Cantón Flor amarilla ubicado al occidente del Municipio de Ciudad Arce”. De igual manera, se calculó para una concentración de 100 ppm que son cantidades estándar utilizadas en laboratorios de análisis de trazas de metales pesados. Se observa que a medida aumenta la concentración el tiempo de ruptura disminuye, es decir, que se emplea un menor tiempo para saturar los sitios activos del carbón.

Tabla 3.22 Tiempo de ruptura calculado para nuevas concentraciones iniciales

Z (cm)	a (min/cm)	b (min)	C_o (ppm)	a_n* (min/cm)	C_o* (ppm)	b* (min)	tb (min)
10	5.2904	-1.1405	19.7523	522.4878	0.20	-112.6375	5112.2409
10	5.2904	-1.1405	19.7523	282.4259	0.37	-60.8851	2763.3735
10	5.2904	-1.1405	19.7523	1.0450	100.00	-0.2253	10.2245

Para casos en que las concentraciones iniciales son distintas a las descritas experimentalmente en este trabajo y se necesita un mayor tiempo de ruptura, se puede realizar una estimación de la altura de lecho necesaria despejando Z de la Ecuación 3.3 que corresponde a flujo volumétrico 1 cm³/min y la masa equivalente del adsorbente, utilizando la Ecuación 3.8, sustituyendo los nuevos valores de a_n* y b*, así para concentración de 100 ppm y un tiempo de ruptura de 20 minutos, se tiene que:

$$Z = \frac{20 + 0,2253}{1.045} = 19.3544 \text{ cm}$$

De igual manera, de la Ecuación 3.8, se obtiene que son necesarios 10.02 g de carbón activado.

3.3 RESULTADOS DEL DISEÑO DE EXPERIMENTOS

Se tabularon los resultados de concentración final de plomo obtenidas de los 12 experimentos en la Tabla 3.23:

Tabla 3.23 Resultados del diseño de experimento por lotes

Concentración inicial de plomo (ppm)	T (°C)		
	20	30	40
19.8343	0.3437	0.2969	0.3425
30.8466	0.6244	0.2833	0.4731
38.8281	0.6603	0.3367	0.4813
50.5393	0.9911	0.6598	0.6261

Analizando los resultados mediante la utilización el programa SPSS los efectos de los factores se obtuvieron las estimaciones mostradas en la Tabla 3.24, a continuación:

Tabla 3.24 Análisis de varianza en estudio por lotes (Programa SPSS).

Pruebas de efectos inter-sujetos

Variable dependiente: Concentración final de plomo

Origen	Tipo III de suma de cuadrados	gl	Media cuadrática	F	Sig.
Modelo	3.555 ^a	6	.593	67.420	.000
Temp	.141	2	.071	8.023	.020
Co	.294	3	.098	11.151	.007
Error	.053	6	.009		
Total	3.608	12			

a. R al cuadrado = .985 (R al cuadrado ajustada = .971)

Se tiene que los p valores ("Sig." en Tabla 3.24) para temperatura es igual a 0.020 y para la concentración inicial es de 0.07. Además, indica que el modelo estadístico se ajustó correctamente, rechazando la hipótesis nula y aceptando la hipótesis alterna, que tanto la concentración inicial como la temperatura por individual, si

influyeron en la remoción de plomo, a un nivel de confianza del 95%, por lo tanto, se concluye que existen diferencias en la concentración final de plomo en función de los factores antes mencionados.

A continuación, se muestran los resultados del diseño de experimentos para el estudio en sistema continuo:

Tabla 3.25 Resultados del diseño de experimentos en sistema continuo

Altura del lecho	A ₁ (cm)			A ₂ (cm)			A ₃ (cm)		
	fv ₁	fv ₂	fv ₃	fv ₁	fv ₂	fv ₃	fv ₁	fv ₂	fv ₃
Flujo volumétrico (cm ³ /min)									
Tiempo (min)									
5	1.7325	3.0498	9.0387	1.7586	3.2101	6.0266	0.1211	0.8727	1.3713
15	2.4739	6.2514	10.0320	1.8467	10.2288	10.4697	1.2159	1.3491	3.7896
30	7.9244	11.7088	13.3353	2.1901	11.9406	12.4178	1.4924	3.8406	4.3284
60	12.4289	15.9892	17.2308	2.6584	13.9682	12.1412	1.5253	7.7955	5.0610
75	18.6208	18.0752	17.5371	3.1351	13.9832	12.0300	2.1959	9.1866	6.2010

Analizando los resultados mediante la utilización del programa SPSS los efectos de la interacción de factores se obtuvieron las estimaciones mostradas en la Tabla 3.25, a continuación:

Tabla 3.25 Análisis de varianza en estudio de sistema continuo (Programa SPSS).

Pruebas de efectos inter-sujetos

Variable dependiente: Concentración en el tiempo t

Origen	Tipo III de suma de cuadrados	gl	Media cuadrática	F	Sig.
Modelo corregido	1819.167 ^a	33	55.126	15.993	.000
Intersección	3675.859	1	3675.859	1066.452	.000
Altura * Flujo_vol	95.186	4	23.797	6.904	.001
Tiempo * Altura	157.244	10	15.724	4.562	.002
Tiempo * Flujo_vol	50.761	10	5.076	1.473	.221
Tiempo	586.654	5	117.331	34.040	.000
Altura	614.544	2	307.272	89.147	.000
Flujo_vol	314.777	2	157.389	45.662	.000
Error	68.936	20	3.447		
Total	5563.962	54			
Total corregido	1888.103	53			

a. R al cuadrado = .963 (R al cuadrado ajustada = .903)

Dado que el valor p para la interacción tiempo y flujo volumétrico es mayor que 0.05, por lo que para este caso acepta la hipótesis nula: las interacciones de dichos factores no tienen efecto en la variable respuesta. Por otra parte, se corrobora que las combinaciones de factores Altura-Flujo y Tiempo-altura sí tiene efectos sobre la variable respuesta, puesto que sus valores de p son menores que 0.05, aceptando las hipótesis alternas, a un nivel de confianza del 95%.

CONCLUSIONES

- A la temperatura 600°C y tiempo 60 minutos se reporta el mayor rendimiento de carbonización siendo 32.52%, por esta razón, el carbón obtenido a dichas condiciones se analizó mediante pruebas físicas y químicas; posteriormente se utilizó para el estudio por lotes y estudio en sistema continuo.
- En el estudio por lotes se lograron porcentajes mayores al 95% de remoción en todas las muestras, por otra parte, para la temperatura de 30°C se alcanza el 99.13% de remoción de plomo siendo la más alta, para la concentración inicial de 38.8281 ppm, se registró un comportamiento similar para las temperaturas de 20 y 40°C, por lo que el carbón activado elaborado de estopa de coco puede emplearse exitosamente para concentraciones iniciales menores de 50 ppm de plomo.
- Con los resultados obtenidos para la temperatura de 30°C se describe una isoterma de adsorción en situaciones mixtas de microporos y superficies abiertas, en concordancia con el proceso de carbonización dónde el mayor rendimiento tiene una pérdida por combustión del 67.48%, que indica que el producto obtenido es una mezcla de estructura micro y macroporosa. Asimismo, se tiene que el modelo de isoterma de Freundlich presentó el mejor ajuste para los datos experimentales, del cual se obtuvieron datos de constante de equilibrio (K) mayores a 1.0, indicando alta afinidad en la captación de plomo sobre el carbón activado de estopa de coco.
- Para el sistema continuo, se ratifica que el tiempo de ruptura se ve favorecido al aumentar la altura del lecho y disminuir el flujo volumétrico, verificándose el mayor tiempo de ruptura de 55.06 minutos y una capacidad máxima de adsorción calculada en ese punto de ruptura de 0.3058 mg/g, para el sistema:

10 cm de altura, 1 cm³/min de flujo volumétrico y concentración inicial de 19.7523 ppm.

- El modelo empírico BDST, se ajustó de mejor manera a los datos experimentales del flujo volumétrico 1 cm³/min, obteniéndose un coeficiente R^2 de 0.9322. Además, el tiempo de ruptura teórico fue de 54.04 minutos, con una diferencia de 1.02 minutos respecto al tiempo calculado experimentalmente.
- Para el diseño de sistema continuo, a nivel de laboratorio de remoción de plomo en agua, se definen los parámetros: altura del lecho de carbón activado de 10 cm, flujo volumétrico 1 cm³/min, tiempo de ruptura 55.06 minutos, tamaño de partícula 0.841-1.41 mm, porosidad 0.545, pH 4, diámetro interno de columna 1.1 cm.

RECOMENDACIONES

- Se recomienda probar una temperatura de 500°C y tiempos de 30 a 60 minutos para propiciar un mayor rendimiento en la etapa de carbonización, que el obtenido con la 600°C. Además, para la etapa de activación es preciso utilizar una mufla con sistema de inyector de vapor de agua, para lograr una estructura uniforme de poros en el carbón activado.
- Para el sistema continuo se recomienda añadir una bomba, por ejemplo, del tipo peristáltica para regular el flujo volumétrico. Además, evaluar diámetros internos de columna y alturas mayores para que se acoplen a condiciones reales de operación.
- Determinar la morfología de la superficie del carbón activado de la estopa de coco para obtener una mejor caracterización física del material.
- Estudiar en qué condiciones es posible regenerar el carbón activado utilizado, así también, métodos de disposición final para carbón saturado.
- Para lograr una información más detallada de las isothermas de adsorción se sugiere utilizar un rango más amplio de concentraciones iniciales de plomo.
- Dado que el carbón activado obtenido muestra alta afinidad por el plomo, se propone para usos en tratamientos de aguas en laboratorios dedicados a análisis de trazas de ese elemento. Asimismo, se propone la realización de estudios de adsorción para aguas naturales contaminadas con plomo.

BIBLIOGRAFÍA

- Agencia de protección ambiental de los Estados Unidos. (17 de mayo de 2016). Información básica sobre el plomo en el agua potable. Recuperado el 28 de marzo de 2018, de <https://espanol.epa.gov/espanol/informacion-basica-sobre-el-plomo-en-el-agua-potable#main-content>
- Arévalo Vargas, M., y Cardona Ramos, L. (2018). DISEÑO DE UN SISTEMA PARA SANEAMIENTO AMBIENTAL EN CASERÍO EMILIANI, CANTÓN FLOR AMARILLA, CIUDAD ARCE. San Salvador. Trabajo de graduación de Ingeniería Química. Facultad de Ingeniería y Arquitectura. Universidad de El Salvador. Recuperado el 30 de abril de 2018, de <http://ri.ues.edu.sv/id/eprint/16399/>
- Ariza, A. M. (2012). Desarrollo de carbones activados a partir de residuos lignocelulósicos para la adsorción y recuperación de tolueno y n-hexano. Villanueva de Gállego: Instituto de Investigación del Medio Ambiente y la Sostenibilidad. Universidad San Jorge. Recuperado el 26 de marzo de 2018, de http://digital.csic.es/bitstream/10261/74991/1/Tesis%20Martinez%20de%20Yuso_A_repositorio%20CSIC.pdf
- ASTM, I. (1916). *ASTM D2862-97, Standar Test Method for Particle Size Distribucion of Granular Activated Carbon*. Philadelphia, PA: Annual Book of ASTM Standards.
- ASTM, I. (1999). *ASTM D2866-94, Standar Test Method for Total Ash Content of Activated Carbon*. Philadelphia, PA: Annual Book of ASTM Standards.
- ASTM, I. (1916). *ASTM D2867-17, Standar Test Method for or Moisture in Activated Carbon*. Philadelphia, PA: Annual Book of ASTM Standards.
- ASTM, I. (1999). *ASTM D3838-90, Standar Test Method for pH of Activated Carbon*. Philadelphia, PA: Annual Book of ASTM Standards.

- Belaire Cervantes, A. C., y Fantassi, B. J. (junio de 2017). *Tratamiento de aguas contaminadas con Plomo (II) mediante una técnica en continuo de bioadsorción en columna de corcho*. Recuperado el 14 de diciembre de 2018, de https://ddd.uab.cat/pub/tfg/2017/190174/TFG_BelaireJacobs.pdf
- Bermúdez de Castro, F. H., Blázquez García, G., Calero de Hoces, M., Martín-Lara, M. d., y Leyva Díaz, J. C. (2009). *Biosorción de plomo con hueso de aceituna en columna de lecho fijo*. Granada: Departamento de Ingeniería Química, Facultad de Ciencias, Universidad de Granada. Recuperado el 20 de marzo de 2018, de <https://www.raco.cat/index.php/afinidad/article/viewFile/279546/367262>
- Burger, M., y Pose Román, D. (2010). Plomo, Salud y Medio Ambiente. Experiencia en Uruguay. Recuperado el 11 de diciembre de 2018, de: www.paho.org/uru/index.php?option=com_docman&view=download&category_slug=publicaciones-salud-y-ambiente&alias=31-plomo-salud-y-ambiente-experiencia-en-uruguay&Itemid=307
- Campos, E., Quiroa Yada, S., y Vásquez, A. M. (2009). Sistematización “Caso Contaminación por Plomo Ocasionado por la Empresa Baterías de El Salvador. S.A de C.V. y el Proceso de Lucha Impulsado por la Población Afectada”. San Salvador: CESTA. Recuperado el 20 de febrero de 2018, de <https://studylib.es/doc/7958885/caso-contaminaci%C3%B3n-por-plomo-ocasionado-por-la-empresa>
- Canjura, Dora Alicia Escobar. (26 de marzo de 2009). Contaminación con Plomo. Recuperado el 05 de febrero de 2018, de http://www.csj.gob.sv/AMBIENTE/boletin/2009/MARZ09/BOLETIN26_03_09.html
- Cano, O. M. (2017). *Metales pesados y el agua de consumo en Colima. Una cuestión de Salud Pública*. Recuperado el 3 de marzo de 2018, de http://www.ucol.mx/content/publicacionesenlinea/adjuntos/Metales-pesados-y-el-agua-de-consumo-en-Colima_439.pdf

- Cárdenas Salazar, S. J., y Ortega Revilla, J. C. (2015). *Modelamiento y simulación de una columna de lecho fijo para la remoción de Cr VI en soluciones acuosas utilizando aserrín como adsorbente*. Arequipa -Perú: Universidad Nacional San Martín de Arequipa. Recuperado el 10 de febrero de 2018, de http://alicia.concytec.gob.pe/vufind/Record/UNSA_51315e0149b6f4856644f6e534b481b8
- Carrillo, V., y Sánchez Muños, N. (2013). *Elaboracion de un filtro a base de carbón activado obtenido del endocarpo de coco con el propósito de reducir la dureza en el agua potable*. San Salvador, Facultad de Química y Farmacia. Universidad de El Salvador. Recuperado el 23 de febrero de 2018, de <http://ri.ues.edu.sv/id/eprint/5307/1/16103409.pdf>
- Condorchem Envitech (21 de mayo de 2014). *Filtración mediante membranas para el tratamiento aguas residuales*. Recuperado el 27 de febrero de 2018, de <https://blog.condorchem.com/membranas-tratamiento-aguas-residuales/>
- Cortés Martínez, R. (2007). *Efecto de la modificación de una zeolita natural mexicana en la sorción de cadmio y 4-clorofenol*. Toluca, Estado de México: universidad autónoma del estado de México. Recuperado el 1 de abril de 2018, de https://inis.iaea.org/collection/NCLCollectionStore/_Public/39/027/39027968.pdf
- Cubana, E. (27 de marzo de 2018). *Plomo*. Obtenido de <https://www.ecured.cu/plomo>
- Departamento de Medicina Legal, T. y. (s.f.). *Determinación de Metales por absorción atómica*. Llama. (U. d. Ganada, Editor). Recuperado el 25 de enero de 2018, de <https://www.ugr.es/~fgil/proyecto/llama/index.html>
- Desotec (2014). *Carbón Activado*. Recuperado el 27 de marzo de 2018, de <https://www.desotec.com/es/soluciones/carbon-activo>

- Estupiñán, J. P. (2011). *Modificación y Caracterización Calorimétrica de Carbón Activado Granular, para la Remoción de Cd (II) y Ni (II) en Adsorción Simple y Competitiva*. Bogotá: Facultad de Ciencias, Departamento de Química. Universidad Nacional de Colombia. Recuperado el 27 de marzo de 2018, de <http://www.bdigital.unal.edu.co/6446/1/197550.2012.pdf>
- Flamenco, I. A. (2018). Manual de uso adecuado de espectrofotómetro IP. Facultad de Ingeniería y Arquitectura, Escuela de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos. Universidad de El Salvador.
- Fluence. (9 de mayo de 2016). *Una breve historia del plomo en los suministros de agua*. Recuperado el 5 de enero de 2019, de <https://www.fluencecorp.com/es/una-breve-historia-del-plomo-en-los-suministros-de-agua/>
- García Rodríguez, J. M., y Guerrero, M. (2003). *Guía Técnica: Cultivo del cocotero*. San Salvador: Centro Nacional de Tecnología Agropecuaria y Forestal. Recuperado el 15 de marzo de 2018, de <http://centa.gob.sv/docs/guias/fru-tales/Guia%20cocotero%202003.pdf>
- Grupo TAR. (2016). *Manual del Carbón Activo*. Sevilla: Escuela Universitaria Politécnica. Universidad de Sevilla. Recuperado el 12 de enero de 2018, de <http://www.elaguapotable.com/Manual%20del%20carb%C3%B3n%20activo.pdf>
- Guzmán, N. E. (2014 de septiembre de 2014). *Caracterización del proceso de biosorción de metales pesados mediante residuos sólidos de café*. (U. A. LEÓN, Ed.) Recuperado el septiembre de 2018, de <http://eprints.uanl.mx/id/eprint/2728>

- Hernández Castro, K. M., y Ortez Morán, C. V. (2006). *Descontaminación por el método de adsorción en agua de pozos y agua lluvia destinada al consumo humano en comunidades rurales ubicadas al sur del departamento de La Libertad*. San Salvador: Facultad de Ingeniería y Arquitectura. Universidad de El Salvador. Recuperado el 25 de marzo de 2018, de <http://ri.ues.edu.sv/id/eprint/2028/>
- Hernández Rodríguez, C. B., y Triviño Clavijo, L. M. (marzo de 2016). *Evaluación de la capacidad de bioadsorción de Pb (II) y Cd (II) presentes en soluciones sintéticas independientes empleando retamo espinoso (Ulex europaeus) como adsorbente*. (U. D. Caldas, Ed.) Recuperado el 3 de marzo de 2018, de <http://repository.udistrital.edu.co/bitstream/11349/3797/1/Hern%C3%A1ndezRodr%C3%ADguezCarolBrigitte2016.pdf>
- Hernández Rodríguez, M., Yperman, D., Otero-Calvis, D., y Falcón-Hernández, D. (2017). Características fisicoquímicas del carbón activado de conchas de coco modificado con HNO₃. *Revista Cubana de Química*, 26-38. Recuperado el 19 de marzo de 2018, de http://scielo.sld.cu/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S2224-54212017000100003
- Hernández, H. (2016). *Espectroscopia de Absorción Atómica y Fotometría de Llama*. Recuperado el 12 de febrero de 2018, de Academia Edu: www.academia.edu/29273899/Espectroscopia_de_Absorci%C3%B3n_At%C3%B3mica_y_Fotometr%C3%ADa_de_Llama
- Hidalgo Segovia, C. S., y Rivera Garcés, s. G. (2017). *Obtención de carbón activado a partir del bagazo del café*. Guayaquil, Ecuador, Escuela Superior Politécnica del Litoral. Recuperado el 20 de febrero de 2018, de <https://www.dspace.espol.edu.ec/retrieve/102854/D-CD102896.pdf>

- Lavado , C., Sun Kou, M., y Bendezu, S. (2010). Adsorción de plomo de efluentes industriales usando carbones activados con H_3PO_4 . *Revista de la Sociedad Química del Perú*. Recuperado el 24 de marzo de 2018, http://www.scielo.org.pe/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1810-634X2010000200007
- Lenntech BV. (s.f.). *Lenntech*. Recuperado el 23 de marzo de 2018, de www.lenntech.es/adsorcion.htm
- Lozano, V. M. (2013). *La regeneración electroquímica de carbón activado desplazará a la actual regeneración térmica*. Alicante. Universidad de Alicante. Recuperado el 21 de marzo de 2018, de <https://sgitt-otri.ua.es/es/empresa/documentos/ot-1309-regeneracion-electroquimica.pdf>
- Luna, D., González, A., Gordon, M., y Martín, N. (2007). *Obtención de carbón activado a partir de la cáscara de coco*. D.F México: UAM-Iztapalapa, depto. Química. Recuperado el 11 de febrero de 2018, de <https://docplayer.es/12326871-Obtencion-de-carbon-activado-a-partir-de-la-cascara-de-coco.html>
- McCabe, W. L., Smith, J. C., y Harriott, P. (1991). *Operaciones Unitarias en Ingeniería Química*. McGraw-Hill. Recuperado el 12 de marzo de 2018, de <https://ingenieriapetroquimicaunefazulia.files.wordpress.com/2011/05/operaciones-unitarias-a.pdf>
- Mecomsa. (10 de julio de 2017). *El plomo y su importancia en la industria*. México. Recuperado el 27 de marzo de 2018, de <http://www.mecomsa.com.mx/plomo-importancia-en-la-industria/>
- Medina, A. O. (2015). *Evaluación fisicoquímica de los sedimentos en tres localidades de la zona costera de la Provincia de El Oro, 2014*. (U. T. Machala, Ed.) Recuperado el 8 de abril de 2018, de <http://repositorio.utmachala.edu.ec/bitstream/48000/1870/1/CD00071.pdf>

- Mendoza Molina, E. J. (2012). *Remoción de Pb (II) de soluciones mediante carbón activado: experimento por lotes*. Bogotá, Colombia. Universidad Nacional de Colombia-Universidad del Magdalena. Recuperado el 9 de febrero de 2018, de <http://bdigital.unal.edu.co/6238/1/197380.2012.pdf>
- Órgano del Colegio Médico de Honduras. (julio-septiembre de 1997). Prevalencia de la Intoxicación por Plomo en Escuelas públicas de Honduras. *Revista Médica Hondureña*, 65(3), 6-7. Recuperado el 03 de mayo de 2018, de <http://www.bvs.hn/RMH/pdf/1997/pdf/Vol65-3-1997.pdf>
- Pérez, A. d. (2015). *Remoción de iones plomo (II) utilizando mesocarpio de coco y paja de caña*. Habana, Cuba. Instituto Superior Politécnico José Antonio Echeverría. Recuperado el 9 de febrero de 2018
- Prías Barragán, J. J., Rojas González, C. A., Echeverry Montoya, N. A., Fonthal, G., y Ariza Calderón, H. (2011). Identificación de las variables óptimas para la obtención de carbón activado a partir del precursor guadua angustifolia kunth. *Revista de la Academia Colombiana de Ciencias Exactas, Físicas y Naturales*, 39-63. Recuperado el 2 de marzo de 2018, de http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0370-39082011000200004
- Kaiser, S., Saleemi, A. R., y Umar, M. (2009). Biosorption of lead from aqueous solution by *Ficus religiosa* leaves: Batch and column study. *Journal of Hazardous Materials* 166, 998-1005.
- Ramírez Franco, J., y Enríquez Enríquez, M. (2014). *Remoción de plomo (II) usando lignina obtenida a partir del procesamiento del seudotallo de plátano*. Bogotá: Universidad Nacional de Colombia. Recuperado el 9 de marzo de 2018, de https://revistas.unal.edu.co/index.php/acta_agronomica/article/view/43488

- Ramírez Guerra, C. A. (2009). *El Carbón activado para el tratamiento del agua*. Sonora: Universidad de Sonora. Departamento de Ingeniería Química y Metalurgia. Recuperado el 26 de marzo de 2018, de http://repositorio.ucv.edu.pe/bitstream/handle/UCV/18550/Millones_VKE.pdf?sequence=1&isAllowed=y
- Recobert, M. P. (2015). *Carbón activado evaluación de nuevos precursores y del proceso de activación con dióxido de carbono*. Alicante, Universidad de Alicante. Recuperado el 21 de febrero de 2018, de <http://rua.ua.es/dspace/handle/10045/47053>
- Salas Jiménez, J. C., Quesada Carvajal, H., y Harada , K. (2009). Manejo de desechos peligrosos en los laboratorios del Instituto Tecnológico de Costa Rica (III Fase). *Tecnología en Marcha*, 36-49. Recuperado el 1 de abril de 2018, de <https://dialnet.unirioja.es/descarga/articulo/4835589.pdf>
- Tabilo, F. M. (2008). *Plomo y sus aleaciones*. (U. C. Argentina, Ed.) Recuperado el 12 de abril de 2018, de <https://es.scribd.com/document/233973191/Elplomo-universidad-de-Quimica-e-Ingenieria-GENERALIDADES-pdf>
- Textos científicos. (s.f.). *Textos científicos- Regeneración del Carbón Activo*. Recuperado el 23 de marzo de 2018, de <https://www.textoscientificos.com/quimica/carbon-activo/regeneracion-carbon-activo>
- Treybal, R. E. (1988). *Operaciones de Transferencia de Masa*. McGraw-Hill. Recuperado el 12 de febrero de 2018, de <https://fenomenosdetransporte.files.wordpress.com/2008/05/operaciones-de-transferencia-de-masa-robert-e-treybal.pdf>

Universidad de Alicante. (s.f.). *Servicios Técnicos de Investigación*. Recuperado el 24 de marzo de 2018, de <https://ssti.ua.es/es/instrumentacion-cientifica/unidad-de-rayos-x/espectroscopia-de-fluorescencia-de-rayos-x.html>

Universidad del País Vasco. (s.f.). Técnicas de espectroscopia infrarroja
Recuperado el 24 de marzo de 2018, de <http://www.ehu.eus/imacris/PIE06/web/IR.htm>

Valencia Ríos, J. S., y Castellar Ortega, G. C. (2013). Predicción de las curvas de ruptura para la remoción de plomo (II) en disolución acuosa sobre carbón activado en una columna empacada. *Rev. Fac. Ing. Univ. Antioquia*, 141-158.


Velásquez, J., Mejía, L., Carrasquilla, F., López, R., y Garcés, B. (2007). Obtención de carbón activado a partir de cáscara de coco. *Revista Investigaciones Aplicadas*, 1-5

Yuste, E. G. (2016). *Métodos analíticos para la determinación de plomo en sangre*. (U. C. Madrid, Ed.) Recuperado el 12 de febrero de 2018, de <http://147.96.70.122/Web/TFG/TFG/Memoria/ESTELA%20GOZALO%20YUSTE.pdf>

ANEXOS

Anexo A: Manual de prácticas de laboratorio

Tabla A-1 Procedimiento experimental para la obtención del carbón activado a partir de estopa de coco (*Cocos nucifera*) mediante activación física.

	PROPUESTA DE DISEÑO DE UN SISTEMA DE REMOCIÓN A NIVEL DE LABORATORIO DE PLOMO EN AGUAS, UTILIZANDO ESTOPA DE COCO (<i>Cocos nucifera</i>) COMO MEDIO ADSORBENTE.	01
<p>Objetivo general: Elaborar carbón activado a partir de estopa de coco (<i>Cocos nucifera</i>), a nivel de planta piloto, utilizando el método físico para su activación.</p> <p>Objetivos específicos:</p> <ul style="list-style-type: none">• Llevar a cabo el proceso de secado de la estopa de coco, seguido del proceso de disminución del tamaño de partícula.• Realizar el proceso de carbonización-activación de la estopa de coco con vapor de agua.		
<p>Material y equipo:</p> <ul style="list-style-type: none">• Mufla• Balanza granataria• Balanza analítica• Mortero y pistilo• Pizeta• Bandejas de aluminio• Atomizador• Guantes de asbesto• Pinzas• Machete• Cápsulas de porcelana <p>Reactivos:</p> <ul style="list-style-type: none">• Materia prima: Estopa de coco• Agua destilada		


Continua...

Tabla A-1 Procedimiento experimental para la obtención del carbón activado a partir de estopa de coco (cocos nucifera) mediante activación física.

Procedimiento:

1. Limpiar la materia prima, removiendo la fibra del coco, tratando de quitar cualquier partícula que pueda quedar.
2. Secado de la estopa de coco: realizar el secado al sol de forma manual, colocar en bandejas de aluminio, para disminuir la humedad que contengan, además tapar las bandejas con papel aluminio para reducir el contacto con el aire.
3. Realizar la disminución del tamaño de partículas para mejorar el proceso de carbonización.
4. Precalentar la mufla durante una hora a 180 °C.
5. Proceder a carbonizar la estopa de coco en la mufla: colocarlo en las bandejas de aluminio dentro de la mufla precalentada, elevar la temperatura en intervalos de 5 min hasta alcanzar una temperatura de 600°C y mantenerla constante durante una hora, luego dejar enfriar hasta alcanzar la temperatura ambiente.
6. Luego para el proceso de activación llevar la muestra hasta una temperatura entre 800 y 1,000°C, alcanzada esta temperatura proceder a rociar con agua la muestra previamente carbonizada. Mantener la muestra bajo esas condiciones durante un tiempo de 60 min, al finalizar este tiempo dejarlo reposar a temperatura ambiente.
7. Finalmente llevar hasta el tamaño deseado el carbón obtenido con el mortero y pistilo.

Tabla A-2 Caracterización del carbón activado a partir de estopa de coco, obtenido de activación física

	<p>PROPUESTA DE DISEÑO DE UN SISTEMA DE REMOCIÓN A NIVEL DE LABORATORIO DE PLOMO EN AGUAS, UTILIZANDO ESTOPA DE COCO (<i>Cocos nucifera</i>) COMO MEDIO ADSORBENTE.</p>	<p>02</p>
<p>Objetivo general: Realizar la caracterización del carbón activado obtenido de la práctica 01</p> <p>Objetivos específicos:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Evaluar propiedades físicas y químicas importantes del carbón activado, para una mejor interpretación de los mecanismos que se involucran durante el proceso de adsorción. 		
<p>Material y equipo:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Mufla • Balanza analítica • Crisol • Equipo Thermo Scientific Orion Star • Tamices U.S Standard Testing Sieve • Crisol • Equipo Niton LX5 • Equipo IRAffinity-1 • Juego de tamices Tyler 		

Continua...

Tabla A-2 Caracterización del carbón activado a partir de estopa de coco, obtenido de activación física.

Procedimiento:

Caracterización física

➤ **Procedimiento para determinar de densidad aparente**

1. Utilizando el equipo de cono de densidad, se pesa un vaso de precipitados vacío de 100 mL
2. Luego colocar abajo del embudo de acero inoxidable, hacer pasar la muestra de carbón hasta su derrame
3. Enrasar con una espátula el vaso de precipitado y se pesa

$$\rho_a = \frac{A-B}{C} \quad \text{Ec. 1}$$

Donde: ρ_a es la densidad aparente (g/mL), A el peso del vaso de precipitado con carbón (g), B el peso del vaso de precipitado vacío y C el volumen del vaso de precipitados hasta el enrase (mL).

➤ **Procedimiento para determinar la porosidad**

1. Llenar una bureta de vidrio de 25 ml de capacidad con agua destilada hasta su línea de aforo, sujetar a un soporte universal por medio de pinzas metálicas
2. Colocar cierta cantidad de la muestra carbonizada. Posteriormente al igual que en una titulación, dejar caer por goteo el contenido de la bureta en la probeta hasta que la altura del líquido sea igual a la altura de la muestra, inmediatamente deje de gotear anotar el gasto volumétrico de la bureta.

$$\varepsilon = \frac{\text{Volumen gastado (mL)}}{\text{Volumen de la muestra (mL)}} \quad \text{Ec. 2}$$

Caracterización química

• **Fluorescencia de rayos X**

1. Tomar una muestra de 30 g de carbón activado
2. Secar por 3 horas a 105 °C para retirar humedad
3. Colocar en una bolsa sellable
4. Realizar medición de compuestos inorgánicos con el equipo Niton LX5, por triplicado.

Tabla A-3 Preparación de solución madre de nitrato de plomo y soluciones estándar de plomo.



	<p>PROPUESTA DE DISEÑO DE UN SISTEMA DE REMOCIÓN A NIVEL DE LABORATORIO DE PLOMO EN AGUAS, UTILIZANDO ESTOPA DE COCO (<i>Cocos nucifera</i>) COMO MEDIO ADSORBENTE.</p>	<p>03</p>
<p>Objetivos</p> <ul style="list-style-type: none"> • Preparar la solución base de nitrato de plomo (100 ppm) • Preparar soluciones estándar de plomo 20, 30, 40 y 50 ppm. 		
<p>Material y equipo:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Pipeta aforada de 1 mL • Probeta de 50 mL • Frasco volumétrico de 1000 mL • Balanza analítica • Vidrio de reloj • Espátula • Erlenmeyer de 250 mL <p>Reactivos:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Agua destilada • Ácido nítrico • Nitrato de plomo 		
<p>Procedimiento:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Solución madre de nitrato de plomo <ol style="list-style-type: none"> 1. En un Erlenmeyer de 250 mL agregar 100 mL de agua destilada 2. Agregar 1 mL de ácido nítrico 3. Pesar 0.1598 g de nitrato de plomo en balanza analítica y agregar al Erlenmeyer que contiene el agua destilada y el ácido nítrico. 4. Medir el pH de la solución (debe estar en pH 4) 5. Trasvasar a un frasco volumétrico de 1000 mL y aforar con agua destilada. <p>*Utilizar guantes, gafas y equipo respiratorio adecuado (CTRScientific)</p> <ul style="list-style-type: none"> • Soluciones estándar de 20, 30, 40 y 50 ppm <ol style="list-style-type: none"> 1. Realizar el cálculo correspondiente utilizando la siguiente ecuación: $C_1 * V_1 = C_2 * V_2$ 2. Guardar en un depósito plástico limpio y rotular. 		

Tabla A-4 Prueba de efectividad de remoción Plomo a diferentes temperaturas.

	<p>PROPUESTA DE DISEÑO DE UN SISTEMA DE REMOCIÓN A NIVEL DE LABORATORIO DE PLOMO EN AGUAS, UTILIZANDO ESTOPA DE COCO (<i>Cocos nucifera</i>) COMO MEDIO ADSORBENTE.</p>	<p>04</p>
<p>Objetivo General</p> <ul style="list-style-type: none"> Realizar prueba de jarras para determinar el porcentaje de remoción de plomo utilizando carbón activado a partir de estopa de coco (<i>Cocos nucifera</i>). <p>Objetivo Específico</p> <ul style="list-style-type: none"> Determinar experimentalmente el porcentaje de remoción de Pb^{2+} del carbón activado granular. Evaluar el porcentaje de remoción de carbón activado granular a diferentes tiempos de contacto (120 min) y distintas temperaturas (20°C, temperatura ambiente y 40°C). 		
<p>Marco Teórico:</p> <p>El Test de Jarras es un procedimiento que se utiliza en los laboratorios para determinar las condiciones de operación óptimas generalmente para el tratamiento de aguas, la prueba de jarras permite ajustar el pH, hacer variaciones en la dosis de las diferentes sustancias químicas que se añaden a la muestra, alternar velocidades de mezclado.</p> <p>La coagulación química y la dosificación apropiada de reactivos debe ser seleccionada por la simulación del paso de aclaración de un laboratorio a escala un arreglo simple de vasos precipitado y paletas permite comparar varias combinaciones químicas las cuales todas están sujetas a condiciones hidráulicas iguales.</p> <p>Las interferencias al método y que pueden dificultar la determinación de las condiciones óptimas del ensayo son:</p> <ul style="list-style-type: none"> Cambios en la temperatura del agua: Puede provocar corrientes de convección que interferirían en la normal sedimentación de los flóculos. Intercambio gaseoso: Formación de burbujas debido a la agitación mecánica, cambios de temperatura o a consecuencia de reacciones químicas, lo cual podría dar lugar a la flotación de los flóculos. Período transcurrido entre la toma de muestras y el ensayo: Tanto la actividad biológica desarrollada en el agua, como otras reacciones físico-químicas, podrían afectar la coagulación-floculación y posterior sedimentación del agua, así como la oxidación de las sustancias presentes en ella. 		

Continua...

Tabla A-4 Prueba de efectividad de remoción Plomo a diferentes temperaturas.

Material y equipo:

- Hot plate
- Agitador magnético
- 5 Beakers de 500 mL
- 1 Balanza digital
- 1 Espátula
- 1 Frasco lavador
- Medidor de pH
- Contenedor de plástico

Reactivos

- Hielo
- Carbón activado
- Soluciones de 10, 20, 30, 40 y 50 ppm de nitrato de plomo

Procedimiento:

Para cada temperatura de trabajo:

1. Pesar tres muestras de 20 gramos de carbón activado granular en balanza digital.
2. Colocar cada muestra en beakers de 500 mL y agregar lentamente 330 mL de solución de nitrato de Pb de las diferentes concentraciones: 10, 20, 30, 40 y 50 ppm.
3. Medir y regular el pH entre 6 y 7.
4. Colocar los beakers conteniendo el carbón granular en contacto con muestras de agua contaminada en los hot plates y proceder a encenderlos, manteniendo constantes la velocidad de agitación a 200 rpm, verificando periódicamente la temperatura con un termómetro.
5. Una vez finalizado el tiempo de contacto, cada solución pasar por un papel de filtro Whatman 40, desechándose el material adsorbente como residuo peligroso.
6. Realizar una toma de muestra representativa con ayuda de una jeringa en cada beaker que contiene agua que esté en contacto con el carbón activado granular.
7. Posteriormente llevar las muestras obtenidas para su respectivo análisis en el laboratorio.

Bibliografía

- Cañas, J., Pacheco, L., y Sandoval, C. (2017). *Propuesta de un sistema de tratamiento para disminuir fluoruros del agua del pozo de Caserío Escamil, Cantón Santa Rosa, Agua Caliente, Chalatenango*. San Salvador: Universidad de El Salvador.
- CTRScientific. (s.f.). Hoja de datos de seguridad nitrato de plomo. México. Recuperado el 10 de febrero de 2018, de <https://www.ctr.com.mx/pdfcert/Nitrato%20de%20Plomo.pdf>
- Hernández-Rodríguez, M., Otero-Calvis, D., Falcón-Hernández, D., y Yperman, D. (2017). Características fisicoquímicas del carbón activado de conchas de coco modificado con HNO₃. *Revista Cubana de Química*, 26-38.
- Velásquez, J., Mejía, L., Carrasquilla, F., López, R., y Garcés, B. (2007). OBTENCIÓN DE CARBÓN ACTIVADO A PARTIR DE CÁSCARA DE COCO. *Revista Investigaciones Aplicadas*, 1-5 .

Anexo B: Tablas utilizadas para lectura de IR

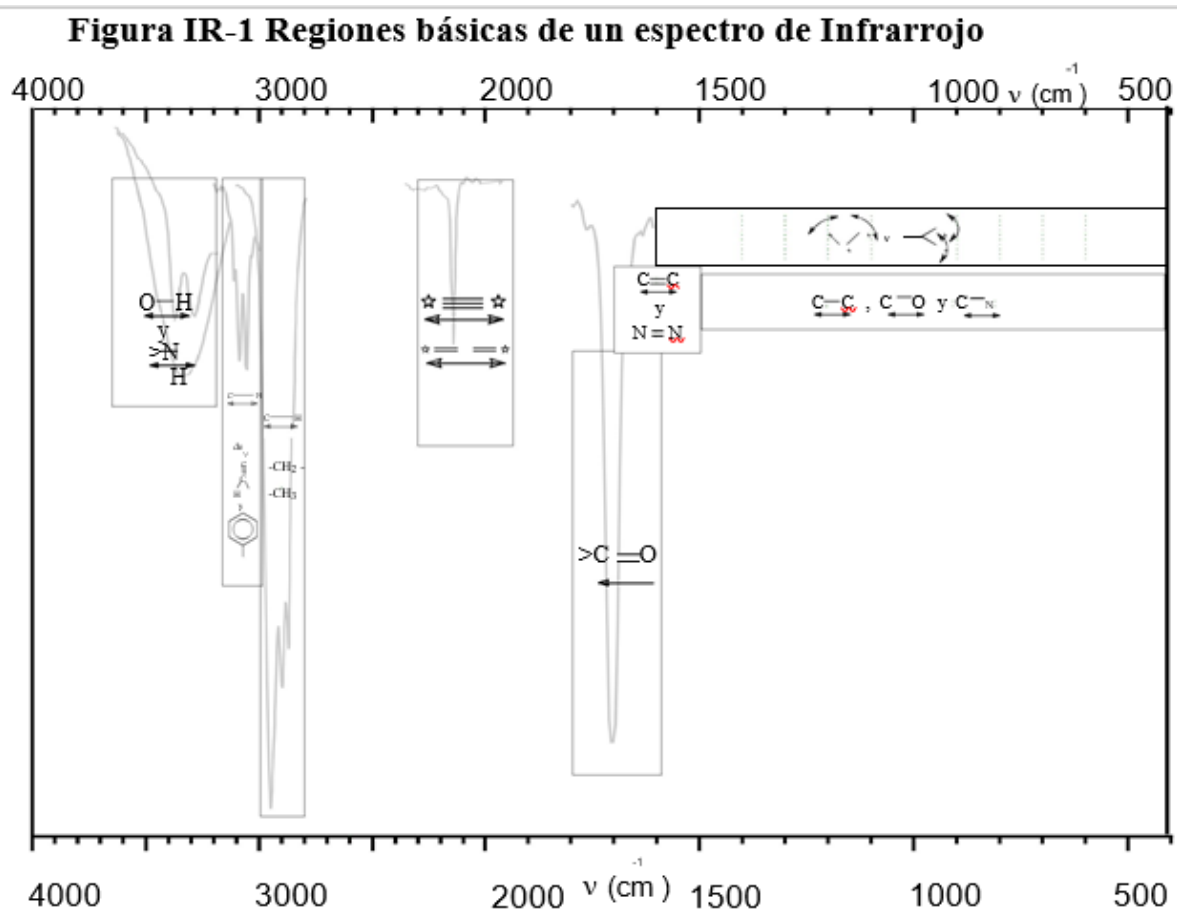


Figura B-1 Regiones básicas de un espectro infrarrojo

Figura IR-2 Algoritmo general de interpretación de espectros de IR

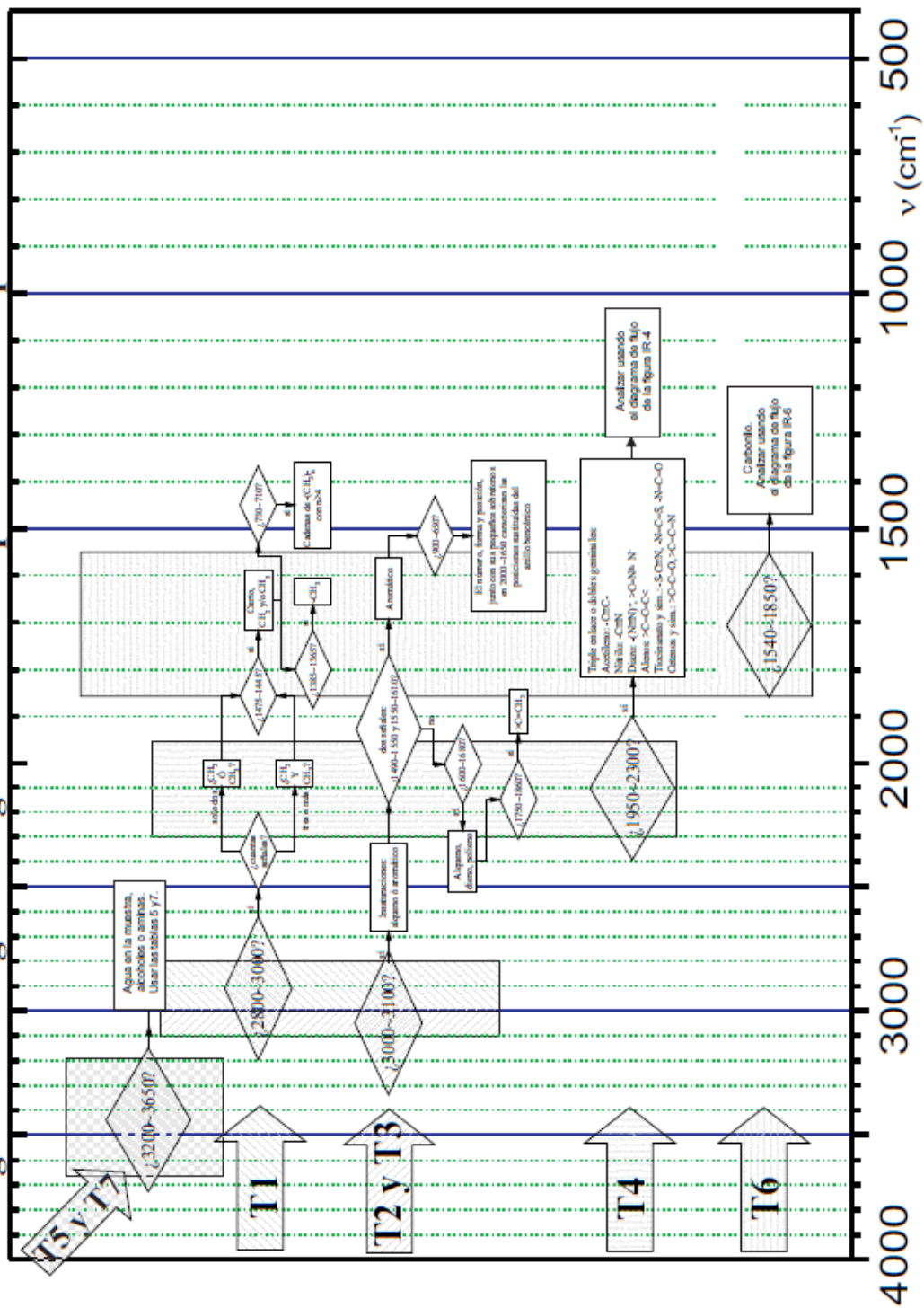


Figura B-2 Algoritmo general de interpretación de espectros de IR



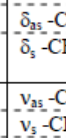
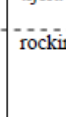
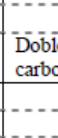
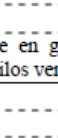
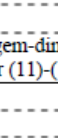

Grupo	Nº de onda (cm ⁻¹)	Intensidad (mol ⁻¹ ·l·cm ⁻¹)	Origen	Notas
(1) -CH ₃	2970-2950	ch 70	v _{as} -CH ₃	2830-2815 (ε 35-75) en -OMe, ausente en -OEt. 2730-2820 (ε 15-21) en -NMe, ausente en -NEt. 2820-2710 en metilendioxi.
	2880-2860	m 30	v _s -CH ₃	
	1470-1450	m < 15	δ _{as} -CH ₃	
(2) -CH ₂ -	1385-1365	ch 15	δ _s -CH ₃	Doblete en gem-dimetilos (ver (5)-(7)). Junto a carbonilos ver (11)-(13).
	2935-2915	ch 75	v _{as} -CH ₂ -	
	2865-2845	ch 45	v _s -CH ₂ -	
(3) 	1470-1445	m 8	tijera -CH ₂ -	1445 en ciclopentanos, 1450 en ciclohexanos. Se desplaza por hiperconjugación (ver (14)-(16)). Presente cuando n≥4. Ocasionalmente como doblete en sólidos. Mas alto a menor n. Propilo 743-734; Etilo 790-770. El -CH ₂ - también tiene bandas de flexión en ~1300 (ε≈1). Los espectros de sólidos con cadenas largas y grupos polares terminales (ácidos, ésteres, amidas) muestran una serie de bandas regulares entre 1350-1180.
	730-710	ch 3	rocking -(CH ₂) _n -	
(4) -(CH ₂) ₄ -O-	2890	débil	v CH	sin uso práctico
(5) 	1340	débil	δ CH	sin uso práctico
	742-734		rocking de -CH ₂ -	corresponde a la banda en 720 de (2).
(6) 	1170	ch, mas débil que el doblete de 1380 (ε≈15).	esqueleto	Un doblete en 1380 sugiere grupos gem-dimetilo; la confirmación se realiza por la vibración del esqueleto (5)-(7).
	114 ^c	" "	" "	Hombro en 1145 de la de 1170.
(7) C cuaternario 	125 ^c	cu		posición mas estable que la de la banda en 1210.
	1210	ch "	"	También absorbe en 930-725.
(8) 	1195	ch "	"	De estas dos la de 1195 es mas estable, la señal en 1215 es un hombro de la primera.
	1215	ch "	"	
(9) ver tabla XI 	3050	m	v _{as} CH ₂	Ausente en anillos sin -CH ₂ -
	1020-1005	m 20-80	esqueleto	Normalmente obstruido por señales fuertes de otro tipo.
(10) 	3000	20-60	v CH metino	Se desplaza hasta 3040-3030 al incrementar la tensión del grupo epoxi, p. ej. unido a ciclopentanos.
	3050	30	v _{as} CH ₂ metileno	
(11) O-CO-CH ₃	3050		v _{as} CH ₂	
(12) -CO-CH ₃	1380-1365	Caracterizado por su alta intensidad. Al acetilar la banda en 1380 se vuelve mas intensa que la de 1460. Lo mismo ocurre con acetatos de enol y fenol. Ocasionalmente se vuelve doblete.		
(13) -COOCH ₃	1360-1355	Se desplaza a frecuencias menores que la flexión usual de CH ₃ (1380). Señal aguda e intensa. La flexión asimétrica permanece en su posición usual (1460), pero se desplaza en los terpenos (1420-1425).		
(14) -CH ₂ -CO-	1440-1435	δ _{as} -CH ₃ . También con bandas en 1135, 1155, 790-760.		
	1365-1356	δ _s -CH ₃		
(15) -CH ₂ -C=C- -CH ₂ -C≡C-	1440-1400	La flexión de todos los metilenos activos se observa como una serie de bandas intensas y agudas entre las bandas comunes de 1465 a 1380. Lo mismo ocurre con -CH ₂ -SO ₂ - y otros. La integración de la intensidad pudiera proporcionar el número de metilenos activos.		
(16) -CH ₂ -N ⁺	1445-1425	No es muy intensa. Los dobles enlaces pudieran ser de aromáticos. La intensidad disminuye aún mas si el -CH ₂ - está entre dos enlaces múltiples (dobles o triples).		
(16) -CH ₂ -N ⁺	1440-1400	El -CH ₂ - adyacente al N ⁺ también se desplaza como los dos anteriores. Si aparecen nuevas bandas al convertir la amina en sal, entonces se sabe que hay grupos -CH ₂ -N ⁺ .		

Figura B-3 Tabla IR-I alcanos

1. Frecuencias de estiramiento C-H (ϵ entre paréntesis).

A)	$=\text{CH}_2$	3080, m(30) 3000~2975, m	$\nu_{\text{as}} \text{CH}_2$ $\nu_{\text{s}} \text{CH}_2$	Las bandas por encima de 3000 sugieren la presencia de insaturados =CH- (alquenos, aromáticos). La banda de 3000-2975 se traslapa con los alcanos.
B)		3020, m	$\nu \text{ C-H}$	

2. Señales de estiramiento C=C y de flexión =C-H, afectadas por el tipo de sustituyente

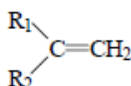
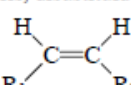
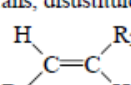
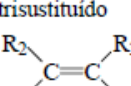
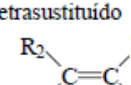
Tipo	$\nu \text{ C=C}$	Sobretono de la flexión fuera del plano $\delta \text{ CH}$.	Flexión en el plano $\delta \text{ CH}$.	Flexión fuera del plano $\delta \text{ CH}$.
C) vinilo terminal R-CH=CH_2	1660~1620 m (40)	1860~1800 m (30)	1420, m (10~20). Se encima con las señales de CH_2 de alcanos, (14)-(16) 1300, m-ancho	990, ch (50) y 910 ch (110); Incluye las flexiones simétrica y asimétrica de los 3 H.
D) metileno terminal 	1665~1645 m (35)	1800~1750 m (30)	1415, m (10~20). Misma región de tabla I, (14)-(16).	890, ch (100~150). Flexión asimétrica.
E) cis, disustituído 	1660~1620 m (10)		1415, m (10~20)	730~675, m (40). Ocasionalmente dudoso. En cíclicos aparecen varias bandas semejantes entre 800~650 ($\epsilon > 50 \sim 100$), difícil asignarlas.
F) trans, disustituído 	1680~1660 ancho (2)			965, ch (100). Flexión asimétrica de los H.
G) trisustituído 	1680~1660 ancho-m			840~800, ch (40). Los cíclicos dan dos señales entre 850~790.
H) tetrasustituído 	1680~1660 ancho, intenso cuando está unido directamente a O ó N.			No hay, pero los CH_2 contiguos ($>\text{C}=\text{C}-\text{CH}_2$) se pueden detectar por su flexión (Tabla I, (15)).

Figura B-4 IR-II alquenos

Referencia:

Rojo Calleja, Francisco (2014), *Tablas de Espectroscopía Infrarroja*. Universidad Nacional Autónoma de México Facultad de Química - Departamento de Programas Audiovisuales.

Anexo C: Corroboración de estudio por lotes a temperatura 30°C

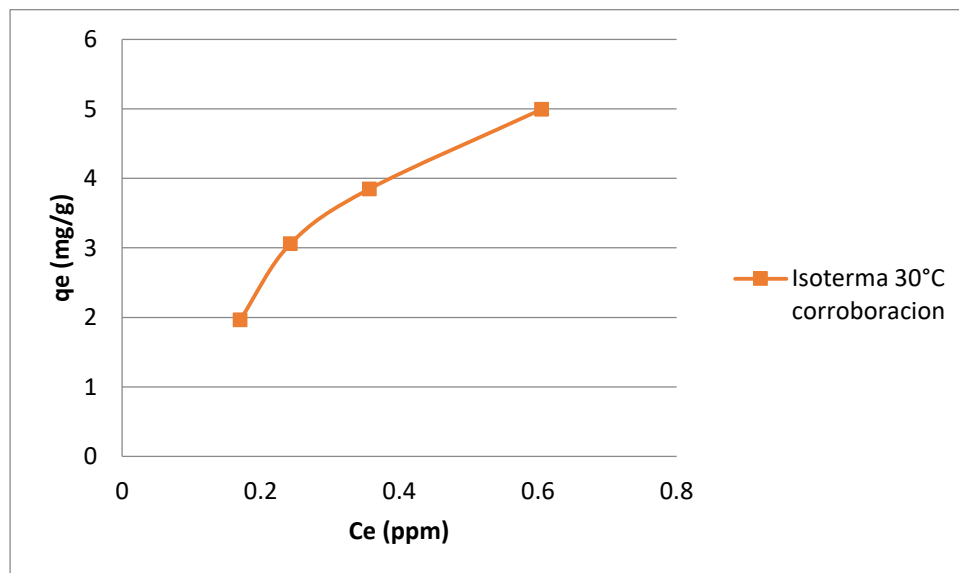


Figura C-1 Isoterma experimental a 30°C corroboración.

Tabla C-1 porcentaje y capacidad de remoción a T 30°C

%Remoción T 30°C Corroboración	Capacidad de remoción T 30°C Corroboración
99.14%	1.96639
99.21%	3.06037
99.08%	3.84714
98.80%	4.99339

Anexo D Sistema de remoción de plomo a nivel de laboratorio.

