



UNIVERSIDAD
NACIONAL
AUTÓNOMA DE
NICARAGUA,
MANAGUA
UNAN - MANAGUA

RECINTO UNIVERSITARIO RUBÉN DARÍO
FACULTAD DE CIENCIAS E INGENIERÍA
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA
QUÍMICA INDUSTRIAL

**SEMINARIO DE GRADUACIÓN PARA OPTAR AL TÍTULO DE
LICENCIATURA EN QUÍMICA INDUSTRIAL**

Título:

Área superficial y parámetros de calidad del carbón activo de la cascará de mazorca de cacao criollo (*Theobroma cacao* L.) obtenido bajo tres factores de preparación en variación, Departamento de Química, UNAN-Managua, Enero-Abril 2022

Autor:

Bra. Ana Yelcis Salazar Rodríguez

Tutor:

MSc. José Luis Prado Arroliga

Managua, mayo del 2022

Aspectos Generales



Área superficial y parámetros de calidad del carbón activo de la cáscara de mazorca de cacao criollo (Theobroma cacao L.) obtenido bajo tres factores de preparación en variación, Departamento de Química, UNAN-Managua, Enero-Abril 2022

TÍTULO

Área superficial y parámetros de calidad del carbón activo de la cáscara de mazorca de cacao criollo (Theobroma cacao L.) obtenido bajo tres factores de preparación en variación, Departamento de Química, UNAN-Managua, Enero-Abril 2022.



Área superficial y parámetros de calidad del carbón activo de la cáscara de mazorca de cacao criollo (Theobroma cacao L.) obtenido bajo tres factores de preparación en variación, Departamento de Química, UNAN-Managua, Enero-Abril 2022

DEDICATORIA

A Dios

Gracias a Dios por darme la vida, por su infinita bondad, por guiarme y darme la fortaleza para seguir adelante perseverando cada día más, por permitirme culminar mis estudios con Éxito.

A mi madre y hermanos

A mi madre, **Mercedes Rodríguez**, por su apoyo incondicional durante toda mi vida, así mismo, durante todos mis estudios, por ser la razón más grande para el cumplimiento de mis objetivos que significan alegría y orgullo para mí, sé que también para ella.

A cada uno de mis hermanos por apoyarme, aconsejarme y por cada una de sus palabras de ánimo, respaldo y cariño que me impulsan a seguir adelante.



AGRADECIMIENTOS

Agradezco primeramente a Dios, por su gran amor y misericordia, por darme la vida, sabiduría y perseverancia para alcanzar cada meta emprendida, a Él, la honra, el honor y el poder, infinitamente Gracias.

A mis familiares

En especial a mis abuelos **Isabel Hernández** y **Lucinio Salazar**, por cuidarme, hacer de mí una persona de bien, por su comprensión, consejos, cariño y estímulo constante, además de su apoyo incondicional a lo largo de mi vida, de mis estudios, mi eterno agradecimiento para ellos.

A mis demás familiares, gracias por su apoyo durante mis años de estudio, palabras de ánimo, cariño y comprensión.

Amistades y Docentes

A ti, **Eduardo Aguirre**, por todo tu cariño, consejos, palabras de ánimo y compañía a lo largo de nuestra carrera universitaria, por estar en todo momento ayudándome, de igual manera le agradezco a **Kevin Rivas** por su amistad, cariño, sus consejos y todo el apoyo brindado durante el desarrollo del presente trabajo, un placer el haber coincidido con ustedes.

Así mismo le agradezco a **MSc. José Luis Prado Arroliga** que además de ser el tutor, es un excelente maestro y amigo, gracias por su apoyo en dicha tutoría de investigación, compartiendo su experiencia, conocimientos y su colaboración en todo el proceso, que hicieron posible la culminación de este trabajo investigativo. Agradezco también a todos los profesores que me impartieron clases en los años de esta carrera, los que todavía siguen laborando, los que ya se retiraron, gracias a cada uno de ellos por el apoyo y la motivación.



Área superficial y parámetros de calidad del carbón activo de la cáscara de mazorca de cacao criollo (Theobroma cacao L.) obtenido bajo tres factores de preparación en variación, Departamento de Química, UNAN-Managua, Enero-Abril 2022



UNIVERSIDAD
NACIONAL
AUTÓNOMA DE
NICARAGUA,
MANAGUA
UNAN - MANAGUA

CARTA AVAL DEL TUTOR



El presente trabajo de investigación titulada “*Área superficial y parámetros de calidad del carbón activo de la cáscara de mazorca de cacao criollo (Theobroma cacao L.) obtenido bajo tres factores de preparación en variación, Departamento de Química, UNAN-Managua, Enero-Abril 2022*”, ha sido realizado por *la Bra. Ana Yelcis Salazar Rodríguez* bajo mi dirección *MSc. José Luis Prado Arroliga* doy fe de que la investigación es propiedad intelectual fidedigna y original de ella, además que ha cumplido con todas las disposiciones y requisitos académicos según el Capítulo III del Título IV del Reglamento del Régimen Académico Estudiantil para optar al título de Licenciatura en Química Industrial.

Managua, julio 2022

José Luis Prado Arroliga, MSc

Tutor

Docente Departamento de Química



RESUMEN

La presente investigación tiene como principal objetivo determinar el área superficial y parámetros de calidad del carbón activo de mazorca de cacao criollo (*Theobroma cacao L.*), el cual ya fue preparado por un investigador precursor, el cual estableció las condiciones experimentales de forma intencional y guiada por referencias bibliográficas. Empleo el diseño de experimento Taguchi bajo 3 factores y 3 niveles, dando como resultado, el tiempo de carbonización a 120, 60 y 30 minutos, temperatura de carbonización a 600, 500 y 300 °C y concentración de agente activante (ácido fosfórico) al 25, 28 y 30%. El estadístico genera 9 corridas experimentales, las cuales se sometieron a la cuantificación del área superficial de cada carbón activado a partir del índice de yodo, los cuales presentaron elevados resultados del área superficial, sus valores ascienden a partir de los 477 m²/g, es decir que los carbones cuentan con mayores puntos de adsorción, el carbón activado número 3 presentó el mejor porcentaje de cenizas (7%), materia soluble en agua (3%), superficie altamente positiva, y la densidad en 3 g/mL con amplitud de volumen. Como finalidad se contrastó con el estadístico Taguchi y definieron las condiciones de preparación para obtener la mayor área superficial, siendo una temperatura de 600 °C, durante 60 minutos a una concentración del 25% de ácido fosfórico.

Palabra claves: *área superficial, cacao criollo, carbón activo.*



ÍNDICE

Aspectos Generales

TÍTULO.....	i
DEDICATORIA.....	ii
AGRADECIMIENTOS.....	iii
CARTA AVAL DEL TUTOR.....	iv
RESUMEN.....	v
ÍNDICE.....	vi

Capítulo I

1.1. INTRODUCCIÓN.....	1
1.2. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA.....	2
1.3. JUSTIFICACIÓN.....	3
1.4. OBJETIVOS.....	4
1.4.1. Objetivo general.....	4
1.4.2. Objetivos específicos.....	4

Capítulo II

2.1. MARCO TEÓRICO.....	5
2.1.1. Carbón activado.....	5
2.1.2. Propiedades del carbón activado.....	7
2.1.3. Características del carbón activado.....	9
2.1.3.1. Composición química.....	9



Área superficial y parámetros de calidad del carbón activo de la cáscara de mazorca de cacao criollo (Theobroma cacao L.) obtenido bajo tres factores de preparación en variación, Departamento de Química, UNAN-Managua, Enero-Abril 2022

2.1.3.2.	Estructura física.	10
2.1.3.3.	Importancia de la textura porosa de los carbones activos.....	11
2.1.4.	Tipos de carbón activado.....	13
2.1.5.	Métodos de activación.....	14
2.1.5.1.	Activación.....	14
2.1.5.2.	Activación física o térmica.	18
2.1.5.3.	Activación química.	20
2.1.6.	Proceso de adsorción.....	22
2.1.6.1.	Tipos de Isotermas de Adsorción.....	24
2.1.6.2.	Ecuación de Freundlich.	25
2.1.6.3.	Ecuación de Langmuir.	26
2.1.7.	Parámetros de adsorción del carbón activado	28
2.1.7.1.	Porosidad.	28
2.1.7.2.	Radio Medio de Poro.	28
2.1.7.3.	Volumen Total de Poro.....	29
2.1.7.4.	Área Superficial.	29
2.1.7.5.	Temperatura.	30
2.1.8.	Características físico-químicas del adsorbato	30
2.1.8.1.	pH.....	30
2.1.8.2.	Tiempo de contacto.....	31
2.1.8.3.	Densidad aparente.	31
2.1.8.4.	Tamaño de partículas.	31
2.1.8.5.	Dureza.	32
2.1.8.6.	Contenido de ceniza.....	32
2.1.8.7.	Materias solubles en Agua.....	32



Área superficial y parámetros de calidad del carbón activo de la cáscara de mazorca de cacao criollo (Theobroma cacao L.) obtenido bajo tres factores de preparación en variación, Departamento de Química, UNAN-Managua, Enero-Abril 2022

2.1.9.	Índices asociados a los carbones activados	32
2.1.9.1.	Índice de yodo.....	32
2.1.9.2.	Índice azul de metileno.	33
2.1.9.3.	Índice de melaza.	34
2.2.	Antecedentes.....	35
2.3.	Preguntas directrices.....	37
Capítulo III		
3.1.	Diseño metodológico.....	38
3.1.1.	Descripción del ámbito de estudio.	38
3.1.2.	Tipo de estudio.....	38
3.2.	Población y muestra	38
3.2.1.	Población.....	38
3.2.2.	Muestra.....	39
3.2.2.1.	Criterios de inclusión.....	39
3.2.2.2.	Criterios de exclusión.....	39
3.3.	Variables.....	39
3.3.1.	Variables independientes.....	39
3.3.2.	Variable dependiente.....	40
3.4.	Materiales	40
3.4.1.	Materiales para recolectar información.....	40
3.4.2.	Materiales para procesar la información.....	40
3.5.	Métodos	41
3.5.1.	Método de investigación.....	41
3.5.2.	Diseño de experimento Taguchi.....	41



Área superficial y parámetros de calidad del carbón activo de la cáscara de mazorca de cacao criollo (Theobroma cacao L.) obtenido bajo tres factores de preparación en variación, Departamento de Química, UNAN-Managua, Enero-Abril 2022

3.5.3. Determinación del área superficial mediante la norma mexicana Nmx-f296-SCFI-2011 (Índice de yodo).....	42
3.5.4. Método de prueba estándar para Contenido Total de Ceniza de carbón activo (ASTM D2866-11).	44
3.5.5. Método de prueba estándar para materias solubles en agua de carbón activo (ASTM D5029-98 /2014).	44
3.5.6. Determinación del punto de carga cero (PZC, por sus siglas en inglés Point Charge Zero).....	45
3.5.7. Determinación de densidad aparente en carbón activado por el método estándar ASTM D-2854-09.	46
 Capítulo IV	
4.1. Análisis de resultados	44
4.1.1. Índice de yodo.	44
4.1.2. Efecto de los factores (concentración de ácido fosfórico, tiempo y temperatura de carbonización) en el área superficial del carbón activado de la cáscara de mazorca de cacao criollo (Theobroma cacao L.)	48
4.1.3. Contenido Total de ceniza de carbón activo.	49
4.1.4. Materias solubles en agua de carbón activo.....	51
4.1.5. Punto de carga cero.	53
4.1.6. Densidad aparente en carbón activado.	55
 Capítulo V	
5.1. Conclusiones.....	49
5.2. Recomendaciones	50
5.3. Bibliografía.....	51
 Anexos	



Área superficial y parámetros de calidad del carbón activo de la cáscara de mazorca de cacao criollo (Theobroma cacao L.) obtenido bajo tres factores de preparación en variación, Departamento de Química, UNAN-Managua, Enero-Abril 2022

Capítulo I



1.1. INTRODUCCIÓN

En Nicaragua la producción de cacao históricamente ha sido una actividad tradicional en las zonas boscosas como Nueva Guinea, Blufields, Kukra Hill, Zona de Las Minas (Siuna, Bonanza y Rositas), Waslala, Río Coco, Matagalpa, Jinotega y Rivas. Actualmente la producción de esta planta incrementó gracias al precio ofertado en el extranjero. Durante el procesamiento de su fruto potencialmente valioso, se genera la cáscara como residuo, a la cual no se le brinda un aprovechamiento a nivel de laboratorio, microempresa o industrial.

Al ser la cascara de mazorca del cacao criollo un residuo que puede ser utilizado a modo de materia prima para elaborar diferentes productos como carbón activado, en nicaragua este rubro no cuenta con empresas que lo elaboren, por ende, dicho producto es importado. Ante lo mencionado, se realiza la presente investigación que tiene como finalidad analizar las condiciones operacionales para elaborar carbón activado a partir de la cáscara de mazorca del cacao criollo (*Theobroma cacao L.*), el cual es un residuo abundante y dar solución a la necesidad de ser aprovechado, así mismo, generar una oferta de empresa productora de carbón activo a nivel nacional.

Por lo tanto, la presente investigación tiene como principal objetivo dar seguimiento a la caracterización de carbón activado elaborado experimentalmente por un investigador de la UNAN-Managua, quien realizo un diseño de experimento de Taguchi, en el cual integra tres factores de preparación de carbón activado con tres niveles en los mismos, con el propósito de evaluar la capacidad de adsorción, se pretende determinar el área superficial y los parámetros de calidad de cada carbón elaborado según el diseño de experimento, con este dato, definir las condiciones óptimas de preparación de producto final empleando la cáscara de mazorca de cacao criollo (*Theobroma cacao L.*) y cómo influye en sus características.



1.2. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

En Nicaragua el cacao es uno de los frutos más explotados en el comercio, un porcentaje significativo es exportado, el resto es comercializado y pequeñas cantidades procesado, generando residuos orgánicos que deben ser tratados y revalorizados. A nivel nacional se dispone de una buena cantidad de materia prima para la elaboración de carbón activado ya que la mayoría de empresas y microempresas optan por desechar los residuos orgánicos en vertederos controlados o sirven de alimento para animales sin tener un mayor beneficio.

Los carbones activados obtenidos de manera artesanal o a escala de laboratorio mediante el aprovechamiento de los residuos agroindustriales como la mazorca de cacao, requieren ser evaluados por las normas nacionales e internacionales, para determinar la calidad de estos y producirlos a nivel interno, además de su posterior simulación para determinar la capacidad de absorción de agentes contaminantes de interés nacional e internacional.

Por lo realizado en experimentaciones previas en la preparación de carbón activado a partir de la cascará de mazorca de cacao criollo (*Theobroma cacao L.*) surge la siguiente pregunta de investigación: ¿Cuál es el área superficial y calidad del carbón activo resultante bajo tres factores de preparación en variación?

Ante lo mencionado, como delimitación del problema se procede a formularse las siguientes preguntas que permiten enfocarse en la situación que debe ser resuelta:

1. ¿Cuáles son los factores y condiciones de preparación del carbón activado?
2. ¿Cuáles son las áreas superficiales y calidad de los carbones activados preparados?
3. ¿Cuál es el efecto de los factores en el área superficial y los parámetros de calidad del carbón activado?



1.3. JUSTIFICACIÓN

El carbón activado es un material carbonáceo, altamente cristalino, fabricado a partir de materiales lignocelulósicos, el cual presenta un alto grado de porosidad interna y tiene propiedades adsorbentes. Este material tiene aplicaciones en la remoción de contaminantes orgánicos e inorgánicos (Quintana M, et al, 2008), siendo utilizado así en múltiples esferas como la recuperación de metales pesados y la eliminación de hidrocarburos convirtiéndose en un material muy útil para las industrias.

La obtención de carbones activos a partir de residuos agroindustriales como la cáscara de cacao la cual es una fuente renovable, presenta muchas ventajas; permite la eliminación de residuos contaminantes de manera eficaz incrementando así su valor agregado, amplía la posibilidad de obtener carbones activados a menor costo, cubrir la demanda interna por lo tanto disminuir la necesidad de importar dicho material.

Nicaragua tiene buen desempeño como productor en diversos rubros y el de la producción de cacao no es la excepción, es importante utilizar las materias primas, no solo utilizando la proporción de mayor interés o más característica del fruto, sino también aprovechar la cantidad considerable de residuos que se generan como la cascara transformándolos en productos con un valor añadido y de beneficio al país.

Es necesario la caracterización de los carbones activados obtenidos a escala de laboratorio para evaluar la capacidad de absorción, además, controlar variables como la temperatura y cantidad de agente activante, parámetros, características fisicoquímicas y con ello demostrar la calidad del carbón activo de manera que genere interés por la producción de dicho material en Nicaragua.



Área superficial y parámetros de calidad del carbón activo de la cáscara de mazorca de cacao criollo (Theobroma cacao L.) obtenido bajo tres factores de preparación en variación, Departamento de Química, UNAN-Managua, Enero-Abril 2022

1.4. OBJETIVOS

1.4.1. Objetivo general.

Determinar el área superficial del carbón activo de mazorca de cacao criollo (*Theobroma cacao L.*) obtenido bajo tres factores de preparación en variación, Departamento de Química, UNAN-Managua, Enero-Abril 2022

1.4.2. Objetivos específicos.

1. Describir las condiciones individuales de activación de carbón a partir de la cascara de cacao empleando el diseño estadístico Taguchi.
2. Cuantificar las áreas superficiales y valores de calidad de los carbones activados preparados.
3. Conocer el efecto de los factores en el área superficial y parámetros de calidad del carbón activado de la cáscara de mazorca de cacao criollo (*Theobroma cacao L.*).

Capítulo II



2.1. MARCO TEÓRICO

2.1.1. Carbón activado

El carbón es un mineral de origen orgánico constituido básicamente por carbono. Su formación es el resultado de la condensación gradual de la materia de plantas parcialmente descompuestas a lo largo de millones de años. Las plantas al descomponerse forman una capa llamada turba. Hay tres tipos básicos de carbón (Manual del Carbón Activado, 2016, pág. 8):

- ✓ Lignito: Se forma una vez comprimida la turba. Es el carbón de menor valor calórico, porque se formó en épocas más recientes y contiene menos carbón (30%) y más agua. Es una sustancia parda y desmenuzable en la que se pueden reconocer algunas estructuras vegetales.
- ✓ Hulla: Se origina por la compresión del lignito. Tiene un importante poder calorífico por lo que se utiliza en las plantas de producción de energía. Es dura y quebradiza, de color negro. La concentración de carbono está entre el 75 y el 80%.
- ✓ Antracita: procede de la transformación de la hulla. Es el mejor de los carbones, muy poco contaminante y de alto poder calorífico. Arde con dificultad, pero desprende mucho calor y poco humo. Es negro, brillante y muy duro. Tiene una concentración de hasta el 95% de carbono.

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. (Manual del Carbón Activado, 2016, pág. 8)



Área superficial del carbón activo de mazorca de cacao criollo (Theobroma cacao L.) obtenido bajo tres factores de preparación en variación, Departamento de Química, UNAN-Managua, Enero-Abril 2022

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. Se puede encontrar en varios formatos; stick, granos, pequeños trozos e incluso en forma de esponja, siendo este último el menos efectivo. (Manual del Carbón Activado, 2016, pág. 9)

“Soto (2007) menciona que los carbones activados son materiales porosos, amorfos y preparados químicamente para que tengan un elevado grado de porosidad y alta superficie específica interna. Estas características, junto con la naturaleza química de los átomos de carbono que lo componen, le dan la propiedad de atraer y atrapar ciertas moléculas del fluido que rodea al carbón. A esta propiedad se le llama “adsorción”; al sólido que adsorbe se le denomina adsorbente y a la molécula atrapada, adsorbato.” (García & Granillo, 2016, pág. 11)

Se trata de un material poroso que se obtiene por carbonización y activación de materiales orgánicos, especialmente de origen vegetal, hullas, lignitos y turbas, con el fin de obtener un alto grado de porosidad y una importante superficie intraparticular. La elevada superficie específica facilita la adsorción física de gases y vapores de mezclas gaseosas o sustancias dispersas en líquidos. (Manual del Carbón Activado, 2016, pág. 11)

La actividad del carbón activo en los procesos de adsorción viene dada fundamentalmente, por la naturaleza de la materia prima y el proceso de activación utilizado en la producción del mismo. Su capacidad absorbente se ve muy favorecida por la estructura porosa y la interacción con adsorbatos polares y no polares, dada su estructura química, además las reacciones químicas en su superficie están influenciadas por centros activos, dislocaciones y discontinuidades, donde los carbones tienen electrones desapareados y valencias insaturadas presentando mayor energía potencial. (Manual del Carbón Activado, 2016, pág. 11; Garcia & Granillo, 2016, pág. 12)



Área superficial del carbón activo de mazorca de cacao criollo (Theobroma cacao L.) obtenido bajo tres factores de preparación en variación, Departamento de Química, UNAN-Managua, Enero-Abril 2022

“Márquez (2007) menciona que la unión entre el carbón y el adsorbato se lleva a cabo por medio de fuerzas de London, que son una de las clases de fuerzas de Van der Waals. Éstas son relativamente débiles y, por lo tanto, reversibles. El área específica del carbón activo oscila desde 600 a 2000 metros cuadrados por gramo. Tanto en el carbón en estado granular como en forma de polvo, esta superficie es casi enteramente interna; es el área de la estructura porosa creada en los dos pasos seguidos en la expulsión de los componentes volátiles de las materias primas carbonosas y la oxidación del residuo.” (García & Granillo, 2016, pág. 12)

Basándonos en la difracción de rayos X, se pueden describir dos tipos de estructuras porosas para el carbón activado (Manual del Carbón Activado, 2016, págs. 11-12):

- ✓ El primer tipo de estructura está formado por microcristalitas que en dos planos son semejantes al grafito constituido por capas paralelas de átomos de carbono ordenadas hexagonalmente.
- ✓ El segundo tipo de estructura se describe como un retículo tridimensional de hexágonos de carbono desordenados como resultado del ordenamiento al azar de las estructuras bencénicas condensadas que se forman durante la carbonización.

Entre los microcristales que constituyen el carbón, existen huecos o espacios vacíos los cuales se denominan *poros*. El área superficial total de estos poros, incluida el área de sus paredes, es muy amplia, siendo ésta la principal razón de su gran capacidad de absorción. Podemos clasificar el carbón activo en granular y polvo, dependiendo del tamaño de grano del mismo (grano grueso o grano fino) (Imagen 1, Anexo 1). (Manual del Carbón Activado, 2016, pág. 12)

2.1.2. Propiedades del carbón activado.

En la actualidad, el carbón activado es utilizado para remover color, olor y sabor de una infinidad de productos, por lo cual lo podemos encontrar en aplicaciones tan sencillas como peceras o filtros de refrigerador, hasta complejos sistemas industriales como modernas



Área superficial del carbón activo de mazorca de cacao criollo (Theobroma cacao L.) obtenido bajo tres factores de preparación en variación, Departamento de Química, UNAN-Managua, Enero-Abril 2022

plantas de tratamiento de aguas residuales o delicados sistemas de elaboración de antibióticos. (Manual del Carbón Activado, 2016, pág. 13)

Son dos las características fundamentales en las que se basan las aplicaciones del carbón activado: elevada capacidad de eliminación de sustancias y baja selectividad de retención. La elevada capacidad de eliminación de sustancias se debe a la alta superficie interna que posee, su buena porosidad y distribución de tamaño de poros juegan un papel importante. En general, los microporos le confieren la elevada superficie y capacidad de retención, mientras que los mesoporos y macroporos son necesarios para retener moléculas de gran tamaño, como pueden ser colorantes o coloides, y favorecer el acceso y la rápida difusión de las moléculas a la superficie interna del sólido. (Manual del Carbón Activado, 2016, pág. 13)

Las propiedades adsorbentes de un carbón activado no dependen únicamente de la superficie y la porosidad. En particular, las sustancias polares se retienen débilmente sobre la superficie (apolar) del carbón. En estos casos, la fijación al carbono de “heteroátomos”, principalmente oxígeno e hidrógeno, formando estructuras o grupos funcionales tipo ácido carboxílico, lactosas, carbonilo, etc., (Imagen 2, Anexo 1) elevan la afinidad de las sustancias polares por la superficie del adsorbente y pueden imprimir un carácter ácido-base al carbón. (Manual del Carbón Activado, 2016, pág. 13)

Finalmente, cuando la sustancia a eliminar tiene una polaridad apreciable, bajo volumen molecular y está muy diluida en aire, la retención a temperatura ambiente por el carbón sólo es efectiva si se impregna con reactivos específicos o se aprovechan las propiedades catalíticas del carbón. De esta manera, tras la adsorción se producen unas reacciones químicas que transforman los productos tóxicos en inertes que se desorben o quedan retenidos en la porosidad del carbón. (Manual del Carbón Activado, 2016, pág. 14)

El área de superficie en los carbones activados se conoce como la cantidad de superficie disponible para la adsorción de una masa de carbono determinada, medida mediante técnicas como la adsorción de nitrógeno BET y es reportada en unidades de m^2/g . La densidad aparente corresponde a la densidad del carbono con la máxima eficiencia de empaque,



informada en g/cc o lbs/cf. El tamaño de malla se conoce como la medida del rango de partículas del producto granular, generalmente informada como un rango de aberturas de tamiz, como 12 x 40 para un carbono que pasa una pantalla de malla 12, pero se retiene en una pantalla de malla 40 con una especificación de la cantidad que se puede retener en la pantalla de apertura más grande o pasando la pantalla de apertura más pequeña. (Equipos de Osmosis Inversa, 2020, párr. 13-15)

El número de abrasión es la medida de la capacidad del producto de carbono para resistir el desgaste; esta importante propiedad permite comprender cuán duradero es el carbón activado en aplicaciones donde se requiere retrolavado, se transferirá carbono o las velocidades de tratamiento están por encima del promedio. El nivel de cenizas es la medida del contenido de carbono activado sin carbono; todos los materiales base tienen un determinado componente de cenizas, con un contenido que varía de material base a material base; por ejemplo, el carbón de cáscara de coco tiende a tener más metales alcalinotérreos, mientras que los carbonos a base de carbón tienen más metales pesados. (Equipos de Osmosis Inversa, 2020, párr. 16-17)

2.1.3. Características del carbón activado.

2.1.3.1. Composición química.

El término carbón activo designa un amplio espectro de materiales que se diferencian fundamentalmente en su estructura interna (distinción de poros y superficie específica) y en su granulometría. Desde el punto de vista de la composición química, el carbón activo es carbón prácticamente puro, al igual que lo es el diamante, el grafito, el negro de humo y los diversos carbonos minerales o de leña. Todos ellos poseen la propiedad de adsorber, que consiste en un fenómeno fisicoquímico en el que un sólido llamado adsorbente atrapa en sus paredes a cierto tipo de moléculas, llamadas adsorbatos y que están contenidas en un líquido o gas. La composición química del carbón activo es aproximadamente un 75 – 80% en carbono, 5 – 10% en cenizas, 9,5 – 14,5% en oxígeno y 0,5% en hidrógeno. (Manual del Carbón Activado, 2016, pág. 15)



2.1.3.2. Estructura física.

El carbón activo tiene una gran variedad de tamaños de poros, los cuales pueden clasificarse de acuerdo a su función, en poros de adsorción y poros de transporte. Los primeros consisten en espacios entre placas graníticas con una separación de entre una y cinco veces el diámetro de la molécula que va a retenerse. En éstos, ambas placas de carbón están lo suficientemente cerca como para ejercer atracción sobre el adsorbato y retenerlo con mayor fuerza. (Manual del Carbón Activado, 2016, pág. 16)

Los poros mayores que los de adsorción son de transporte, y tienen un rango muy amplio de tamaño, que van hasta el de las grietas que están en el límite detectable por la vista, y que corresponde a 0,1 mm. En esta clase de poros, sólo una placa ejerce atracción sobre el adsorbato y entonces lo hace con una fuerza menor, o incluso insuficiente para retenerlo. Actúan como caminos de difusión por los que circula la molécula hacia los poros de adsorción en los que hay una atracción mayor. Por lo tanto, aunque tiene poca influencia en la capacidad del carbón activo afectan a la cinética o velocidad con la que se lleva a cabo la adsorción. (Manual del Carbón Activado, 2016, pág. 16)

Según la IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemists), los poros se clasifican en base al diámetro de los mismos, de acuerdo a lo siguiente (García & Granillo, 2016, pág. 12):

- ✓ Microporo: Menores a 2 nm (20Å), realizan la adsorción y contribuyen a la mayor parte del área de la superficie interna.
- ✓ Mesoporos: Entre 2 y 50 nm (20Å y 500Å) y realizan el transporte.
- ✓ Macroporos: Mayores a 50 nm (500Å) (típicamente de 200 a 2000 nm) y son la vía de entrada al carbón activado.

Los microporos tienen un tamaño adecuado para retener moléculas pequeñas que aproximadamente corresponden a compuestos más volátiles que el agua, tales como olores, sabores y muchos solventes. Los macroporos atrapan moléculas grandes, tales como las que son cloradas o las sustancias húmicas (ácidos húmicos y fúlvicos) que se generan al



descomponerse la materia orgánica. Los mesoporos son los apropiados para moléculas intermedias entre las anteriores (Imagen 3, Anexo 1). (Manual del Carbón Activado, 2016, pág. 16)

Por lo tanto, la capacidad de un carbón activo para retener una determinada sustancia no solo depende de su área superficial, sino también de la proporción de poros internos que tenga dicho carbón, y del tamaño de los mismos (un tamaño adecuado para un poro debe oscilar entre 1 y 5 veces el diámetro de la molécula a retener). La distribución del tamaño del poro depende fundamentalmente de tres factores: el origen de la materia prima, el tipo de activación, y la duración del proceso de activación. (Manual del Carbón Activado, 2016, pág. 17)

2.1.3.3. Importancia de la textura porosa de los carbones activos.

Castellón (1998) citado por Montoya & Matute (2015, pág. 15) menciona que los carbones activados, pueden presentar elevadas superficies específicas, del orden de 1000 m²/g e incluso llegar a los 3000 m²/g. Los elevados valores de superficie específica se deben en gran medida a la porosidad que presentan los materiales carbonosos, siendo los microporos los que mayor contribución tienen en la superficie específica.

Castellón (1998) citado por Montoya & Matute (2015, pág. 16) expresa que, en principio, se puede pensar, que, a mayor superficie específica, mejores serán las características como adsorbente del carbón activado, puesto que también deberíamos tener mayor número de espacios para adsorber el adsorbato. Sin embargo, esto no es siempre cierto, ya que debemos tener en cuenta el posible “efecto de tamiz molecular”. Así, dependiendo del tamaño de las moléculas del adsorbato, puede suceder que éstas sean mayores que algunos de los poros, y, por tanto, no toda la superficie sea accesible a dichas moléculas.

También hay que tener en cuenta, tanto la geometría del poro, como la del adsorbato. Así, por ejemplo, determinadas moléculas pueden penetrar en poros con geometrías del tipo “rendija” y no hacerlo en poros de dimensiones similares y geometrías cilíndricas. Por ejemplo, todos los carbones presentan en principio un carácter hidrófobo, no obstante,



podemos disminuir este carácter hidrófobo adicionando grupos superficiales polares. Esto puede conseguirse por oxidación con algún tipo de agente oxidante. Los grupos oxigenados dan lugar a centros primarios de adsorción de moléculas de agua que a su vez adsorberán nuevas moléculas por formación de puentes de hidrógeno. De esta forma se aumenta el carácter hidrófilo y la “mojabilidad” de los carbonos.

En el caso de la adsorción de compuestos inorgánicos en fase acuosa esto podría resultar beneficioso. Sin embargo, en el caso de que el carbón activado vaya a ser usado para adsorber compuestos en fase gas, el hecho de que los poros estén ocupados, o incluso bloqueados, por moléculas de agua puede llegar a disminuir sustancialmente la capacidad de adsorción del carbón. De hecho, este efecto combinado de oxidación/adsorción de humedad de los carbonos activados se conoce como efecto de envejecimiento y es algo a evitar en la medida de lo posible, especialmente para las aplicaciones en fase gas.

Un carbón sea globalmente ácido o básico dependerá tanto de la concentración de estos grupos como de la fuerza como ácido o base de los mismos. De forma intuitiva, se puede deducir que un carbón de tipo básico será preferible para la adsorción de compuestos ácidos que un carbón de tipo ácido y viceversa. Por otro lado, los grupos ácidos tienden a liberar protones, especialmente en los medios básicos, mientras que los grupos básicos tienden a captarlos cuando se encuentran en un medio ácido.

De esta forma pueden aparecer cargas positivas o negativas en la superficie del carbón. De forma genérica: si el pH del medio es mayor que el punto de carga cero del carbón (pH_{PZC} , pH en el cual el número de cargas positivas es igual al de cargas negativas de forma tal que la carga neta sobre la superficie del carbón es cero), tendremos un predominio de las cargas negativas en la superficie del carbón; por el contrario, si $pH < pH_{PZC}$ obtendremos una superficie cargada positivamente. (Montoya & Matute, 2015, pág. 17)

Las condiciones en las que un carbón tenga una carga neta negativa serán preferibles para adsorber cationes y aquellas en las que presente una carga neta positiva lo serán para adsorber aniones. Dado que al modificar el pH de los efluentes contaminantes no siempre



resulta sencillo es preferible optimizar la química superficial del carbón activado teniendo en cuenta los criterios anteriores para que la adsorción sea máxima. (Montoya & Matute, 2015, pág. 17)

Optimizar la textura porosa y química superficial de un carbón activo no siempre es una tarea sencilla principalmente si tenemos en cuenta que la textura porosa y la química superficial pueden estar interrelacionadas. Por ejemplo, un aumento en el contenido en grupos superficiales oxigenados puede modificar la textura porosa de un carbón, ya que se pueden bloquear parte de los microporos lo que disminuye la accesibilidad al sistema poroso.

Un tratamiento térmico a temperaturas elevadas para eliminar grupos superficiales puede también producir un colapso de la textura porosa disminuyendo también el volumen de poros. Así, a veces puede ser necesario llegar a soluciones de compromiso cuando se pretende optimizar la textura porosa y química superficial de un carbón. (Montoya & Matute, 2015, pág. 18)

2.1.4. Tipos de carbón activado

El carbón activado puede ser vegetal o de hueso, el carbón de hueso tiene aproximadamente 10% de carbono, mientras que el vegetal hasta 98% (Cortéz & Deybi, 2015, pág. 11). Según su uso el carbón activado se puede dividir en:

- ✓ *Carbón activado para absorber gases:* sus poros son más pequeños que los del carbón para líquido, se usan como materias primas cascaras de nueces, carbón y hulla principalmente.
- ✓ *Carbón activado para el tratamiento de líquidos:* muchos carbones de gases no son muy efectivos para tratar ciertos líquidos. Los materiales menos densos son más apropiados para tratar líquidos.



Dependiendo si es sometido a un proceso de granulación o pulverización (Cortéz & Deybi, 2015, pág. 12)., el carbón activado se puede presentar como:

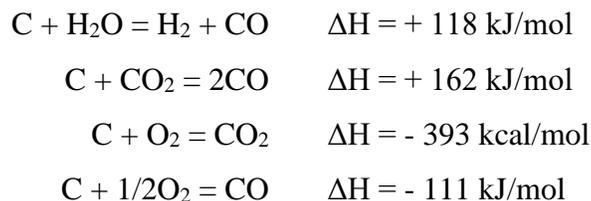
- ✓ *Carbón activado en polvo o PAC (Powered Activated Carbon):* es un polvo fino negro se usa en la elaboración de medicamentos antidiarreicos y absorbente intestinal.
- ✓ *Carbón activado granular o GAC (Granular Activarte Carbon):* en granos de hasta 2 mm se usan en los filtros de columnas o cama para el tratamiento de agua. Es un proceso más fácil, pero más caro que el del carbón activo en polvo. Actualmente GAC gana importancia ante el PAC.

2.1.5. Métodos de activación

La activación del material carbonizado consiste en el desarrollo de la estructura porosa antes generada, mediante la adición de agentes oxidantes. La activación puede llevarse a cabo tanto por métodos denominados físicos como químicos. (Manual del Carbón Activado, 2016, pág. 49)

2.1.5.1. Activación.

La etapa de activación en la producción de carbón activado consiste en una reacción gas-sólido de gasificación a altas temperaturas, donde gases oxidantes (agentes activantes) reaccionan con los átomos de carbono del carbonizado, extrayéndolos de la estructura como CO o CO₂. Los agentes activantes que se han empleado son el dióxido de carbono, el vapor de agua y el oxígeno (aire), a temperaturas entre 700 - 1000 °C, durante tiempos que pueden oscilar entre 12 horas a unos 30 minutos (Plaza, 2015, pág. 17). Estos reaccionan con el carbono según las siguientes reacciones:





Área superficial del carbón activo de mazorca de cacao criollo (Theobroma cacao L.) obtenido bajo tres factores de preparación en variación, Departamento de Química, UNAN-Managua, Enero-Abril 2022

Un aspecto de suma importancia en el uso de estos agentes activantes es su naturaleza entálpica. Así, mientras la reacción con oxígeno es exotérmica, estando favorecida termodinámicamente en cualquier rango de temperaturas que se realice la activación, las reacciones con dióxido de carbono y vapor agua son de naturaleza endotérmica, por lo que se requieren elevadas temperaturas para que comiencen a ser favorables termodinámicamente. (Plaza, 2015, pág. 17)

Aunque, termodinámicamente, el uso de oxígeno parezca ser más favorable para preparar carbón activado, a la vez que económicamente (aire), lo cierto es que su exotermicidad hace muy difícil mantener una correcta temperatura durante su reacción con el carbono. Esto conduce a que se den sobrecalentamientos localizados en la partícula del carbonizado, lo cual impide que tenga lugar una activación uniforme en la misma. Además, dada la elevada reactividad que presenta el oxígeno, su acción no se limita al ataque del carbono que bloquea el seno de la porosidad, sino que también es igual de agresivo con el presente en la superficie externa de las partículas, lo que conduce a su gasificación externa, sin generación de porosidad. Es por esto que el uso del aire (oxígeno) apenas es utilizado. (Plaza, 2015, pág. 17)

Por este motivo, tanto el CO_2 como el vapor de agua son usados como agentes activantes, dado que la naturaleza endotérmica de estas reacciones facilita el control de la reacción, si bien, se requiere un aporte continuo de calor (un horno) para que tenga lugar la reacción, así como que la temperatura de la reacción se mantenga. Para ello, diferentes tipos de hornos se han aplicado, muchos de estos aplicados en las reacciones de gasificación del carbón, para la obtención de gas de síntesis, tales como hornos rotatorios, hornos verticales, de lecho fluidizado. Para el caso de la preparación de carbones activados, se prefiere el uso de hornos rotatorios o de lecho móvil, frente a los de lecho fluidizado, dado que al ser condiciones menos agresivas para las partículas de carbonizado, se producen carbón activado con un tamaño de partícula apropiado. (Plaza, 2015, pág. 18)

Como consecuencia de la existencia de dos tipos, en términos muy generales, de estructuras carbonosas en el carbonizado, el proceso de activación generalmente tiene lugar



*Área superficial del carbón activo de mazorca de cacao criollo (*Theobroma cacao L.*) obtenido bajo tres factores de preparación en variación, Departamento de Química, UNAN-Managua, Enero-Abril 2022*

en dos fases: en la primera, rápidamente tiene lugar preferentemente la eliminación del carbono más desorganizado (proveniente de la formación de depósitos de alquitranes), el cual es el causante del bloqueo de la porosidad generada durante la carbonización. Esto supone una pérdida de masa no superior al 10 % y la apertura de la porosidad del carbonizado. Paralelamente, la eliminación de los depósitos carbonosos deja expuestos a los microcristales a la acción del agente activante. (Plaza, 2015, pág. 18)

La gasificación de los microcristales, segunda fase, procederá a diferentes velocidades en diferentes partes de los mismos, en función del mayor o menor grado de ordenamiento que presenten. Esta gasificación no uniforme que tiene lugar en los microcristales da lugar, para valores intermedios de pérdida de peso (20 - 40 %), a la formación de nuevos microporos, mientras que, para mayores valores de pérdida de peso, tendrá lugar el ensanchamiento de la porosidad existente cuando tenga lugar la completa eliminación de las láminas adyacentes que configuran los microporos, generando supermicroporos. (Plaza, 2015, pág. 18)

En esta fase de la activación se ha observado un diferente comportamiento en el desarrollo de la porosidad dependiendo del agente activante utilizado. Así, el vapor de agua da lugar a un elevado ensanchamiento de la microporosidad, generando supermicroporos y mesoporosidad; en cambio, el CO₂ a estos estadios del proceso de activación, prosigue desarrollado microporosidad. Este diferente comportamiento se ha atribuido en un principio al efecto inhibitor en la reacción de gasificación que ejerce el H₂ producido cuando se activa con vapor de agua. Sin embargo, igual efecto inhibitor podría atribuirse al CO que se genera con la activación con CO₂. (Plaza, 2015, pág. 19)

Otra explicación a este diferente comportamiento se relaciona con la existencia de difusión activada de la molécula de agua, que dificultan su entrada en la microporosidad estrecha, limitándose por ello al ensanchamiento de la misma. Por tanto, de este análisis se pueden entrever que tanto la selección del agente activante como el tiempo de residencia empleado son dos factores importantes a considerar, con el fin de controlar el desarrollo de un tamaño de porosidad deseado para el tipo de aplicación del carbón activado.



Generalmente, se prefiere el uso del CO₂ como gas activante, puesto que es fácil de manejar y resulta más fácil controlar el proceso de activación, dado que presenta una menor reactividad a elevadas temperatura, en comparación con el vapor de agua. (Plaza, 2015, pág. 19)

Otro aspecto a considerar es la temperatura a la cual se realiza la activación, puede estar comprendida entre 800 - 1000 °C, la cual ejerce un papel fundamental en el control de la cinética de la reacción. Si se emplean bajas temperaturas, las reacciones son lentas, requiriéndose, largos tiempos de residencia. Por ello, el uso de mayores temperaturas resulta interesante ya que se acorta el tiempo de residencia. Sin embargo, si la temperatura es elevada, la reacción de gasificación puede pasar de control químico, donde la reacción transcurre como anteriormente se ha descrito, a un control difusional, en el cual la reacción tendría lugar en el exterior de las partículas, produciéndose su quemado sin generación neta de porosidad. (Plaza, 2015, pág. 20)

Por último, se ha de indicar que la existencia de cenizas (materia inorgánica) en el carbonizado puede ejercer un notable efecto catalítico en la gasificación, afectando, no sólo a la reactividad del carbonizado, si no al tipo de porosidad desarrollada. Así, por ejemplo, se ha comprobado que tanto metales alcalino-térreos, como el Ca y Ba, y de transición, como el Fe y Co, dan lugar a la formación de una importante presencia de meso y macroporosidad en los carbones activados. De forma resumida, los principales factores que afectan al desarrollo de la porosidad en un carbon activado son: i) tipo de agente activante; ii) cristalinidad y sitios activos en la superficie del carbón; iii) presencia de impurezas inorgánicas; iv) difusión de los gases reactivos a los sitios activos. (Plaza, 2015, pág. 20)

Generalmente el proceso de activación física se lleva a cabo realizando las etapas de carbonización y activación separadamente. No obstante, dicho proceso también puede realizarse en una sola etapa, sin realizar la precarbonización del material, lo cual en precursores con un elevado contenido en carbono (carbones minerales) resulta muy apropiado. Numerosos estudios se han realizado sobre este aspecto, mostrando en todos los casos, que el contacto directo de la materia prima desde el inicio del tratamiento térmico, da



lugar a carbones activados con similares características, tanto en el desarrollo de la textura porosa, como en el rendimiento final, que el obtenido mediante dos etapas. (Plaza, 2015, pág. 20)

2.1.5.2. Activación física o térmica.

La activación física o, también denominada activación térmica, no son términos apropiados, dado que realmente el proceso transcurre vía una reacción química entre un agente oxidante (vapor agua, CO₂, aire) y el carbono del material que está siendo activado. Esta puede realizarse bien en dos etapas o en una sólo etapa, dependiendo si la carbonización y activación tienen lugar en dos etapas separadas o simultáneamente. (Plaza, 2015, pág. 14)

2.1.5.2.1. Carbonización o pirólisis

En el caso de partir de residuos lignocelulósicos, el contenido en carbono es inferior al 50 %, a la vez que no existe una estructura microcristalina desarrollada en su seno, lo cual ya era conocido en la antigüedad, que sólo tras carbonizar éstos presentaban propiedades como adsorbente. El proceso de carbonización (o pirólisis) consiste en un tratamiento térmico en atmósfera inerte (sin la adición de sustancias químicas ajenas al material) a temperaturas entorno entre 600 - 850 °C. En el caso de materiales lignocelulósicos, a partir de 170 °C y hasta unos 650 °C, empieza a tener lugar la ruptura pirolítica de los enlaces existentes entre el carbono y los distintos heteroátomos (principalmente hidrógeno y oxígeno, y, en menor medida, azufre y nitrógeno). (Plaza, 2015, pág. 14)

Dependiendo de su volatilidad éstos son eliminados como gases permanentes (CO, CO₂, CH₄, H₂, etc., más agua) o alquitranes (especies de elevado peso molecular, volátiles a las temperaturas de la carbonización pero que condensan a menores temperaturas), quedando un residuo sólido con un elevado contenido en carbono, denominado carbonizado o char (que, en función de la temperatura final alcanzada, puede ser de un 80 - 95 % en contenido en carbono). (Plaza, 2015, pág. 15)



Área superficial del carbón activo de mazorca de cacao criollo (Theobroma cacao L.) obtenido bajo tres factores de preparación en variación, Departamento de Química, UNAN-Managua, Enero-Abril 2022

Así pues, la materia prima tras su descomposición pirolítica se distribuye en tres fracciones de productos: carbonizado (15 - 20 % peso), alquitranes (60 - 65 % peso) y gases (20 - 25 % peso). Con vistas a la preparación de carbón activado, uno de los objetivos de esta etapa es maximizar la fracción de carbonizado. Para ello, se debe conocer qué parámetros o características del material son las más apropiadas para obtener altos rendimientos en carbonizado. El análisis del proceso de pirólisis en materiales lignocelulósicos es extremadamente complejo, lo cual es consecuencia de la propia complejidad química-estructural de las macromoléculas orgánicas que lo constituyen. (Plaza, 2015, pág. 15)

De manera generalizada, estas macromoléculas se pueden clasificar en tres grandes grupos: hemicelulosa, celulosa y lignina. Dada la distinta estructura química que presentan, su comportamiento termoquímico también será diferente, de manera que las numerosas reacciones químicas que tienen lugar (deshidratación, despolimerizaciones, rotura de enlaces, formación de nuevos enlaces) tendrán lugar a diferentes rangos de temperaturas. Así, la hemicelulosa es la menos estable térmicamente, degradándose rápidamente entre 200-350 °C. La celulosa presenta una mayor estabilidad, pero también se degrada rápidamente en el rango de temperaturas 300 – 400 °C. En cambio, la lignina descompone lentamente en un intervalo amplio de temperaturas 200 - 500 °C, siendo el componente que más contribuye en el rendimiento del carbonizado. Por tanto, desde el punto de vista del rendimiento en el carbonizado, residuos con elevado contenido en lignina, en principio, son apropiados precursores para obtener carbón activado. (Plaza, 2015, pág. 15)

Paralelamente a la salida de alquitranes y volátiles, tiene lugar un proceso de condensación, mediante el cual los átomos de carbono insaturados, provenientes de la ruptura de enlaces, se unen entre sí, formando láminas aromáticas (a partir de 600 °C comienza a ser importante el crecimiento de las láminas, lo que se correlaciona con el aumento del pico determinado por DRX). Estas láminas generadas, si la disposición geométrica durante su crecimiento lo permite, se apilarán generando microcristales (a partir de 800 °C este proceso empieza a cobrar importancia), los cuales, a su vez se unirán con sus vecinos mediante enlaces entrecruzados, de forma desorganizada, lo que da lugar a una estructura mal



empaquetada, con espacios libres, lo que constituye la presencia de poros en este carbonizado. (Plaza, 2015, pág. 16)

Sin embargo, generalmente, estos espacios se encuentran rellenos o parcialmente bloqueada su entrada por la deposición de productos emitidos durante la descomposición, mayoritariamente de alquitranes, lo que hace que los carbonizados presenten una relativamente baja capacidad de adsorción. Es por ello que se requiere una posterior etapa de Activación del carbonizado, mediante la cual, primero, se van a eliminar estos depósitos de alquitranes, para, posteriormente, ensanchar la porosidad existente, aumentando la capacidad de adsorción, del entonces denominado carbón activado. Adicionalmente, el proceso de condensación y crecimiento de las láminas gráficas, conduce a un aumento en la resistencia mecánica del carbonizado resultante, lo cual es un aspecto deseable. Ésta es tanto mayor cuanto mayor es la temperatura de carbonización, pues mayor es el grado de condensación. (Plaza, 2015, pág. 16)

Sin embargo, un excesivo grado de condensación, aunque da carbonizados con elevada resistencia mecánica, conduce a dos aspectos adversos hacia la obtención de carbón activado: se reduce el volumen de poros presentes, a la par que la reactividad del material disminuye, aspecto no deseable, dado que se requieren condiciones más enérgicas para activar el carbonizado en la siguiente etapa. Por lo tanto, queda claro que se requiere un adecuado control de la temperatura de carbonización que optimice estos tres parámetros: porosidad, reactividad y resistencia mecánica del carbonizado. (Plaza, 2015, pág. 17)

2.1.5.3. Activación química.

La activación química es una reacción sólido-sólido (o líquido en el caso de que funda el agente activante) que involucra el mezclado íntimo del precursor con un compuesto químico, generalmente en forma de una disolución acuosa concentrada, realizando, a continuación, la carbonización de dicha mezcla. En primer lugar, con el fin conseguir un contacto íntimo entre el precursor con el agente activante, se realiza el mezclado con agitación durante varias horas, lo cual puede llevar hasta 24 horas, dependiendo del tipo de



agente activante y precursor. Los agentes activantes más comunes son: H_2SO_4 , $ZnCl_2$, H_3PO_4 , KOH y $NaOH$. Éstos actúan tanto como deshidratantes como oxidantes. (Plaza, 2015, pág. 21)

De este modo, una de las principales funciones del agente activante es facilitar la deshidratación del esqueleto macromolecular carbonoso, lo cual influenciará en la subsiguiente descomposición pirolítica del material, reduciéndose con ello la producción de alquitranes y volátiles, incrementado con ello el rendimiento. Asimismo, durante la carbonización del material, el agente activante penetra en el interior de los canales de la estructura botánica, produciendo su hinchamiento, lo cual repercutirá en el desarrollo de una estructura porosa más desarrollada. Por ello, el grado de impregnación (expresada normalmente como la relación en peso entre agente activante y precursor) es uno de los factores más importantes que determinan el rendimiento final y la porosidad desarrollada. Así, a mayor grado de impregnación mayor superficie específica y tamaño de porosidad se desarrolla en el carbón activado. (Plaza, 2015, pág. 21)

Otros factores también importantes son la atmósfera de activación, la temperatura de activación y el tiempo de residencia. La activación química se realiza bajo atmósfera inerte, haciendo pasar una corriente de nitrógeno a través de la mezcla, pero puede utilizarse una atmósfera oxidante. Dependiendo del tipo de precursor y agente activante, la carbonización/activación de dicha mezcla puede realizarse desde los $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ hasta los $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$, si bien usualmente, por el tipo de agente activante y precursor involucrados, se realiza entre 450 a $600\text{ }^{\circ}\text{C}$. En este sentido, esto es una ventaja respecto a la activación física, la cual requiere mayores temperaturas. Otra ventaja es, como consecuencia del control químico en los pirólisis del precursor y de la menor temperatura alcanzada, generalmente se consiguen carbones activos con elevados rendimientos, para desarrollos de porosidad similares a los obtenidos con la activación física. (Plaza, 2015, pág. 21)

Un inconveniente de este proceso de activación es que es necesaria una etapa posterior de lavado del carbonizado, con el fin eliminar los restos de agente activante, esta etapa se puede realizar con agua destilada o ligeramente acidificada/basificada en el caso del uso de



hidróxidos o ácidos como agentes activantes. Posteriormente, dichas aguas de lavado han de ser tratadas con el fin recuperar el agente activante, a fin de hacer más económico dicho proceso. (Plaza, 2015, pág. 22)

La activación química se ha utilizado frecuentemente con precursores lignocelulósicos debido a las condiciones suaves de activación y altos rendimientos que generalmente se obtienen. No obstante, a escala industrial, la activación física de residuos lignocelulósicos sigue siendo empleada, ya que, al no emplear compuestos químicos para la activación, ésta resulta más económica, menos contaminante y ocasiona menos problemas de mantenimiento de los hornos. (Plaza, 2015, pág. 22)

2.1.6. Proceso de adsorción

En la actualidad, la adsorción es considerada como una de las mejores técnicas de remoción de contaminantes y entre los adsorbente el carbón activado es el más usado por su gran capacidad para adsorber numerosos compuestos debido a sus propiedades físicas y químicas. Este proceso consiste en la fijación de moléculas en la superficie de un sólido debido a la presencia de fuerzas de atracción intermoleculares en sitios específicos del sólido denominados centros activos. El proceso contrario se denomina desorción. (García & Granillo, 2016, pág. 26)

En términos generales el proceso de adsorción consiste en la captación de sustancias solubles presentes en la interface de una solución, pudiendo constituirse dicha interface entre un líquido y un gas, un sólido o entre dos líquidos diferentes. El sólido que adsorbe las moléculas se denomina adsorbente, la sustancia a adsorber se denomina adsortivo y la sustancia que se encuentra adsorbida se denomina adsorbato. La adsorción es un proceso exotérmico debido a la disminución de energía cinética de las moléculas del adsortivo. (García & Granillo, 2016, pág. 26)

La superficie del adsorbente puede ser homogénea o heterogénea. Superficies homogéneas presentan sitios activos con la misma interacción de fuerzas en toda el área



disponible para la adsorción. En la práctica, sin embargo, se encuentran superficies heterogéneas con sitios activos con diferentes niveles de energía. La capacidad de adsorción depende de tipo de adsorbente, presión, temperatura y tipo de contaminante. (Cortez & Limpio, 2013, pág. 14)

Existen dos teorías principales que describen el proceso de adsorción (García & Granillo, 2016, pág. 27):

- ✓ La teoría de cubrimiento de superficie (tiene un rango de aplicación general): inicialmente se adsorbe una capa de moléculas en la superficie (adsorción monocapa), cuando esta primera capa está completamente formada se inicia la adsorción de más molécula sobre ellas (adsorción multicapa). A medida que se van formando más capas, las fuerzas de unión entre las moléculas y el sólido disminuyen, hasta que en capas posteriores ocurre solamente condensación.
- ✓ La teoría de llenado de poros (Aplicable para sólidos microporosos): Propone que el llenado de los poros se realiza de manera similar al llenado de un recipiente. En los microporos el proceso de adsorción es mucho más fuerte que en superficies aplanadas, ya que las moléculas están sometidas a fuerzas de adsorción superpuestas por la cercanía de las paredes de los poros.

Según Gómez, Klose & Rincón (2010) citado por García & Granillo (2016, pág. 27) la adsorción puede ser:

- ✓ Adsorción física: Unión de las moléculas al sólido, ocurre por medio de fuerzas de Van-der-Waals. Durante este proceso la estructura de las moléculas no se afecta. El equilibrio de la adsorción física ocurre en tiempos muy cortos a bajas temperaturas.
- ✓ Adsorción química: Es un proceso mucho más lento que la adsorción física. El tiempo necesario para llegar a estado estacionario depende de presión y temperatura del proceso. En algunos sistemas puede tardar días y hasta meses en alcanzar el estado estacionario.



2.1.6.1. Tipos de Isotermas de Adsorción.

Se pueden inferir las características de los materiales porosos atendiendo a la forma de la isoterma, según seis tipos admitidas por la IUPAC (Imagen 4, Anexo 1), mencionadas por Martin (1990) citado por García & Granillo (2016, pág. 27 – 28):

- ✓ La isoterma de tipo I es cóncava hacia el eje de abscisas, en el que se representa la presión relativa, y la cantidad adsorbida se aproxima a un valor constante al aumentar la presión relativa. Las isotermas de este tipo corresponden a sólidos microporoso. El límite de adsorción está determinado, en mayor extensión, por el volumen accesible frente al tamaño de poro.

- ✓ La isoterma de tipo II es la forma normal de isoterma que se obtiene con un sólido no poroso o macroporoso. Representa una adsorción en monocapa y multicapa sin restricciones. Se admite frecuentemente que el punto B, señalado en la figura, indica el valor de presión relativa para el cual el recubrimiento de la monocapa se ha completado, indicando así el principio de adsorción por multicapa.

- ✓ La isoterma de tipo III es convexa hacia el eje de abscisas para todo el intervalo de presión relativa. Este tipo de isoterma se presenta en materiales macroporosos o no porosos cuando existe poca afinidad entre el adsorbato y el adsorbente. Por tanto, al ser las interacciones adsorbato-adsorbente menores, no se observa el efecto de un campo de fuerzas a bajas presiones relativas.

- ✓ La isoterma de tipo IV presenta un ciclo de histéresis, el cual se asocia con la condensación capilar propia de la adsorción/desorción en mesoporos, y un valor límite en la cantidad adsorbida para el intervalo superior de presión relativa. La parte inicial de la isoterma se atribuye a la adsorción en monocapa, puesto que coincide



Área superficial del carbón activo de mazorca de cacao criollo (Theobroma cacao L.) obtenido bajo tres factores de preparación en variación, Departamento de Química, UNAN-Managua, Enero-Abril 2022

con la primera región de la isoterma de tipo II. Este tipo de isoterma se presenta en los materiales adsorbentes mesoporosos.

- ✓ La isoterma de tipo V se obtiene para materiales mesoporosos, pues presenta un ciclo de histéresis, cuando existe poca afinidad entre el adsorbato y el adsorbente. Es muy poco frecuente.
- ✓ La isoterma de tipo VI representa la adsorción escalonada en multicapa sobre una superficie uniforme no porosa. Cada uno de los escalones que presenta corresponde a una capa adsorbida. Suele presentarse, por ejemplo, en la adsorción de argón a la temperatura del nitrógeno líquido (77 K) sobre negro de humo grafitizado.

2.1.6.2. Ecuación de Freundlich.

La isoterma de adsorción de Freundlich o ecuación de Freundlich es una isoterma de adsorción, que relaciona la concentración de un soluto en la superficie de un adsorbente, con la concentración del soluto en el líquido con el que está en contacto. Fue desarrollada por el matemático, físico y astrónomo alemán Erwin Finlay Freundlich. (Cortez & Limpio, 2013, pág. 15)

El modelo de la Isoterma de Freundlich se basa en los siguientes fundamentos como indica Toribio (2015) citado por García & Granillo (2016, pág. 29):

- ✓ Temperatura constante.
- ✓ Adsorción localizada (sólo en las posiciones definidas de la superficie).
- ✓ Superficie heterogénea y rugosa (microporosa).
- ✓ No considera la formación de monocapa, sino varias capas en la que tiene lugar la adsorción.
- ✓ Distribución exponencial de la energía de las posiciones de adsorción.

La isoterma de adsorción de Freundlich se expresa matemáticamente como:



$$\frac{x}{m} = kp^{1/n} \text{ o } \frac{x}{m} = kc^{1/n} \quad \text{Ec. 1}$$

La ecuación de la isoterma de Freundlich se puede escribir de forma lineal como indica Toribio (2015) citado por García & Granillo (2016, pág. 30) de la siguiente manera:

$$\ln q_e = \ln(K) + \frac{1}{n} \ln C_e \quad \text{Ec. 2}$$

Donde:

x = masa de adsorbato.

M = masa de adsorbente.

P = Presión de equilibrio del adsorbato.

C = concentración de equilibrio del adsorbato en disolución.

Q_e = cantidad retenida sobre el sólido en el equilibrio (mmol/g o mg/g).

C_e = concentración del líquido en el equilibrio (ppm).

K y 1/n son constantes para un adsorbato y adsorbente dado.

2.1.6.3. Ecuación de Langmuir.

Toribio (2015) citado por García & Granillo (2016, pág. 30) hace referencia al modelo de Langmuir el cual fue originalmente desarrollado para representar la adsorción de un sistema gas-sólido con carbón activado, pero ha sido ampliamente utilizado para estudiar la adsorción de un soluto en fase líquida. En este modelo, la atracción entre las moléculas y la superficie del adsorbente se basa, fundamentalmente, en fuerzas físicas y en su aplicación se asume, por un lado, que la adsorción ocurre en sitios activos idénticos de la superficie del adsorbente con energías uniformes de adsorción y, por otro, que una vez el soluto ocupa un lugar, no puede ocurrir otra adsorción en este mismo sitio.

El modelo de la Isoterma de Langmuir se basa en los siguientes fundamentos según Toribio (2015) citado por García & Granillo (2016, pág. 31):



Área superficial del carbón activo de mazorca de cacao criollo (Theobroma cacao L.) obtenido bajo tres factores de preparación en variación, Departamento de Química, UNAN-Managua, Enero-Abril 2022

- ✓ Temperatura constante.
- ✓ Adsorción localizada (sólo en las posiciones definidas de la superficie), por lo que, si una molécula adsorbida ocupa un espacio, ninguna más puede tomar dicho lugar.
- ✓ Superficie homogénea.
- ✓ Formación de monocapa de las moléculas adsorbidas.
- ✓ Distribución homogénea de la energía de las posiciones de adsorción.

Según Toribio (2015) citado por García & Granillo (2016, pág. 31) la isoterma de Langmuir, se puede representar de la siguiente manera:

$$q = \frac{q_{max} \cdot b \cdot C_e}{1 + b \cdot C_e} \quad \text{Ec. 3}$$

Donde:

q_e : cantidad retenida sobre el sólido en el equilibrio (mmol/g o mg/g).

$q_{m\acute{a}x}$: cantidad máxima retenida sobre el sólido (mmol/g o mg/g).

C_e : concentración del líquido en el equilibrio (ppm).

B : constante empírica de Langmuir en el equilibrio

Castellar, Angulo, Zambrano & Charris (2013) citado por García & Granillo (2016, pág. 31) infiere en que la ecuación 3, se puede escribir de forma lineal de la siguiente manera:

$$\frac{C_e}{q} = \frac{1}{b q_{max}} + \frac{C_e}{q_{max}} \quad \text{Ec. 4}$$

Pilamonta (2013) citado por García & Granillo (2016, pág. 31-32) menciona que la isoterma de adsorción de Langmuir se desarrolló adoptando las siguientes hipótesis:

1. Existe un número fijo de puntos accesibles disponibles en la superficie adsorbente, todos los cuales poseen la misma energía. Es decir, toda la superficie del catalizador tiene la misma actividad para la adsorción; lo que significa que es una superficie lisa. Sin embargo, se puede emplear el concepto de superficie irregular con centros activos, si se supone que todos los centros activos tienen la misma actividad para la



- adsorción y que el resto de la superficie no lo tiene, o bien se puede usar una actividad promedio.
2. No hay interacción entre las moléculas adsorbidas. Esto quiere decir que la cantidad adsorbida no tiene efecto en la velocidad de adsorción por centro.
 3. El grado de adsorción es inferior a una capa monomolecular completa en la superficie.
 4. La adsorción es reversible.

2.1.7. Parámetros de adsorción del carbón activado

2.1.7.1. Porosidad.

“Ures, Suárez y Jácome (2015) menciona que la correcta distribución de los tamaños de poros es necesaria para facilitar el proceso de adsorción facilitando sitios de adsorción y apropiados canales para transportar el adsorbato. El método estándar de caracterización para la determinación del volumen de macro y mesoporos es la intrusión de mercurio. Este método se basa en el hecho de que el mercurio líquido penetra en la estructura porosa del carbón activado solamente bajo el efecto de la presión.” (García & Granillo, 2016, pág. 32)

La presión aplicada es función del tamaño del poro en el que esté introduciendo el mercurio y su relación está dada por la ecuación de Washburn.

$$r = -\frac{2\gamma \cos\theta}{p} \quad \text{Ec. 5}$$

2.1.7.2. Radio Medio de Poro.

Está en función básicamente del tipo de materia prima y se ve poco afectado por las condiciones operacionales. El método analítico es caro, lento y por esta razón no se evalúa con frecuencia, pero es una de las variables que más importancia tienen en la selección de un carbón activo, suele reportarse en nm. (García & Granillo, 2016, pág. 32)



2.1.7.3. Volumen Total de Poro.

Esta variable se expresa en mg/g y está en función tanto de la materia prima como del grado de activación, es decir su valor depende del radio medio de poro y del área superficial del carbón. El método analítico para determinarlo es el mismo que el de radio medio de poro, es un parámetro indicador de la capacidad de adsorción del carbón activo. (García & Granillo, 2016, pág. 33)

2.1.7.4. Área Superficial.

El área superficial específica constituye el área total por unidad de masa para un sólido. Para el caso de sólidos porosos incluye el área superficial formada por la estructura porosa del material. Su determinación se realiza a partir de mediciones experimentales de isothermas de adsorción y cálculos de la cantidad máxima adsorbida en monocapa. (García & Granillo, 2016, pág. 33)

Los carbones activos pueden presentar superficies específicas del orden de 500 m²/g a 2000 m²/g e incluso llegar a los 3000 m²/g. Los elevados valores de superficie específica se deben a la porosidad que presentan los materiales carbonosos. En principio, se podría creer que a mayor superficie específica mejores serán las características como adsorbente del carbón activado, puesto que habría un mayor número de centros para adsorber el adsorbato. Sin embargo, esto no siempre es cierto ya que dependiendo del tamaño de las moléculas del adsorbato (puede suceder que éstas sean mayores que algunos de los poros) la superficie sea accesible. (García & Granillo, 2016, pág. 34)

La mayoría de estos adsorbtivos comparten las siguientes características: Son inertes químicamente, tienen una presión de saturación elevada, la temperatura de adsorción se puede lograr de manera simple con sistema criogénico (Nitrógeno, Dióxido de carbono sólido, hielo) y tienen una forma molecular bastante cercana a una esfera. (García & Granillo, 2016, pág. 34)



2.1.7.5. Temperatura.

“Ures, Suárez y Jácome (2015) menciona que el alcance de la adsorción puede verse incrementado con un decrecimiento de la temperatura debido a que las relaciones de adsorción son exotérmicas. Sin embargo, el incremento de la temperatura también incrementa el grado de difusión del soluto en la fase líquida hacia los centros de adsorción, lo que eventualmente conduce a una adsorción mayor.” (García & Granillo, 2016, pág. 34)

“Ures, Suárez y Jácome (2015) resalta que una diferencia importante en la adsorción de los solutos con respecto a los gases se encuentra en el rol de la temperatura. Un aumento de la temperatura incrementa la tendencia de un gas a escapar de la interfaz, lo que provoca una reducción de la adsorción. Sin embargo, en adsorción desde líquidos, la influencia de la temperatura en la afinidad de los disolventes es dominante.” (García & Granillo, 2016, pág. 35)

2.1.8. Características físico-químicas del adsorbato

Ures, Suárez y Jácome (2015) citado por García & Granillo (2016, pág. 35) menciona que en general, la adsorbancia de un compuesto incrementa al incrementar su peso molecular y al incrementar el número de grupos funcionales como enlaces dobles y halógenos. Las moléculas grandes son adsorbidas sobre carbón activado mejor que las moléculas pequeñas. El grado de solubilidad del soluto está también relacionado de forma directa con la adsorción. Existe una relación inversa entre la capacidad de adsorción de un soluto particular y su solubilidad en el disolvente desde el cual se produce la adsorción. Una alta solubilidad implica que los enlaces soluto-disolvente son más fuertes que las fuerzas de atracción entre el soluto y el adsorbente.

2.1.8.1. pH.

Las moléculas orgánicas forman iones negativos a altos valores de pH, iones positivos a valores bajos de pH y moléculas neutras a valores intermedios de pH. La adsorción de la mayoría de materiales orgánicos es mayor en condiciones neutras. En general, la adsorción



de la fase líquida de contaminantes orgánicos por carbón activado incrementa con la reducción de pH. Este efecto resulta de la neutralización de cargas negativas en la superficie del carbón activado a valores bajos de pH. (García & Granillo, 2016, pág. 35)

La neutralización de cargas negativas reduce los impedimentos a la difusión y conduce a un mayor número de centros de adsorción activos. El alcance de este efecto varía con la técnica de activación del carbón. La diferencia de valores de pH puede a su vez aumentar debido a grupos funcionales ácidos o básicos sobre el carbón activo. Estos grupos pueden ser liberados por el simple contacto con agua destilada mejor que los grupos funcionales fijados a la superficie. Una relación inversa ha sido hallada entre la capacidad de adsorción y la acidez de la superficie. (García & Granillo, 2016, pág. 36)

2.1.8.2. *Tiempo de contacto.*

Un suficiente tiempo de contacto es requerido para que puedan interactuar las moléculas de la sustancia que se adsorbe con el sólido adsorbente y se logre alcanzar el equilibrio, maximizando la eficiencia de adsorción. (García & Granillo, 2016, pág. 36)

2.1.8.3. *Densidad aparente.*

Soto (2007) citado por García & Granillo (2016, pág. 35) indicar que es el peso en g/cm^3 de carbón totalmente seco en aire, es decir incluye el volumen de los poros y el de los espacios entre las partículas. Esta variable es la base para establecer el volumen de cama necesaria para una masa de carbón activo granular. También sirve como referencia para la identificación de carbones activos de calidad, ya que densidades mayores entregan un mejor volumen de actividad.

2.1.8.4. *Tamaño de partículas.*

“Soto (2007) indica que tamaños menores proveen radios de adsorción más rápidos el cual reduce la cantidad de tiempo de contacto requerida. Cuanto más fino es el tamaño de las partículas de un determinado carbón activado, mejor es el acceso al área superficial y más rápida es la tasa de cinética de absorción. En sistemas de fase vapor, esto se debe considerar



junto con la caída de presión, que afecta los costos energéticos. Una elección cuidadosa del tamaño de las partículas puede proveer significativos beneficios operativos.” (García & Granillo, 2016, pág. 37)

2.1.8.5. Dureza.

Mide la resistencia al agotamiento de los carbones activados y es un indicador importante para mantener su integridad física, mantener las fuerzas friccionales impuestos por repercusiones, etc. Según Soto (2007), existen varios métodos para evaluarla, aunque desafortunadamente ninguno de ellos simula las condiciones reales que provocan la erosión y el rompimiento del carbón en las diferentes etapas de su uso.

2.1.8.6. Contenido de ceniza.

García (2013) citado por García & Granillo (2016, pág. 37) define al contenido de cenizas como el residuo que queda después de calcinar el carbón a 650 °C hasta llegar a peso constante. Es un indicador de la calidad del carbón consumido. Reduce toda la actividad del carbón activado y la eficiencia de reactivación, la cantidad y composición de las mismas puede influir en la adsorción y en ciertas propiedades del carbón activo.

2.1.8.7. Materias solubles en Agua.

Hernández, Otero, Falcón & Yperman (2017) citado por García & Granillo (2016, pág. 37) afirman que son las cenizas (y/o materia inorgánica) que se disuelven en agua. En ciertas aplicaciones el producto tratado se puede ver afectado por la cantidad y el tipo de estas sustancias. En caso de tratamientos de agua esta propiedad puede cobrar importancia cuando afecta al pH, siendo una estimación de la pureza de los carbones activados en relación a las sustancias extractables en estos medios.

2.1.9. Índices asociados a los carbones activados

2.1.9.1. Índice de yodo.



“García (2013) menciona que es el parámetro fundamental usado para caracterizar el funcionamiento del carbón activado, mide el nivel de actividad (números más grandes indican mayor grado de activación). Es equivalente al área de superficie del carbón activado en m²/g, esto se debe a que el yodo se adsorbe con mucha eficiencia en una capa monomolecular y su tamaño le permite alojarse hasta en los poros más pequeños en los que es llevado a cabo la adsorción. El yodo disminuye en proporción al grado de saturación del carbón activado, por lo tanto, también puede utilizarse para estimar el tiempo de vida útil que resta a un carbón en uso. (García & Granillo, 2016, pág. 38)

2.1.9.2. Índice azul de metileno.

Padrón, Rodríguez & Gómez (2013) citado por García & Granillo (2016, pág. 38) infieren en que el índice de yodo facilita la medida de la estructura de mesoporos. El azul de metileno es una de las moléculas más reconocidas de prueba para valorar la capacidad de remoción de los carbones para tamaños moderados de las moléculas a ser adsorbidas (tamaño de la molécula $\geq 1,5$ nm)

La disolución de azul de metileno, es mezclada con el carbón activado y agitado 200 rpm a temperatura ambiente. Después que el equilibrio es alcanzado, la disolución se filtra y la concentración de azul de metileno se determina mediante espectrofotometría, midiendo la absorbancia a 668 nm. La masa adsorbida en el carbón es calculada según:

$$q_e = \frac{(C_o - C_e)V}{m} \quad \text{Ec.6}$$

Donde:

q_e = Masa adsorbida del azul de metileno en el carbón.

C_o y C_e = Concentraciones del colorante (mg/L) al inicio y en el equilibrio respectivamente.

V: Volumen de la solución acuosa (L).

m: Masa del carbón activado usado.



2.1.9.3. Índice de melaza.

Herrera (2004) citado por García & Granillo (2016, pág. 39) brinda la medida de la estructura de macroporos y es un índice importante para la decoloración. Este método es aplicable a cualquier tipo de carbón activo y se basa en la comparación de las mediciones de absorbancia entre una solución de azúcar cruda tratada con carbón activo y una solución de azúcar crudo sin carbón activado, mediante un espectrofotómetro. Con este ensayo se pretende formar una representación de la cantidad de macroporos de los macroporos con tamaño similar al de la molécula de azúcar. Se expresa como el porcentaje de decoloración de la muestra obtenido mediante la medición de la absorbancia de un fotocolorímetro.



2.2. Antecedentes

Para el estudio, se tomó como punto de partida los resultados obtenidos en investigaciones realizadas anteriormente con un objeto similar, para tener en cuenta las concepciones de otros autores con respecto al tema de investigación.

Internacionales

En 2011, Ardilla y Carreño en Colombia implementaron un tratamiento térmico para la modificación química de la superficie de la cascara de la mazorca de cacao. Primero se realizaron una disminución de tamaño del material, luego en un recipiente cerrado inyectaron temperatura a 200 °C por 2 horas. Posterior a 500 °C por 1 hora para la deshidratación y pérdidas de volátiles, el material lo lavaron con agua destilada y secaron a 150 °C por 1 hora hasta obtener el adsorbente. Las pruebas de adsorción de soluciones de azul de metileno de 50 ppm y sulfato de cobre 1 000 ppm presentaron una remoción de más del 99% del adsorbato en 10 minutos y 20 minutos, respectivamente. En el caso de soluciones de hierro, cromo y níquel observaron remociones del 99%, 43% y 88%, respectivamente en 60 minutos. (Ardila & Carreño, 2011)

En 2014, Goncalves y colaboradores en Ámsterdam realizaron análisis FTIR de los carbones obtenidos preparados a partir de cáscara de cacao para evaluar la adsorción de proteínas de suero, e indican que el resultado de impregnación con H_3PO_4 mejora las propiedades texturales debido a la acción de este agente químico que favorece la descomposición pirolítica del material inicial y la formación de estructuras reticuladas, así mismo favoreciendo la adsorción de la proteína ∞ -lactalbúmina. (Pereira, y otros, 2014)

En 2015, Saucier y colaboradores en España evaluaron carbón activado a partir de residuos de cáscara de cacao en la eliminación de fármacos como diclofenaco de sodio y nimesulida, las áreas cercanas que obtuvieron son de 500 m²/g, a un pH neutro con una eficiencia del 95,58%. (Saucier, y otros, 2015)



Nacionales

A nivel nacional no se encontraron publicaciones relacionadas al tema específico de investigación. Solamente informes de investigación a nivel de grado sobre carbón activado elaborado a partir de residuos agroindustriales o biomasa lignocelulósica, diferentes a la cáscara de cacao.



2.3. Preguntas directrices

En base al planteamiento del problema y su delimitación surgen las preguntas o directrices de investigación:

1. ¿Cuáles son los factores y condiciones de preparación del carbón activado?
2. ¿Cuáles son las áreas superficiales y valores de calidad de los carbones activados preparados?
3. ¿Cuál es el efecto de los factores en el área superficial y parámetros de calidad del carbón activado de mazorca de cacao criollo (Theobroma cacao L.)?

Capítulo III



Área superficial y parámetros de calidad del carbón activo de mazorca de cacao criollo (*Theobroma cacao L.*) obtenido bajo tres factores de preparación en variación, Departamento de Química, UNAN-Managua, Enero-Abril 202

3.1. Diseño metodológico

3.1.1. Descripción del ámbito de estudio.

El ámbito de estudio a nivel geográfico corresponde al Departamento de Química, Recinto Universitario “Rubén Darío” de la Universidad Nacional Autónoma de Nicaragua, Managua (UNAN-Managua) ubicada de la Rotonda Universitaria Rigoberto López Pérez, 150 metros al Este.

El área tecnológica del presente estudio corresponde a las líneas de investigación de la carrera de Química Industrial. Específicamente en el *área de formación académica procesos industriales, línea de investigación producción industrial y tema de interés síntesis y desarrollo de nuevos materiales químicos, agroquímicos y alimenticios a partir de materia prima orgánica.*

3.1.2. Tipo de estudio.

De acuerdo al nivel inicial de profundidad del conocimiento es *descripción* puesto que se realiza una descripción de las variables en estudio, con el propósito de hacer énfasis en el comportamiento de los parámetros de preparación y las propiedades del carbón activado.

De acuerdo, al tiempo de ocurrencia de los hechos y registro de la información, el estudio es *prospectivo*, puesto que los datos fueron obtenidos durante la investigación únicamente basados en la experimentación de los parámetros y niveles dirigido a su efecto en las propiedades del carbón preparado. Por el período y secuencia del estudio es *transversal* puesto que la investigación se realizó en un solo momento o periodo de tiempo. (Canales, Alvarado, & Pineda, 1996).

3.2. Población y muestra

3.2.1. Población.

La población corresponde a una parte del universo que se desea estudiar, en base al tema de investigación y las variables la población está definida por todos los carbones activados elaborados a partir de los residuos agroindustriales a nivel nacional.



3.2.2. Muestra.

La muestra es una parte de la población que se aísla para ser estudiada, bajo este concepto se define como la muestra de investigación los carbones activados a partir de la cascará de la mazorca de cacao criollo (*Theobroma cacao L.*) a nivel de laboratorio en condiciones de experimentación.

3.2.2.1. Criterios de inclusión.

Los criterios de inclusión en una investigación son los parámetros que definen las características globales de la muestra, los cuales corresponden a:

- a. Carbón activado preparado en base a corridas con diseño de experimento Taguchi.
- b. Evaluación de características físicas y químicas de carbon activado a base de la cascará de la mazorca de cacao criollo (*Theobroma cacao L.*)

3.2.2.2. Criterios de exclusión.

Los criterios de exclusión en una investigación son los parámetros que definen las características que no son necesarias en la muestra, los cuales corresponden a:

- a. Carbón activado con métodos físicos.
- b. Carbón activado de origen diferente al cacao.

3.3. Variables

3.3.1. Variables independientes.

Las variables independientes se conocen como las condiciones o parámetros que serán manipulados por los investigadores, en la presente investigación corresponden a las siguientes:

- a. Tiempo de carbonización.
- b. Concentración de ácido fosfórico.



Área superficial y parámetros de calidad del carbón activo de mazorca de cacao criollo (Theobroma cacao L.) obtenido bajo tres factores de preparación en variación, Departamento de Química, UNAN-Managua, Enero-Abril 202

c. Temperatura de carbonización.

3.3.2. Variable dependiente.

La variable dependiente se conoce como el problema, situación o fenómeno que debe ser resuelto por los investigadores, en la presente investigación corresponde a la siguiente:

- a. Área superficial y parámetros de calidad del carbón activo de mazorca de cacao criollo (*Theobroma cacao L.*).

3.4. Materiales

3.4.1. Materiales para recolectar información.

La recolección de información para sustentar y concretar el desarrollo de la investigación se realizó mediante las siguientes fuentes, materiales y herramientas de investigación:

- ☞ Libros.
- ☞ Monografías y seminarios.
- ☞ Artículos científicos.
- ☞ Publicaciones de sitio web.
- ☞ Fichas de citas textuales.

3.4.2. Materiales para procesar la información.

La información fue presentada por medio de tablas, gráficos, diagrama de flujos y equipos. La información fue procesada con la ayuda de los siguientes softwares:

- ☞ Microsoft Word 2019 versión 16.1.6746.2048: Tablas, Flujograma, trabajo escrito.
- ☞ Microsoft Power Point 2019 versión 16.1.6746.2048: Imágenes, figuras, diapositivas.
- ☞ Visio Versión 2016. Diagramas de: Flujo, Bloque y equipo.
- ☞ Materiales de laboratorio.
- ☞ Instrumentos analíticos.
- ☞ Cristalería.



3.5. Métodos

3.5.1. Método de investigación.

El método de investigación empleado en este estudio corresponde a un *enfoque cuantitativo*, puesto que se llevaron las variables de estudio a experimentación para su manipulación y analizar el efecto de las mismas sobre el problema de investigación. Con un *método inductivo* el cual genera premisas generales a partir de fenómenos individuales.

3.5.2. Diseño de experimento Taguchi.

El método Taguchi es una herramienta diseñada para controlar y mejorar la calidad de los productos. Utiliza la estadística para establecer unos límites de control que garantizan un mínimo de calidad en los productos y desechar aquellos que no cumplan con ella. En base a la bibliografía y selección intencionada del investigador de la investigación se presentan los intervalos de valores (bajo, medio y alto) para las condiciones de preparación del carbón activado ya elaborado por otro autor y proporcionado para esta investigación, las cuales se presentan en conjunto con el orden experimental expresado por el diseño de experimento en la siguiente tabla.

Tabla 3.1.

Corridas experimentales.

#	[H ₃ PO ₄] %	T° Carbonización °C	Tiempo de Carbonización Minutos
1	30	600	30
2	28	600	60
3	25	600	120
4	28	500	30
5	25	500	60
6	30	500	120
7	25	300	30



8	30	300	60
9	28	300	120

Autor: (Prado, 2022).

3.5.3. Determinación del área superficial mediante la norma mexicana NMX-F296-SCFI-2011 (Índice de yodo)

Los reactivos a emplear son: Ácido clorhídrico, Yodo, Tiosulfato de sodio, Yodato de potasio (estándar), Carbón, Cloruro de sodio, Ácido acético glacial y Agua destilada. Dentro de los equipos se encuentran: Balanza y Plancha de calentamiento; los materiales son Matraz Erlenmeyer 250 mL, Pipeta volumétrica 10, 20, 50 mL, Bureta, Papel filtro, Embudo de talla corto, Matraz Erlenmeyer 125 mL, Espátula, Pinza para bureta, Soporte universal, Matraz aforado de 1 L, Frascos opacos, Frascos color ámbar y Vasos de precipitación. Las soluciones a preparar corresponden al Ácido clorhídrico al 5% en peso, Yodo al 0,1 N almacenado en frasco ámbar, Yodato de potasio 0,1N en frasco opaco y Tiosulfato de sodio 0,1 N.

El procedimiento a seguir comprende en los siguientes pasos:

1. Agregar 3 diferentes masas (1; 1,5 y 2 gramos) de carbón activado seco en 3 matraces de 250 mL respectivamente con tapón de vidrio esmaltado.
2. Colocar 10 mL de la solución de HCl al 5% en cada matraz que contenga carbón activado, tapar el matraz y agitar suavemente hasta que el carbón este completamente humedecido.
3. Aflojar los tapones para ventilar los matraces y colocarlos en la plancha de calentamiento en una campana extractora de gases y dejar hervir el contenido por 30 segundos.
4. Retirar los matraces de la plancha de calentamiento y dejarlos enfriar a temperatura ambiente.
5. Agregar 100 mL de solución de yodo en cada matraz y agitar el contenido vigorosamente durante 30 segundos.
6. Filtrar rápidamente la mezcla por gravedad en un vaso de precipitación a través del papel filtro doblado.



Área superficial y parámetros de calidad del carbón activo de mazorca de cacao criollo (Theobroma cacao L.) obtenido bajo tres factores de preparación en variación, Departamento de Química, UNAN-Managua, Enero-Abril 202

7. Para cada filtración usar los primeros 20 a 30 mL para enjuagar una pipeta y desechar las porciones de enjuague, los filtrados restantes serán recolectados en otros vasos de precipitación.
8. Agitar cada filtrado y tomar 50 mL de cada uno de ellos.
9. Valorar cada filtrado con una solución estandarizada de tiosulfato de sodio hasta que una gota produzca una solución incolora.
10. Registrar el volumen de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_2$ utilizado.

Nota: Si las normalidades no están dentro del rango de 0,008 N o 0,04 N, repetir el procedimiento usando diferentes pesos de carbón activado.

La fórmula inicial para despejar la relación X/C (yodo adsorbido por gramo de carbón) a emplear es:

$$X/C = [A - (DF) (B) (S)]/M$$

En donde:

M: Peso del carbón activado (g) ($m_{\text{Carbón}}$)

DF: Factor de dilución según norma ASTM D 4607 $\rightarrow DF = \frac{I+H}{F}$

B (tiosulfato residual): $N_{\text{tiosulfato de sodio}} * 126.93$

A (concentración residual de yodo): $N_{\text{I}_2} * 126963$

S: $V_{\text{tiosulfato de sodio}}$

Se debe calcular el valor de C (Normalidad del filtrado residual):

$$C = \frac{N_{\text{tiosulfato de sodio}} * S}{F}$$

Donde:

F: Volumen filtrado que corresponde a 50 mL.

El factor de dilución corresponde a $DF = \frac{I+H}{F}$.



Área superficial y parámetros de calidad del carbón activo de mazorca de cacao criollo (Theobroma cacao L.) obtenido bajo tres factores de preparación en variación, Departamento de Química, UNAN-Managua, Enero-Abril 202

Su fundamento es una isoterma de adsorción en tres puntos, a una solución de yodo con tres pesos diferentes de carbón activado en condiciones especificadas. Las soluciones tratadas de carbono se filtran para separar el carbono de la solución de yodo tratado. El yodo que queda en la solución se mide por titulación. La cantidad de yodo eliminado por gramo de carbono se determina para cada dosis de carbono y los datos resultantes se utilizan para trazar la isoterma de adsorción. La cantidad de yodo adsorbido (en miligramos) por gramo de carbono a una concentración de yodo residual de 0,02 N se expresa como el número de yodo.

3.5.4. Método de prueba estándar para Contenido Total de Ceniza de carbón activo (ASTM D2866-11).

El procedimiento consiste en forma sintetizada consiste en preparar crisoles a peso constante como se indica en el método estándar (anexo 4), posterior se realiza lo siguiente:

1. Tomar tres muestras de 1 gramo cada una pesada exactamente del mismo carbón activado previamente secado, en los crisoles previamente llevados a peso constante.
2. Se colocan los crisoles con las muestras en una mufla a temperatura de 650 °C durante un período de tiempo 3 horas.
3. Transcurrido el tiempo los crisoles se enfrían a temperatura ambiente en un desecador y se vuelven a pesar hasta llegar a peso constante, esto se realiza para cada muestra de carbón activado.
4. El peso del carbono incinerado se expresó como un porcentaje del peso de la muestra original de carbono, con la siguiente formula:

$$\% \text{ Cenizas} = \frac{m_{\text{crisol+ceniza}} - m_{\text{crisol}}}{m_{\text{crisol+muestra}} - m_{\text{crisol}}} * 100$$

3.5.5. Método de prueba estándar para materias solubles en agua de carbón activo (ASTM D5029-98 /2014).



Para la determinación de materias solubles en agua de carbón activado (anexo 5), se realizan los siguientes pasos por triplicado para cada muestra de carbón:

1. En un matraz se colocan 5 gramos de muestra de carbón.
2. Se adicionan 50 mL de agua destilada y se colocó en un aparato de reflujo de tipo II.
3. La mezcla se hirvió a reflujo durante 15 min.
4. El carbono se separa por filtración.
5. Se extrae una alícuota de 25 mL del filtrado para llevarla a evaporación a una temperatura de 150 °C.
6. El contenido de materias solubles en agua se determinó pesando el residuo seco y expresando el resultado como un porcentaje del peso de carbono seco.

Empleando la siguiente formula:

$$\% \text{ Solubles en agua} = \frac{(B - A) * D * 100}{C * E}$$

Donde:

A es la masa de capsula de evaporación, B la masa de capsula de evaporación más residuo, C es masa de carbono, D el volumen de agua utilizado en la extracción y E el volumen de la alícuota empleada.

3.5.6. Determinación del punto de carga cero (PZC, por sus siglas en inglés Point Charge Zero).

Este método se conoce también como Adición de la sal, se siguen los pasos descritos por Mustafa, Dilara, Nargis, Naeem, & Shahida (2002):

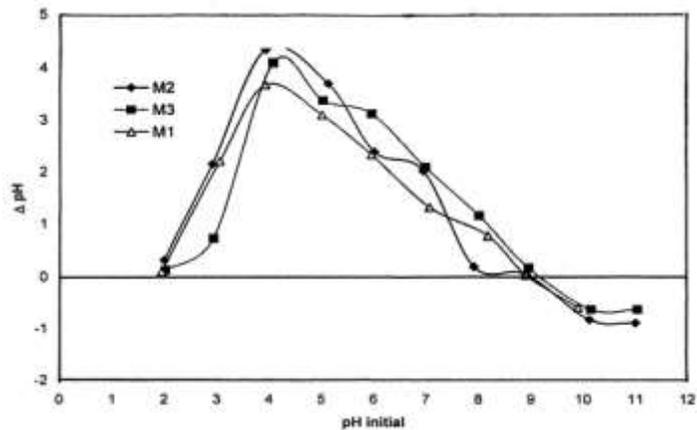
1. Preparar 1 litro de solución de NaNO₃ 0,1 M a 293 K.
2. Medir 40 mL de la solución preparada y colocarlos en matraces Erlenmeyer.
3. Ajustar el pH de estas soluciones a diferentes valores de pH: 7 y 8, utilizando soluciones de NaNO₃ y NaOH.



*Área superficial y parámetros de calidad del carbón activo de mazorca de cacao criollo (*Theobroma cacao* L.) obtenido bajo tres factores de preparación en variación, Departamento de Química, UNAN-Managua, Enero-Abril 202*

4. Medir el pH de estas soluciones con un pHmetro, este es el pH inicial (pH_i).
5. Pesarse 0,2 g (200 mg) de muestra (sólido adsorbente, carbón activado).
6. Añadir los 200 mg de muestra en cada uno de los erlenmeyer que contienen el pH_i ajustado.
7. Agitar los matraces utilizando un agitador magnético durante 24 horas, a temperatura ambiente.
8. Después de las 24 h de agitación, medir el pH final (pH_f).
9. La diferencia entre el pH inicial y final es el potencial de carga cero $\Delta\text{pH} = \text{pH}_i - \text{pH}_f$.
10. Graficar ΔpH vs pH_i como se muestra en la Figura 4.1.

Figura 4.1. Gráfico del punto de carga cero (PZC).



3.5.7. Determinación de densidad aparente en carbón activado por el método estándar ASTM D-2854-09.

El método se presenta en el anexo 6, el procedimiento es el siguiente:

1. Se emplea una probeta graduada de 25 mL, lavar con metanol concentrado y llevar a secado con corriente de aire hasta peso constante.
2. Pesarse en la probeta y anotar el peso.
3. Agregar a la probeta previamente tarada 5 gramos de carbón activado obtenido que enrase los 15 ml de la probeta o hasta la máxima marca de la misma.



Área superficial y parámetros de calidad del carbón activo de mazorca de cacao criollo (Theobroma cacao L.) obtenido bajo tres factores de preparación en variación, Departamento de Química, UNAN-Managua, Enero-Abril 202

4. Anotar el peso de la muestra más el peso de la probeta.
5. Sobre una superficie de madera colocamos una toalla y procedemos a dar 100 golpes sobre la toalla.
6. Anotar el volumen que ha quedado después de los 100 golpes será nuestro Volumen (V).

Realizar los cálculos de la densidad aparente en base a las siguiente formula, donde la D_a es la densidad aparente, m_{p+m} es la masa de la probeta con la muestra, m_{pv} es la masa de la probeta vacía y V es el volumen:

$$D_a = \frac{m_{p+m} - m_{pv}}{V}$$

Capítulo IV



4.1. Análisis de resultados

4.1.1. Índice de yodo.

Se estandarizaron las soluciones de yodo y tiosulfato de sodio donde las concentraciones son 0,098 N y 0,1 N respectivamente, luego se calculó el factor de dilución de la siguiente forma:

$$DF = \frac{I + H}{F} \quad \begin{array}{l} DF = \text{factor de dilución} \\ I = \text{yodo en mL} \\ H = \text{HCl al 5\% en mL} \\ F = \text{Filtrado en mL} \end{array}$$
$$DF = \frac{100 \text{ mL} + 10 \text{ mL}}{50 \text{ mL}} = 2,2$$

Se procede a calcular:

$$*C \text{ con la fórmula} = C = \frac{N_{\text{tiosulfato de sodio}} * S}{F} \cong \left\{ \frac{V_{\text{tiosulfato de sodio}} * N_{\text{tiosulfato de sodio}}}{V_{I_2}} \right\}$$

Donde C, es la normalidad residual del filtrado.

*Relación X/M con

$$X/C = [A - (DF) (B) (S)]/M$$
$$\cong$$
$$\left\{ \frac{(N_{I_2} * 126963) - (DF * N_{\text{tiosulfato de sodio}} * 126.93 * V_{\text{sulfato de sodio}})}{m_{\text{Carbón}}} \right\}$$

Ejemplo de cálculo:

Carbón 1, masa 1.

$$C = \left\{ \frac{14,2 \text{ mL} * 0,1 \text{ N}}{50 \text{ mL}} \right\}$$

$$C = 0,028 \text{ N}$$

$$X/M = \left\{ \frac{(0,098 * 126963) - (2,2 * 0,1 * 126.93 * 14,2)}{2} \right\}$$

$$X/M = 419,431 \text{ mg/g}$$



Carbón 1, masa 2.

$$C = \left\{ \frac{16,5 \text{ mL} * 0,1 \text{ N}}{50 \text{ mL}} \right\}$$

$$C = 0,032 \text{ N}$$

$$X/M = \left\{ \frac{(0,098 * 126963) - (2,2 * 0,1 * 126,93 * 16,5)}{1,5} \right\}$$

$$X/M = 442,118 \text{ mg/g}$$

Carbón 1, masa 3.

$$C = \left\{ \frac{19,5 \text{ mL} * 0,1 \text{ N}}{50 \text{ mL}} \right\}$$

$$C = 0,038 \text{ N}$$

$$X/M = \left\{ \frac{(0,098 * 126963) - (2,2 * 0,1 * 126,93 * 19,5)}{1} \right\}$$

$$X/M = 472,542 \text{ mg/g}$$

Tabla 4.1.

Concentración de yodo en equilibrio en tres puntos para los 9 carbones preparados.

#Carbón	Masa g	Volumen I ₂ mL	Volumen HCl 5% mL	Volumen Na ₂ S ₂ O ₃ mL	N (yodo)	N (Na ₂ S ₂ O ₃)	C	X/M mg/g
1	2	50	10	14,2	0,098	0,1	0,028	419,431
	1,5	50	10	16,5	0,098	0,1	0,032	442,118
	1	50	10	19,5	0,098	0,1	0,038	472,542
2	2	50	10	13,1	0,098	0,1	0,026	434,629
	1,5	50	10	15,5	0,098	0,1	0,031	457,996
	1	50	10	18,0	0,098	0,1	0,036	486,912
3	2	50	10	7,6	0,098	0,1	0,015	509,618
	1,5	50	10	9,8	0,098	0,1	0,019	544,947
	1	50	10	13,7	0,098	0,1	0,027	601,710



Propiedades físicas y químicas del carbón activo de mazorca de cacao criollo (Theobroma cacao L.) obtenido bajo tres factores de preparación en variación, Departamento de Química, UNAN-Managua, Enero-Abril 2022

4	2	50	10	8,4	0,098	0,1	0,016	498,847
	1,5	50	10	11,0	0,098	0,1	0,022	527,935
	1	50	10	15,1	0,098	0,1	0,030	592,550
5	2	50	10	12,9	0,098	0,1	0,025	437,628
	1,5	50	10	16,0	0,098	0,1	0,032	450,166
	1	50	10	17,5	0,098	0,1	0,035	495,695
6	2	50	10	16,0	0,098	0,1	0,032	395,444
	1,5	50	10	17,6	0,098	0,1	0,035	425,049
	1	50	10	20,8	0,098	0,1	0,041	435,967
7	2	50	10	14,4	0,098	0,1	0,028	417,771
	1,5	50	10	16,5	0,098	0,1	0,033	442,180
	1	50	10	19,3	0,098	0,1	0,038	453,060
8	2	50	10	7,6	0,098	0,1	0,013	509,440
	1,5	50	10	11,2	0,098	0,1	0,020	524,980
	1	50	10	14,3	0,098	0,1	0,025	574,350
9	2	50	10	16,0	0,098	0,1	0,032	395,444
	1,5	50	10	16,0	0,098	0,1	0,032	450,166
	1	50	10	19,3	0,098	0,1	0,038	453,066

Fuente: Autora.

Número I_2 con $\{Y = m * 0,02 \text{ mg/g} + b\}$ en cualquier punto de la recta.

Los valores de las pendientes e intercepto calculadas para los tres puntos de cada carbón se encuentran en las gráficas presentes en el anexo 3.

Área superficial con $\{\text{Número de } I_2 + 100 \text{ m}^2/\text{mg}\}$

Ejemplo de cálculo:

Carbón 1.



$$\text{Número } I_2 = m * 0,02 \text{ mg/g} + b$$

$$\text{Número } I_2 = 5338,1 * 0,02 \text{ mg/g} + 294,01$$

$$\text{Número } I_2 = 400,772 \text{ mg/g}$$

$$\text{Área superficial} = \text{Número de } I_2 + 100 \text{ m}^2/\text{mg}$$

$$\text{Área superficial} = 400,772 \text{ mg/g} + 100 \text{ m}^2/\text{mg}$$

$$\text{Área superficial} = 500,772 \text{ m}^2/\text{g}.$$

Tabla 4.2.

Numero de yodo y área superficial de cada carbón activado.

# Carbón	Índice de yodo mg/g	Área Superficial m ² /g
1	400,772	500,772
2	378,124	478,124
3	546,582	646,582
4	518,558	618,558
5	399,204	499,204
6	355,998	455,998
7	378,402	478,402
8	526,634	626,634
9	377,333	477,333

Fuente: Autora.

El área superficial se denomina como la extensión de la superficie de los poros desarrollada dentro de la matriz del carbón activado, este es el indicador primario del nivel de actividad, asumiendo que, a mayor área superficial, mayor número de puntos de adsorción disponibles.

En base a los resultados del área superficial calculados para los carbones experimentales, sus valores ascienden a partir de los 477 m²/g, es decir que los carbones cuentan con mayores puntos de adsorción, siendo los mejores las numero 3, 8 y 4. Estos resultados se compararon con las especificaciones establecidas por la norma ASTM D-4607 donde el índice de yodo oscila entre 500-1200 mg/g de carbón activado.

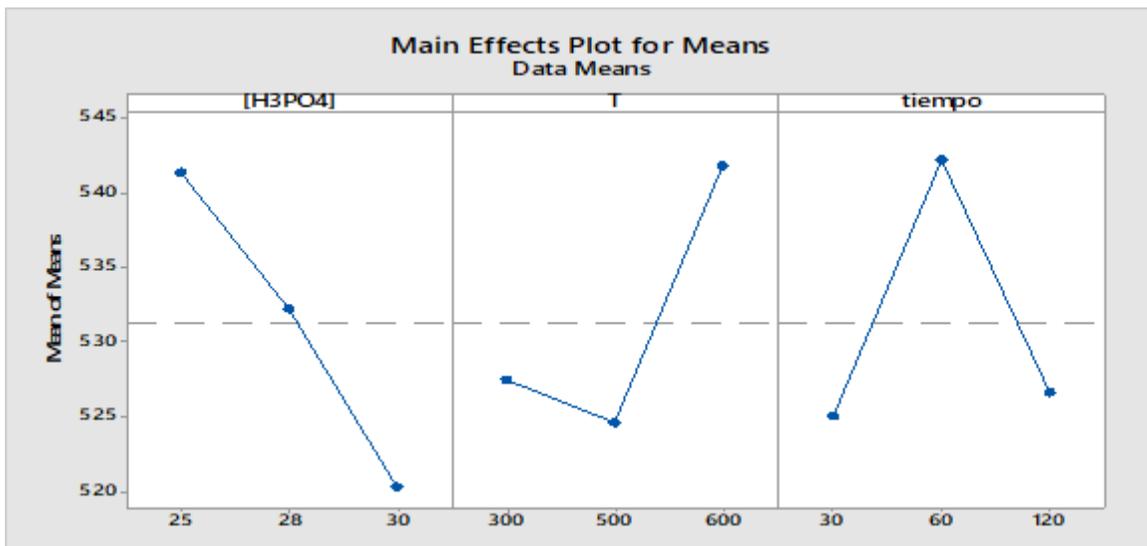


El índice de yodo es un parámetro importante para indicar la calidad del carbón activado obtenido ya que mientras más alto es este valor mayor capacidad de adsorción tendrá. El índice de yodo es directamente proporcional al área superficial ya que el yodo se aloja en los poros más pequeños en los que se lleva a cabo la adsorción, en nuestro caso siendo el carbón activado número 3 el que tuvo mayor capacidad de adsorción por tener una mayor cantidad de área superficial y tener mayor cantidad de micro poros, a pesar que 5 de los carbones obtenidos están por debajo del rango establecido por la norma.

4.1.2. Efecto de los factores (concentración de ácido fosfórico, tiempo y temperatura de carbonización) en el área superficial del carbón activado de la cáscara de mazorca de cacao criollo (Theobroma cacao L.)

En relación a la estimación según variable respuesta con el diseño de experimento, donde las variables experimentales fueron: tiempo de carbonización, temperatura de carbonización y concentración del ácido fosfórico en porcentaje, se estima la mejor corrida experimental, en base a la gráfica 4.1.

Grafica 4.1. Efectos principales para la variable respuesta área superficial (m^2/g).



Como se observa en la gráfica y los puntos de dispersión en base a la variable respuesta, los mejores valores o condiciones de preparación de carbón activado de la cáscara de la mazorca de cacao, y, obtener la mejor área superficial y por ende una mayor capacidad de adsorción corresponde a los puntos superiores de 25% en concentración de ácido fosfórico,



una temperatura de 600 °C y un tiempo de carbonización de 60 minutos. Acercándose los valores al experimento número tres establecido por Taguchi.

4.1.3. Contenido total de ceniza de carbón activo.

Los resultados de las determinaciones de cenizas se presentan en la tabla 4.3, a continuación, se indica un ejemplo del cálculo en función de la primera prueba en el carbón activado 1:

$$\% \text{ Cenizas} = \frac{m_{\text{crisol+ceniza}} - m_{\text{crisol}}}{m_{\text{crisol+muestra}} - m_{\text{crisol}}} * 100$$

$$\% \text{ Cenizas} = \frac{16,87 \text{ g} - 16,58 \text{ g}}{17,58 \text{ g} - 16,58 \text{ g}} * 100$$

$$\% \text{ Cenizas} = 29$$

Promedio de cenizas para el carbón 1:

$$\overline{\% \text{ Cenizas}} = \frac{P_1 + P_2 + P_3}{3}$$

$$\overline{\% \text{ Cenizas}} = \frac{29 + 23 + 24}{3}$$

$$\overline{\% \text{ Cenizas}} = 25$$

Tabla 4.3

Resultados de porcentaje de ceniza en las muestras de carbón activado.

Carbón Activado	Crisol (g)	Masa C + crisol (g)	Masa carbón (g)	Crisol + Masa Seca (g)	% Cenizas	$\overline{\% \text{ Cenizas}}$
1	16,58	17,58	1	16,87	29	25
	16,34	17,34	1	16,57	23	
	16,5	17,5	1	16,74	24	



Propiedades físicas y químicas del carbón activo de mazorca de cacao criollo (Theobroma cacao L.) obtenido bajo tres factores de preparación en variación, Departamento de Química, UNAN-Managua, Enero-Abril 2022

2	19,19	20,19	1	19,47	28	30
	19,4	20,4	1	19,68	28	
	18,7	19,7	1	19,05	35	
3	14,04	15,04	1	14,04	0	6
	14,44	15,44	1	14,53	9	
	14,19	15,19	1	14,28	9	
4	18,7	19,7	1	18,78	8	13
	19,77	20,77	1	19,92	15	
	19,59	20,59	1	19,75	16	
5	15,86	16,86	1	15,97	11	16
	15,08	16,08	1	15,28	20	
	15,56	16,56	1	15,72	16	
6	19,83	20,83	1	20,01	18	17
	18,91	19,91	1	19,1	19	
	19,27	20,27	1	19,42	15	
7	16,22	17,22	1	16,38	16	17
	16,17	17,17	1	16,34	17	
	16,63	17,63	1	16,81	18	
8	15,64	16,64	1	15,78	14	15
	15,59	16,59	1	15,73	14	
	15,15	16,15	1	15,31	16	
9	15,86	16,86	1	15,97	11	16
	15,08	16,08	1	15,28	20	
	16,22	17,22	1	16,38	16	

Fuente: Autora.

Las cenizas son las materias inorgánicas que no combustionan durante la activación química, por lo que, su presencia afecta directamente el desempeño del carbón activado como material adsorbente, disminuyendo la eficiencia de reactivación del mismo. Por lo que su determinación nos indica que tan adsorbente puede ser el carbón activado, indicando directamente la calidad del mismo, según las normas AWWA el contenido de ceniza de un



carbón no debe superar el 15%. En base a los resultados presentes en la tabla 4.3, el promedio de cenizas en los carbones 3, 4 y 8 son los que cumplen este indicador, siendo el resto incumplidos en el parámetro de calidad.

4.1.4. Materias solubles en agua de carbón activo.

Los resultados para materia soluble en cada uno de los carbones se presentan en la tabla 4.4, el procedimiento de cálculo se detalla con un ejemplo aplicado al carbón 1, a continuación:

Muestra 1, carbón 1

$$\% \text{ Materias Solubles en agua} = \frac{(B - A) * D * 100}{C * E}$$

$$\% \text{ Materias Solubles en agua} = \frac{(35,5 - 35,12) * 50 * 100}{5 * 25}$$

$$\% \text{ Solubles en agua} = 15,2$$

Promedio de materias solubles para el carbón 1:

$$\overline{\% \text{ Materias Solubles}} = \frac{M_1 + M_2 + M_3}{3}$$

$$\overline{\% \text{ Materias Solubles}} = \frac{15,2 + 4,8 + 23,2}{3}$$

$$\overline{\% \text{ Materias Solubles}} = 14$$

Tabla 4.4

Materias solubles promedia para cada carbón activado.

Carbón Activado	Muestra	Volumen agua mL	Alícuota agua mL	Masa del carbón g	Peso inicial (crisol vacío) g	Peso final g	% Materia soluble	Promedio
------------------------	----------------	------------------------	-------------------------	--------------------------	--------------------------------------	---------------------	--------------------------	-----------------



Propiedades físicas y químicas del carbón activo de mazorca de cacao criollo (Theobroma cacao L.) obtenido bajo tres factores de preparación en variación, Departamento de Química, UNAN-Managua, Enero-Abril 2022

1	1	50	25	5	35,12	35,5	15,2	14
	2	50	25	5	36,5	36,62	4,8	
	3	50	25	5	36,32	36,9	23,2	
2	1	50	25	5	35,21	35,76	22	19
	2	50	25	5	36,51	36,83	12,8	
	3	50	25	5	36,32	36,9	23,2	
3	1	50	25	5	37,09	37,15	2,4	3
	2	50	25	5	37,86	37,98	4,8	
	3	50	25	5	37,11	37,15	1,6	
4	1	50	25	5	47,68	47,69	0,4	4
	2	50	25	5	46,55	46,82	10,8	
	3	50	25	5	46,65	46,69	1,6	
5	1	50	25	5	36,5	36,62	4,8	21
	2	50	25	5	36,32	36,9	23,2	
	3	50	25	5	36,1	37	36	
6	1	50	25	5	45,68	46,36	27,2	24
	2	50	25	5	4,8	46,31	20,4	
	3	50	25	5	46,32	46,9	23,2	
7	1	50	25	5	47,23	47,54	12,4	21
	2	50	25	5	47,84	48,77	37,2	
	3	50	25	5	47,56	47,9	13,6	
8	1	50	25	5	46,09	46,27	7,2	5
	2	50	25	5	45,03	45,21	7,2	
	3	50	25	5	46,78	46,82	1,6	
9	1	50	25	5	47,23	48,09	34,4	24
	2	50	25	5	47,3	47,52	8,8	
	3	50	25	5	47,01	47,7	27,6	

Fuente: Autora.

Para realizar la clasificación del carbón activado en función de las materias solubles en agua, se toma como referencia LENNSORB 101 producido por LENNTECH, el cual



establece que el porcentaje de materias solubles debe estar por debajo del 5%. (LENNTECH, 2020)

Existe una la relación directamente proporcional entre el contenido total de cenizas y el porcentaje de materia solubles en agua al disminuir el contenido cenizas, disminuiría el alto porcentaje de materias solubles en los carbones. Esto afecta de forma importante el producto tratado (gas o líquido) con el carbón en ciertas aplicaciones, alterando su composición química y el pH, puesto que, parte de las cenizas se disuelven en agua.

Comparando el carbón comercial, los carbones preparados bajo las condiciones 3, 4 y 8 se encuentran dentro de los parámetros de calidad, siendo el mejor carbón desde el punto de vista de materia soluble en agua el carbón número 3.

4.1.5. Punto de carga cero.

Los datos de pH determinados tanto para la solución de nitrato de sodio ajustada y las soluciones de nitrato de sodio-carbón activado, se presentan en la tabla 4.5 y gráfica 4.2.

Tabla 4.5

Punto de carga cero para los carbones activados.

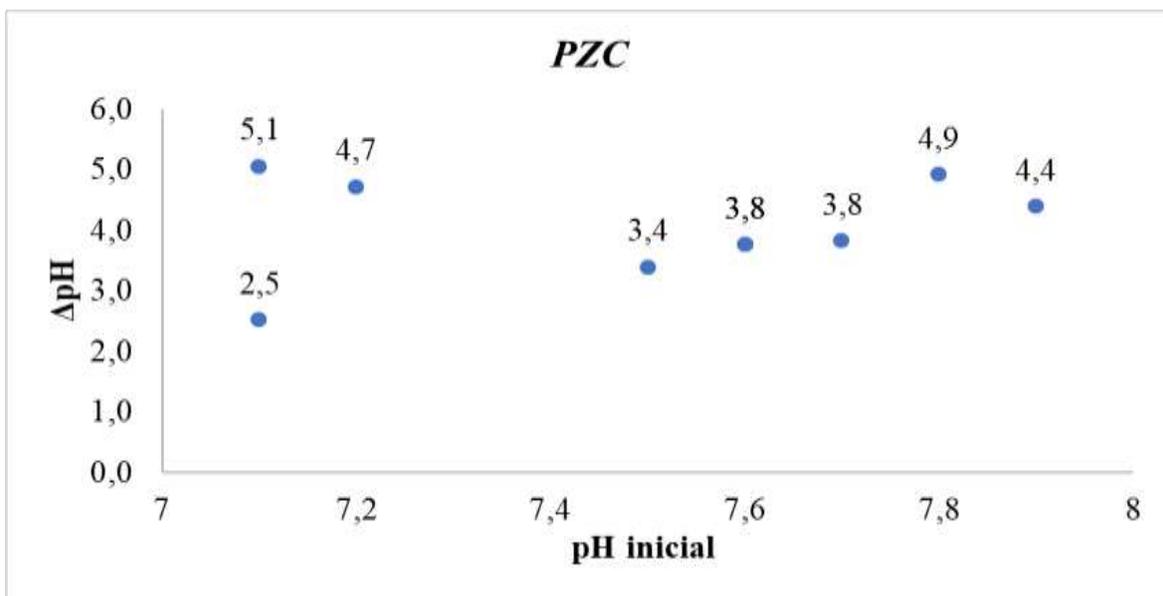
Carbón activado	Muestra	pHi	pHf	ΔpH	Promedio ΔpH	Promedio pHi
1	1	7,1	4,6	2,5	2,5	7,1
	2	7,1	4,5	2,6		
	3	7,1	4,6	2,5		
2	1	7,6	3,9	3,7	3,8	7,6
	2	7,6	3,8	3,8		
	3	7,6	3,8	3,8		
3	1	7,1	2,1	5	5,1	7,1
	2	7,1	2	5,1		
	3	7,1	2	5,1		
4	1	7,2	2,5	4,7	4,7	7,2
	2	7,2	2,4	4,8		



	3	7,2	2,5	4,7		
5	1	7,5	4	3,5	3,4	7,5
	2	7,5	4,2	3,3		
	3	7,5	4,1	3,4		
6	1	7,9	3,5	4,4	4,4	7,9
	2	7,9	3,6	4,3		
	3	7,9	3,4	4,5		
7	1	7,6	3,7	3,9	3,8	7,6
	2	7,6	3,9	3,7		
	3	7,6	3,9	3,7		
8	1	7,8	2,9	4,9	4,9	7,8
	2	7,8	2,8	5		
	3	7,8	2,9	4,9		
9	1	7,7	3,9	3,8	3,8	7,7
	2	7,7	3,9	3,8		
	3	7,7	3,8	3,9		

Fuente: Autora.

Grafica 4.2. PZC de los carbones activados.



Fuente: Autora.



Dado que el PZC corresponde a un punto de equilibrio de cargas sobre el material absorbente, valores de pH mayores que PZC generan una superficie cargada negativamente, en tanto que un pH menor que PZC una superficie cargada positivamente. De allí que la determinación de este parámetro sea de gran ayuda para establecer las condiciones propicias en cuanto al valor de pH que permite alcanzar una remoción eficiente de una determinada sustancia.

Como se puede observar en la gráfica los valores para el PZC de cada carbón se encuentran cercanos entre 3 y 5 valores de pH. Es decir que se encuentra un pH bajo cercano a la neutralidad, es decir menor a los valores de pH menores con respecto al PCZ en los carbones 3, 4 y 8 indican que estos carbones son cargados superficialmente de forma positiva, quiere decir que tienen alto potencial para la adsorción de sustancias aniónicas. El resto de carbonos son más electronegativos por lo que son benéficos para adsorber sustancias catiónicas.

4.1.6. Densidad aparente en carbón activado.

Los valores de la densidad aparente para los carbones se presentan en la tabla 4.6, a continuación, se presenta un ejemplo de cálculo para el carbón activado 1.

Carbón activado 1.

$$D_a = \frac{m_{p+m} - m_{pv}}{V}$$
$$D_a = \frac{40,1 \text{ g} - 35,5 \text{ g}}{10 \text{ mL}}$$
$$D_a = 0,5 \text{ mL}$$

Tabla 4.6

Densidad aparente de los carbones activados.

Carbón	Masa de probeta (g)	Masa de carbón (g)	Volumen (mL)	Masa de probeta + carbón	Densidad aparente (g/mL)
1	35,5	5	10	40,5	0,5



Propiedades físicas y químicas del carbón activo de mazorca de cacao criollo (Theobroma cacao L.) obtenido bajo tres factores de preparación en variación, Departamento de Química, UNAN-Managua, Enero-Abril 2022

2	34,2	5	11	39,2	0,5
3	35,3	5	18	40,3	0,3
4	35,4	5	17	40,4	0,3
5	34,1	5	10	39,1	0,5
6	34,2	5	9	39,2	0,6
7	35,6	5	8	40,6	0,6
8	34,3	5	16	39,3	0,3
9	35,5	5	12	40,5	0,4

Fuente: Autora.

La importancia de determinar la densidad aparente es que nos indica que a densidades mayores hay mejor volumen de actividad, sin embargo, una densidad menor permite el mejor contacto entre el adsorbente y el adsorbato. Según la ficha técnica del carbón activo CGC, la densidad aparente para estar dentro del parámetro de calidad es del 0,45g/mL por lo que los carbones activados 3, 4, 8 y 9 cumplen con el parámetro de calidad; lo que significa que se deberá usar un mayor volumen de cama necesaria, para la adsorción de sustancias.

Capítulo V



5.1. Conclusiones

En base a los resultados obtenidos en la presente investigación y los objetivos planteados, se ha llegado a las siguientes conclusiones:

1. Las condiciones individuales de activación de carbón a partir de la cascara de cacao se designaron bajo referencias bibliográficas e intenciones del investigador, empleando el diseño estadístico Taguchi se presentan 9 corridas diferentes, donde el estadístico marca las variaciones de los niveles (bajo, medio y alto); dichos parámetros son: Tiempo de carbonización (120, 60 y 30 minutos), temperatura de carbonización (600, 500 y 300 °C) y la concentración del agente activante en porcentaje, ácido fosfórico al 25, 28 y 30.
2. Las áreas superficiales de los carbones activados preparados en las diferentes corridas presentan gran área superficial lo que indica que tienen la capacidad de adsorción elevada para moléculas similares al tamaño de partícula del yodo; en comparación a Saucier, y otros (2015) que obtuvieron áreas superficiales de 500 m²/g; y, con respecto a los parámetros de calidad, los carbones 3, 4 y 8 son los predominantes. En el cumplimiento de los rangos establecidos.
3. El efecto de los factores estudiados en el área superficial del carbón activado radica en los valores mayores de cada uno de ellos, generando una capacidad de retención elevada, en relación al área superficial, sin embargo, se obtuvieron por medio del diseño estadístico las mejores condiciones para preparar el carbón activado a base de la cascara de la mazorca de cacao criollo, las cuales corresponden a una temperatura elevada, concentración baja de agente activante y un tiempo de carbonización medio.



5.2. Recomendaciones

En base a las conclusiones presentadas en la investigación, se recomienda:

1. Realizar la prueba de preparación óptima predicha en el diseño de experimento Taguchi, y sus posteriores análisis, para realizar una comparación con los experimentos ya realizados.
2. Realizar la determinación del tamaño de poro específicamente a un carbón preparado a las condiciones óptimas establecidas en la investigación.
3. Probar la capacidad de adsorción en diferentes contaminantes de interés nacional para su postulación como agente adsorbente efectivo.
4. Promover la producción a escala semi industrial del carbón activado en las condiciones concluidas.



5.3. Bibliografía

Ardila, C., & Carreño, S. (2011). Aprovechamiento de la cascará de la mazorca de cacao como adsorbente. Tesis para optar al título de Ingeniero Químico, Universidad Industrial de Santander, Escuela de Ingeniería Química, Bucaramanga. Recuperado el 14 de Enero de 2022, de <http://tangara.uis.edu.co/biblioweb/tesis/2011/137849.pdf>

Arvelo, M. Á., González, D., Maroto, S., Delgado, T., & Montoya, P. (2017). *IICA*. (M. A. Arvelo, Ed.) Retrieved Agosto 19, 2020 from Repositorio : <https://repositorio.iica.int/bitstream/11324/6181/1/BVE17089191e.pdf>

Canales, Alvarado, & Pineda. (1996). *Metodología de la investigación, Manual para el Desarrollo de personal de Salud*. OPS. Retrieved Abril 10, 2019

Carbotecnia. (2020, Febrero 28). Retrieved Marzo 4, 2020 from <https://www.carbotecnia.info/aprendizaje/carbon-activado/que-es-el-carbon-activado/>

Cortez, J., & Limpio, D. (2013). *Diseño de una planta para la producción de filtros de carbón activado a partir de la cáscar de cacao*. Trabajo especial de grado para optar al título de Ingeniero Industrial, Universidad Católica Andrés Bello, Escuela de Ingeniería Industrial, Caracas. Retrieved Junio 14, 2020 from <http://biblioteca2.ucab.edu.ve/anexos/biblioteca/marc/texto/AAS5967.pdf>

Cruz, G., Canepa La Cotera, C., & Aguirre, D. (2013). Producción y caracterización de carbones activados a partir de residuos agroindustriales. *Manglar*, 10(2), 17-25. Retrieved Julio 14, 2020 from <http://erp.untumbes.edu.pe/revistas/index.php/manglar/article/view/2/2>

García, R., & Granillo, Y. (2016). *Evaluación de las condiciones operacionales en el proceso de preparación de carbon activo de cascara de naranja valencia (Citrus Sinensis Linn Osbeck)*, Laboratorios de Química, UNAN-Managua, II Semestre 2016. Monografía para optar al título de Licenciado en Química Industrial, Universidad Nacional Autónoma de Nicaragua, Managua, Química, Managua. Retrieved Agosto 7, 2020 from <https://repositorio.unan.edu.ni/id/eprint/4275>

Hernandez, R., Fernandez, F., & Baptista, P. (2014). *Metodología de la Investigación*. México D.F.: MCGRAW-HILL / INTERAMERICANA EDITORES, S.A. DE C.V.

(2016). *Manual del Carbón Activado*. Manual de Máster en Ingeniería del Agua, Universidad de Sevilla, Escuela Universitaria de Politécnica, Sevilla. Retrieved Agosto 29,



2020

from

<http://www.elaguapotable.com/Manual%20del%20carb%C3%B3n%20activo.pdf>

Montoya, O., & Matute, R. (2015). *Evaluación del carbón activado obtenido a partir de la vaina de malinche para absorción de fenol del agua residual de Laboratorio CIDEA-UCA*. Monografía para optar al título de Ingeniero Químico, Universidad Nacional de Ingeniería, Ingeniería Química, Managua. Retrieved Julio 14, 2020 from <http://ribuni.uni.edu.ni/1482/1/60186.pdf>

Pereira, R., Veloso, C., da Silva, N., de Sousa, L., Ferreira, R., de Souza, A., . . . Ilheu, R. (2014, Octubre). Preparation of activated carbons from cocoa shells and siriguela seeds using H₃PO₄ and ZnCl₂ as activating agents for BSA and alpha-lactalbumin adsorption. (C.-Z. Li, Ed.) *Fuel Processing Technology*, 126, 476-486. doi:10.1016/j.fuproc.2014.06.001

Piura López, J. (2012). *Metodología de la investigación científica. Un enfoque integrador*. (Septima ed.). Managua, Nicaragua. Retrieved Abril 10, 2019

Plaza, M. (2015). *Carbon activado: Evaluación de nuevos precursores y del proceso de activación con dióxido de carbono*. Universidad de Alicante, Departamento de Química Inorgánica. Alicante: El taller digital. Retrieved Junio 24, 2020 from <http://hdl.handle.net/10045/47053>

Anexos



Anexo 1. Imágenes del marco teórico.



Imagen A1.1. Clasificación del carbón activo en base a su granulometría.

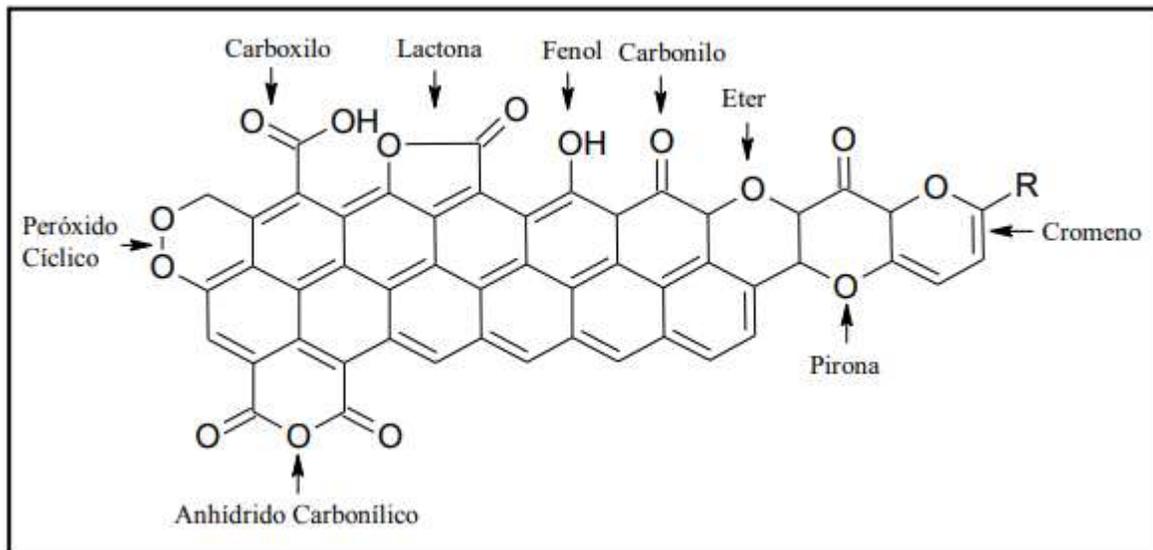


Imagen A1.2. Grupos funcionales de una estructura de carbón activado.

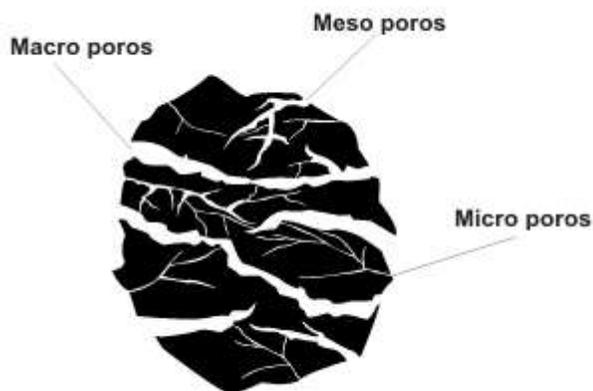


Imagen 3. Clasificación del carbón activado en base a su tamaño de poro.

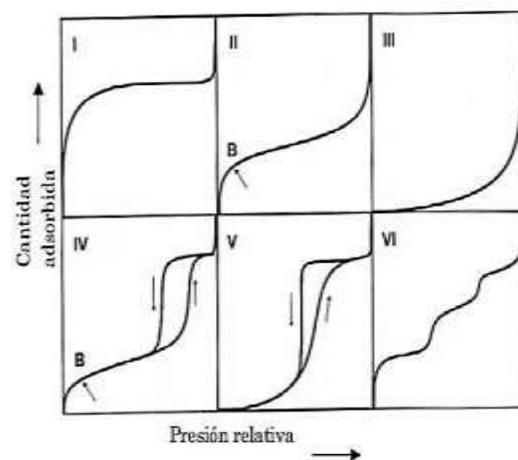


Imagen 4. Clasificación de las isothermas según la IUPAC.



Anexo 2. Parte experimental.



Imagen A2.1. Muestras de carbón activado ya elaboradas por otro investigador.



Imagen A2.2. Carbón activado con solución de HCl.



Imagen A2.3. Solución de yodo después de agregar carbón activado.

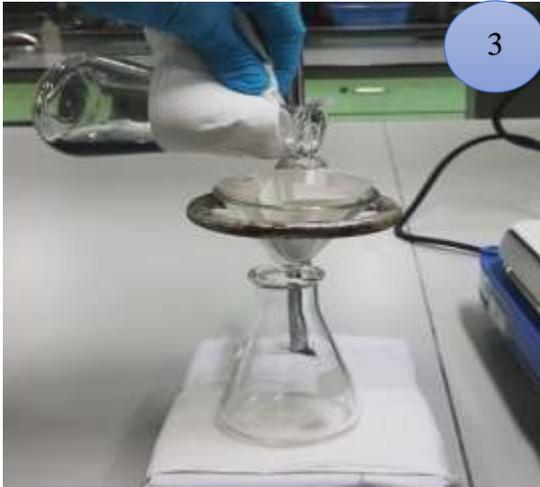


Imagen A2.4. Filtrado de la solución de yodo para agregar tiosulfato de sodio.



Imagen A2.5. Solución de yodo después de agregar tiosulfato de sodio.



Anexo 3. Método de prueba estándar para la determinación de índice de yodo del carbón activado (ASTM D4607-14).



Designation: D4607 – 14

Standard Test Method for Determination of Iodine Number of Activated Carbon¹

This standard is issued under the fixed designation D4607; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscripted epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

1. Scope

1.1 This test method covers the determination of the relative activation level of unused or reactivated carbons by adsorption of iodine from aqueous solution. The amount of iodine adsorbed (in milligrams) by 1 g of carbon using test conditions listed herein is called the iodine number.

1.2 The values stated in SI units are to be regarded as standard. No other units of measurement are included in this standard.

1.3 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.* Specific hazard statements are given in Section 7.

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:²

- C819 Test Method for Specific Surface Area of Carbon or Graphite (Withdrawn 1987)³
- D1193 Specification for Reagent Water
- D2652 Terminology Relating to Activated Carbon
- D2867 Test Methods for Moisture in Activated Carbon
- D3860 Practice for Determination of Adsorptive Capacity of Activated Carbon by Aqueous Phase Isotherm Technique
- E11 Specification for Woven Wire Test Sieve Cloth and Test Sieves
- E177 Practice for Use of the Terms Precision and Bias in ASTM Test Methods
- E287 Specification for Laboratory Glass Graduated Burets
- E288 Specification for Laboratory Glass Volumetric Flasks
- E300 Practice for Sampling Industrial Chemicals

¹ This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D28 on Activated Carbon and is the direct responsibility of Subcommittee D28.02 on Liquid Phase Evaluation.

Current edition approved March 1, 2014. Published May 2014. Originally approved in 1986. Last previous edition approved in 2009 as D4607 – 04 (Reapproved 2011). DOI: 10.1520/D4607-14

² For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, www.astm.org, or contact ASTM Customer Service at service@astm.org. For Annual Book of ASTM Standards volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.

³ The last approved version of this historical standard is referenced on www.astm.org.

2.2 NIST Publication:

Circular 603—Testing of Glass Volumetric Apparatus⁴

3. Summary of Test Method

3.1 This test method is based upon a three-point adsorption isotherm (see Practices D3860). A standard iodine solution is treated with three different weights of activated carbon under specified conditions. The carbon treated solutions are filtered to separate the carbon from the treated iodine solution (filtrate). Iodine remaining in the filtrate is measured by titration. The amount of iodine removed per gram of carbon is determined for each carbon dosage and the resulting data used to plot an adsorption isotherm. The amount of iodine adsorbed (in milligrams) per gram of carbon at a residual iodine concentration of 0.02 N is reported as the iodine number.

3.2 Iodine concentration in the standard solution affects the capacity of an activated carbon for iodine adsorption. Therefore, the normality of the standard iodine solution must be maintained at a constant value ($0.100 \pm 0.001 N$) for all iodine number measurements.

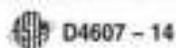
3.3 The apparatus required consists of various laboratory glassware used to prepare solutions and contact carbon with the standard iodine solution. Filtration and titration equipment are also required.

4. Significance and Use

4.1 The iodine number is a relative indicator of porosity in an activated carbon. It does not necessarily provide a measure of the carbon's ability to absorb other species. Iodine number may be used as an approximation of surface area for some types of activated carbons (see Test Method C819). However, it must be realized that any relationship between surface area and iodine number cannot be generalized. It varies with changes in carbon raw material, processing conditions, and pore volume distribution (see Definitions D2652).

4.2 The presence of adsorbed volatiles, sulfur, and water extractables may affect the measured iodine number of an activated carbon.

⁴ Available from National Institute of Standards and Technology (NIST), 100 Bureau Dr., Stop 1070, Gaithersburg, MD 20899-1070, <http://www.nist.gov>.



D4607 - 14

5. Apparatus

Note 1—All volumetric measuring equipment should meet or exceed the requirements of NIST Circular 602. Volumetric glassware meeting these specifications is generally designated as “Class A”. See also Specifications [E287](#) and [E288](#).

- 5.1 Analytical balance, accuracy ± 0.0001 g.
- 5.2 Buret, 10-mL capacity or 5-mL precision buret.
- 5.3 Flasks, Erlenmeyer 250-mL capacity with ground glass stoppers.
- 5.4 Flask, Erlenmeyer wide-mouthed, 250-mL capacity.
- 5.5 Beakers, assorted sizes.
- 5.6 Bottles, amber, for storage of iodine and thiosulfate solutions.
- 5.7 Funnel, 100-mm top inside diameter.
- 5.8 Filter Paper, 18.5-cm prefolded paper, Whatman No. 2V or equivalent.
- 5.9 Pipets, volumetric type, 5.0, 10.0, 25.0, 50.0, and 100.0-mL capacity.
- 5.10 Volumetric Flasks, 1 L.
- 5.11 Graduated Cylinders, 100 mL and 500 mL.

6. Reagents

6.1 **Purity of Reagents**—Reagent grade chemicals shall be used in all tests. Unless otherwise indicated, it is intended that all reagents shall conform to the specifications of the Committee on Analytical Reagents of the American Chemical Society, where such specifications are available.⁵ Other grades may be used, provided it is first ascertained that the reagent is of sufficiently high purity to permit its use without lessening the accuracy of the determination.

6.2 **Purity of Water**—References to water shall be understood to mean reagent water conforming to Specification [D1193](#) for Type II reagent water.

- 6.3 Hydrochloric Acid, concentrated.
- 6.4 Sodium Thiosulfate, $(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.
- 6.5 Iodine, United States Pharmacopeia, resublimed crystals.
- 6.6 Potassium Iodide.
- 6.7 Potassium Iodate, primary standard.
- 6.8 Starch, soluble potato or arrowroot.
- 6.9 Sodium Carbonate.

7. Hazards

7.1 Several potential hazards are associated with conducting this test procedure. It is not the purpose of this standard to address all potential health and safety hazards encountered with its use. The user is responsible for establishing appropriate

health and safety practices before use of this test procedure. Determine the applicability of federal and state regulations before attempting to use this test method.

7.2 Personnel conducting the iodine number procedure should be aware of potential safety and health hazards associated with the chemicals used in this procedure. The “Material Safety Data Sheet” (MSDS) for each reagent listed in Section 6 should be read and understood. Special precautions to be taken during use of each reagent are included on the “Material Safety Data Sheet” (MSDS). First aid procedures for contact with a chemical are also listed on its “MSDS.” A “Material Safety Data Sheet” for each reagent may be obtained from the manufacturer. Other safety and health hazard information on reagents used in this procedure is available.^{6,7,8}

7.3 Careful handling and good laboratory technique should always be used when working with chemicals. Avoid contact with hydrochloric acid or acid vapor. Care should also be taken to prevent burns during heating of various solutions during this test procedure.

7.4 The user of this test method should comply with federal, state, and local regulations for safe disposal of all samples and reagents used.

8. Preparation of Solutions

8.1 **Hydrochloric Acid Solution (5% by weight)**—Add 70 mL of concentrated hydrochloric acid to 550 mL of distilled water and mix well. A graduated cylinder may be used for measurement of volume.

8.2 **Sodium Thiosulfate (0.100 N)**—Dissolve 24.820 g of sodium thiosulfate in approximately 75 \pm 25 mL of freshly boiled distilled water. Add 0.10 \pm 0.01 g of sodium carbonate to minimize bacterial decomposition of the thiosulfate solution. Quantitatively transfer the mixture to a 1-L volumetric flask and dilute to the mark. Allow the solution to stand at least 4 days before standardizing. The solution should be stored in an amber bottle.

8.3 **Standard Iodine Solution (0.100 \pm 0.001 N)**—Weigh 12.700 g of iodine and 19.100 g of potassium iodide (KI) into a beaker. Mix the dry iodine and potassium iodide. Add 2 to 5 mL of water to the beaker and stir well. Continue adding small increments of water (approximately 5 mL each) while stirring until the total volume is 50 to 60 mL. Allow the solution to stand a minimum of 4 h to ensure that all crystals are thoroughly dissolved. Occasional stirring during this 4-h period will aid in the dissolution. Quantitatively transfer to a 1-L volumetric flask and fill to the mark with distilled water. It is important that the standard iodine solution has an iodide-to-iodine weight ratio of 1.5 to 1. Store the solution in an amber bottle.

⁵ The “Chemical Safety Data Sheet” for the subject chemical is available from the Manufacturing Chemists Association, Washington, DC.

⁶ *Kov, R. L. Dangerous Properties of Industrial Materials*, 6th edition, 1975, Van Nostrand Reinhold Company, New York, NY.

⁷ *MSDS/SDS Pocket Guide to Chemical Hazards*, 1978, U.S. Department of Labor, Occupational Safety and Health Administration, Washington, DC. Available from U.S. Government Printing Office, Washington, DC.



D4607 - 14

8.4. *Potassium Iodide Solution (0.1000 N)*—Dry 4 or more grams of primary standard grade potassium iodate (KIO_3) at $110 \pm 5^\circ C$ for 2 h and cool to room temperature in a desiccator. Dissolve 3.5667 ± 0.1 mg of the dry potassium iodate in about 100 mL of distilled water. Quantitatively transfer to a 1-L volumetric flask and fill to the mark with distilled water. Mix thoroughly and store in a glass-stoppered bottle.

8.5. *Starch Solution*—Mix 1.0 ± 0.5 g of starch with 5 to 10 mL of cold water to make a paste. Add an additional 25 ± 5 mL of water while stirring to the starch paste. Pour the mixture, while stirring, into 1 L of boiling water and boil for 4 to 5 min. This solution should be made fresh daily.

9. Standardization of Solutions

9.1. *Standardization of 0.100 N Sodium Thiosulfate*—Pipet 25.0 mL of potassium iodate (KIO_3) solution from 8.4 into a 250-mL titration (or wide-mouthed Erlenmeyer) flask. Add 2.00 ± 0.01 g of potassium iodide (KI) to the flask and shake the flask to dissolve the potassium iodide crystals. Pipet 5.0 mL of concentrated hydrochloric acid into the flask. Titrate the free iodine with sodium thiosulfate solution until a light yellow color is observed in the flask. Add a few drops of starch indicator (8.5) and continue the titration dropwise until one drop produces a colorless solution. Determine sodium thiosulfate normality as follows:

$$N_1 = (P-R)/S \quad (1)$$

where:

- N_1 = sodium thiosulfate, N,
- P = potassium iodate, mL,
- R = potassium iodate, N, and
- S = sodium thiosulfate, mL.

The titration step should be done in triplicate and the normality results averaged. Additional replications should be done if the range of values exceeds 0.003 N.

9.2. *Standardization of 0.100 ± 0.001 N Iodine Solution*—Pipet 25.0 mL of iodine solution (8.3) into a 250-mL wide-mouthed Erlenmeyer flask. Titrate with standardized sodium thiosulfate (9.1) until the iodine solution is a light yellow color. Add a few drops of starch indicator and continue titration dropwise until one drop produces a colorless solution. Determine the iodine solution normality as follows:

$$N_2 = (S-N_1)I \quad (2)$$

where:

- N_2 = iodine, N,
- S = sodium thiosulfate, mL,
- N_1 = sodium thiosulfate, N, and
- I = iodine, mL.

The titration step should be done in triplicate and the normality results averaged. Additional replications should be done if the range of values exceeds 0.003 N. The iodine solution concentration must be 0.100 ± 0.001 N. If this requirement is not met, repeat 8.3 and 9.2.

10. Procedure

10.1 The procedure applies to either powdered or granular activated carbon. When granular carbon is to be tested, grind a representative sample (see Practice E300) of carbon until 60 wt % (or more will pass through a 325-mesh screen) and 95 wt % or more will pass through a 100-mesh screen (U.S. sieve series, see Specification E11). Carbon received in the powdered form may need additional grinding to meet the particle size requirement given above.

10.2 Dry the ground carbon from 10.1 in accordance with Test Method D2867. Cool the dry carbon to room temperature in a desiccator.

10.3 Determination of iodine number requires an estimation of three carbon dosages. Section 11.4 describes how to estimate the carbon dosages to be used. After estimating carbon dosages, weigh three appropriate amounts of dry carbon to the nearest milligram. Transfer each weighed sample of carbon to a clean, dry 250-mL Erlenmeyer flask equipped with a ground glass stopper.

10.4 Pipet 10.0 mL of 5 wt % hydrochloric acid solution into each flask containing carbon. Stopper each flask and swirl gently until the carbon is completely wetted. Loosen the stoppers to vent the flasks, place on a hot plate in a fume hood, and bring the contents to a boil. Allow to boil gently for 30 ± 2 s to remove any sulfur which may interfere with the test results. Remove the flasks from the hot plate and cool to room temperature.

10.5 Pipet 100.0 mL of 0.100 N iodine solution into each flask. Standardize the iodine solution just prior to use. Stagger the addition of iodine to the three flasks so that no delays are encountered in handling. Immediately stopper the flasks, and shake the contents vigorously for 30 ± 1 s. Quickly filter each mixture by gravity through one sheet of folded filter paper (Whatman No. 2V or equivalent) into a beaker. Filtration equipment must be prepared in advance so no delay is encountered in filtering the samples.

10.6 For each filtrate, use the first 20 to 30 mL to rinse a pipet. Discard the rinse portions. Use clean beakers to collect the remaining filtrates. Mix each filtrate by swirling the beaker and pipet 50.0 mL of each filtrate into a clean 250-mL Erlenmeyer flask. Titrate each filtrate with standardized 0.100 N sodium thiosulfate solution until the solution is a pale yellow. Add 2 mL of the starch indicator solution and continue the titration with sodium thiosulfate until one drop produces a colorless solution. Record the volume of sodium thiosulfate used.

11. Calculation

11.1 The capacity of a carbon for any adsorbate is dependent upon the concentration of the adsorbate in solution. The concentrations of the standard iodine solution and filtrates must be specified or known. This is necessary to determine an appropriate carbon weight to produce final concentrations agreeing with the definition of iodine number. The amount of carbon sample to be used in the determination is governed by the activity of the carbon. If filtrate normalities (C) are not



D4607 - 14

within the range of 0.008 N to 0.040 N, repeat the procedure using different carbon weights.

11.2 Two calculations are required for each carbon dosage, as X/M and C .

11.2.1 To calculate the value of X/M , first derive the following values:

$$A = (N_2) (12693.0)$$

where:

N_2 = iodine, N (from 9.2).

$$B = (N_1) (126.93) \quad (4)$$

where:

N_1 = sodium thiosulfate, N (from 9.1).

$$DF = (I + H) / F \quad (5)$$

where:

DF = dilution factor,

I = iodine, mL (from 10.5),

H = 5 % hydrochloric acid used, mL, and

F = filtrate, mL.

For example, if 10 mL of HCl and 50 mL of filtrate are used: $DF = (100 + 10) / 50 = 2.2$.

11.2.1.1 Calculate the value of X/M as follows:

$$X/M = [A - (DF) (B) (S)] / M$$

where:

X/M = iodine absorbed per gram of carbon, mg/g,

S = sodium thiosulfate, mL, and

M = carbon used, g.

11.2.2 Calculate the value of C as follows:

$$C = (N_2 S) / F \quad (7)$$

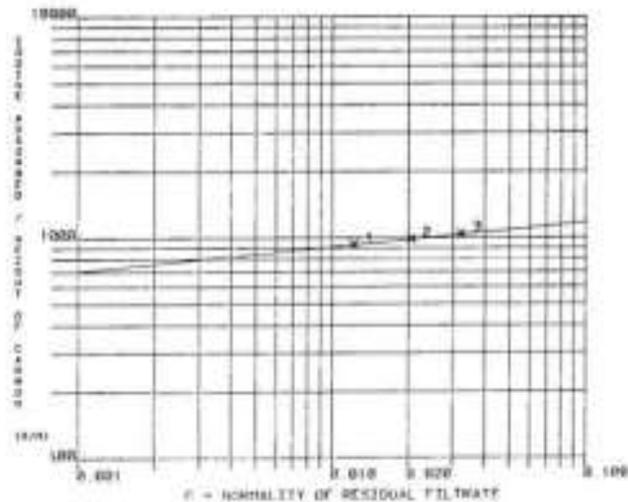
where:

C = residual filtrate, N,

N_2 = sodium thiosulfate, N, and

F = filtrate, mL.

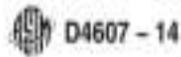
11.3 Using logarithmic paper, plot X/M (as the ordinate) versus C (as the abscissa) for each of the three carbon dosages (see Fig. 1). Calculate the least squares fit for the three points and plot. The iodine number is the X/M value at a residual



LAB NO. 4 OCT '85-3
TDS NO. 604 PAGE 22
TECH. FRP

POINT 1		
X/M	-	932
C	-	0.012
POINT 2		
X/M	-	894
C	-	0.020
POINT 3		
X/M	-	1040
C	-	0.032
IODINE NO.	-	964
SLOPE	-	0.111
CONR. COEF.	-	0.989

FIG. 1 Activated Carbon Iodine Adsorption Isotherm



D4607 – 14

iodine concentration (C) of 0.02 N . The regression coefficient for the least squares fit should be greater than 0.995.

11.4 Carbon dosage may be estimated as follows:

$$M = [A - (DF)(C)(126.93)(50)]/E \quad (8)$$

where:

- M = carbon, g.
- A = (N_1) (12693.0),
- DF = dilution factor (see 11.2.1),
- C = residual iodine, and
- E = estimated iodine number of the carbon.

Three carbon dosages are calculated using three values of C (usually 0.01, 0.02, and 0.03).

12. Report

12.1 The reports should include the following:

12.1.1 Complete identification of the sample, including source, manufacturer's lot number, and carbon type.

12.1.2 The iodine number adsorption isotherm, the iodine value with a 95 % confidence limit for the determination.

13. Precision and Bias⁹

13.1 Interlaboratory precision for this test method was determined by a round robin in which six laboratories partici-

pated. Activated carbon made from five different raw materials was used in the round robin.

13.2 The following criteria should be used in determining the acceptability of the results:

13.2.1 *Repeatability (Within Laboratories)*—Precision of this test method in the determination of iodine number of activated carbons ranging from 600 to 1450 iodine number is ± 5.6 % of the average value measured in milligrams iodine absorbed per gram of carbon. This range corresponds to 2 σ , or the 95 % confidence limits, as defined in Practice E177. If two results determined in the same laboratory differ by more than 5.6 %, they should be considered suspect.

13.2.2 *Reproducibility (Between Laboratories)*—The between laboratory precision of this test method in the determination of iodine number of activated carbons ranging from 600 to 1450 iodine number, is ± 10.2 % of the average value, as measured in milligrams of iodine absorbed per gram of carbon. This range corresponds to 2 σ or the 95 % confidence limits, as defined in Practice E177. Results obtained by two different laboratories which differ by more than 10.2 % should be considered suspect.

⁹ Supporting data have been filed at ASTM International Headquarters and may be obtained by requesting Research Report RR.D24-1001.

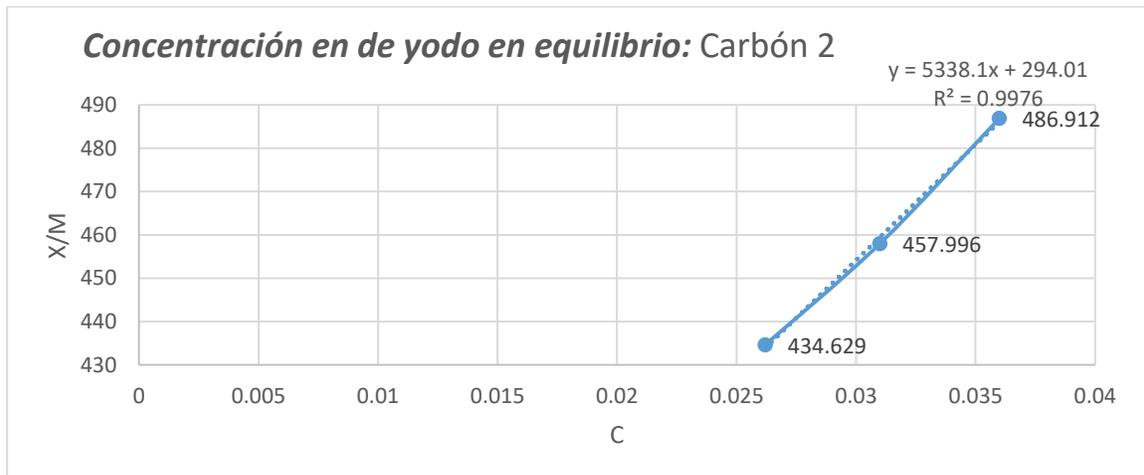
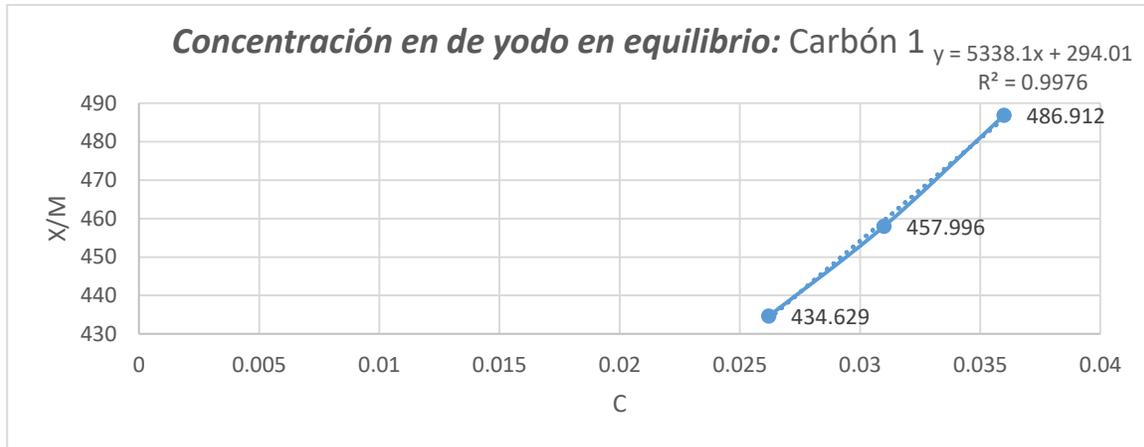
ASTM International takes no position regarding the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

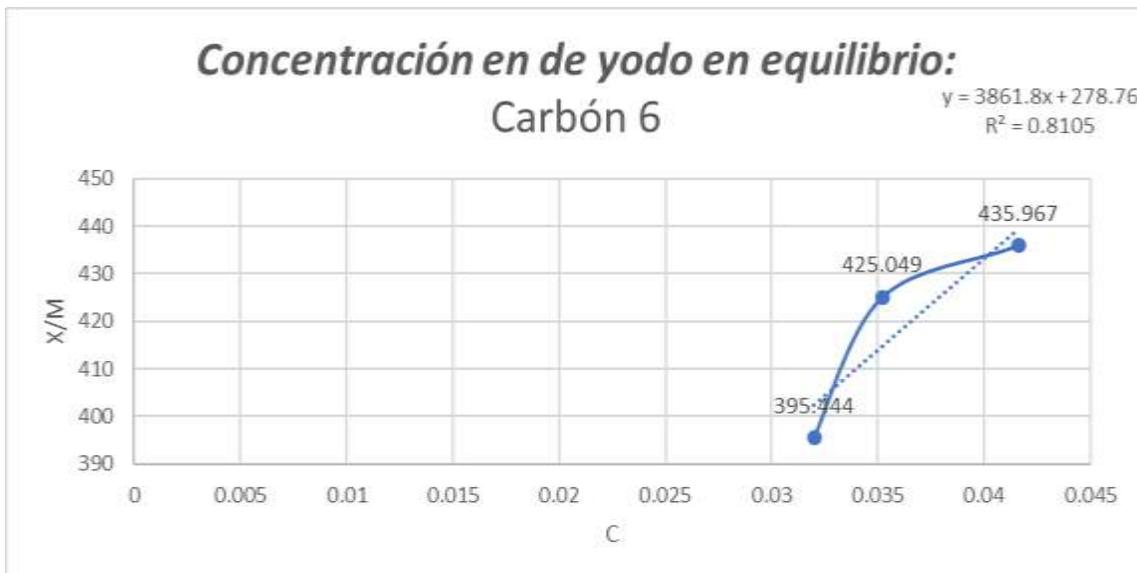
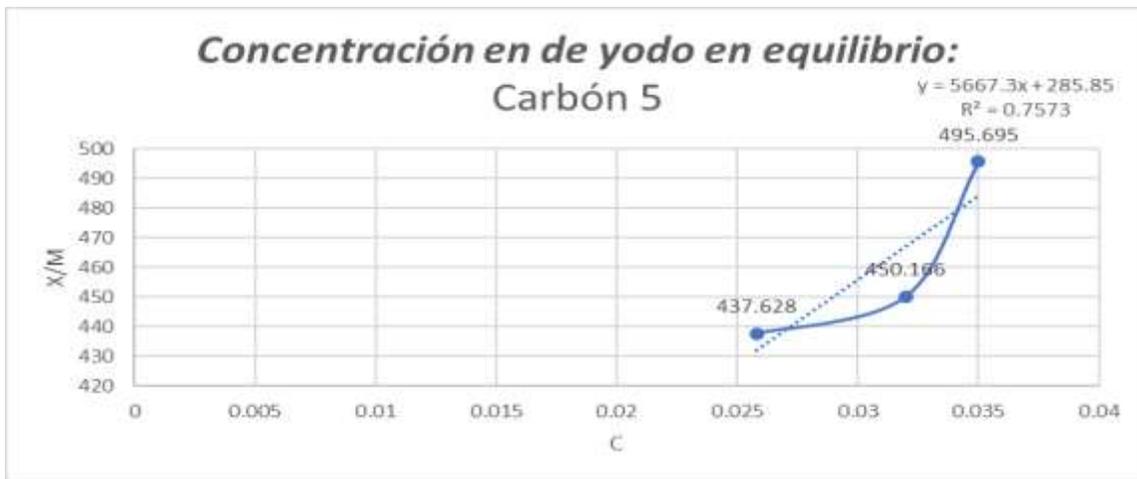
This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.

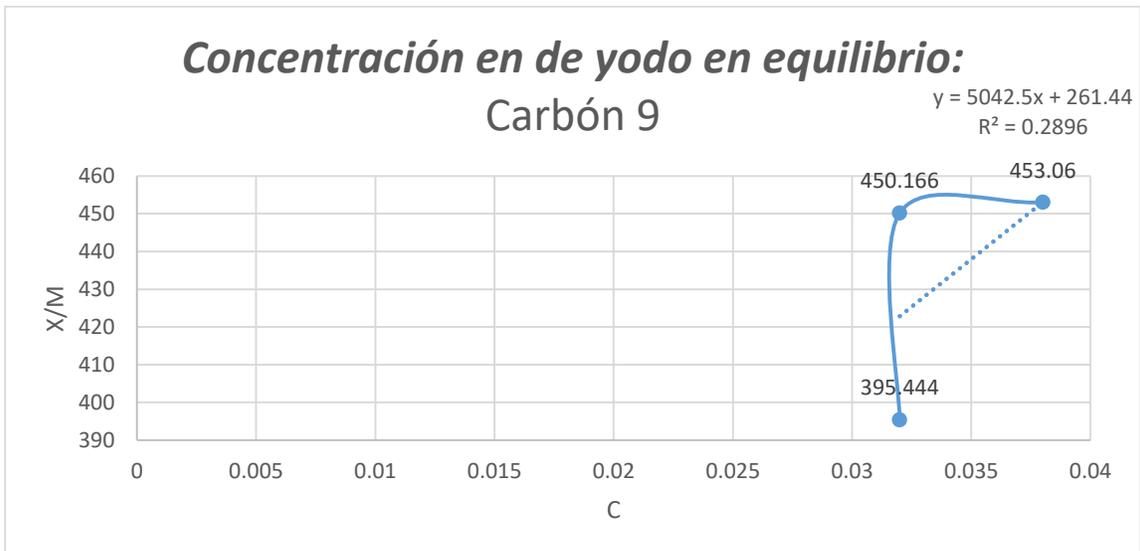
This standard is copyrighted by ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19380-2900, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-832-8585 (phone), 610-832-8555 (fax), or service@astm.org (e-mail), or through the ASTM website (www.astm.org). Permission rights to photocopy the standard may also be secured from the ASTM website (www.astm.org/COPYRIGHT).



Anexo 4. Gráficas de Concentración en equilibrio de yodo en 3 para cada carbón activado.









Anexo 5. Método de prueba estándar para Contenido Total de ceniza de carbón activado (ASTM D2866-11).



Designation: D2866 – 11

Standard Test Method for Total Ash Content of Activated Carbon¹

This standard is issued under the fixed designation D2866; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

1. Scope

1.1 This test method describes a procedure for the determination of total ash content of activated carbon.

1.2 The values stated in SI units are to be regarded as standard. No other units of measurement are included in this standard.

1.3 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

2. Referenced Documents

- 2.1 *ASTM Standards*:²
- D2867 Test Methods for Moisture in Activated Carbon
 - D7582 Test Methods for Proximate Analysis of Coal and Coke by Macro Thermogravimetric Analysis
 - E177 Practice for Use of the Terms Precision and Bias in ASTM Test Methods
 - E691 Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method

3. Summary of Test Method

3.1 An accurately weighed sample of dried activated carbon is placed in a controlled-temperature muffle furnace for a period of several hours. When constant weight has been achieved (± 0.5 mg), the crucible is cooled to ambient temperature in a desiccator and reweighed. The weight of the ashed carbon is expressed as a percentage of the weight of the original carbon sample.

4. Significance and Use

4.1 In specific end uses, the amount and composition of the ash may influence the capabilities and certain desired properties of activated carbon.

¹ This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D28 on Activated Carbon and is the direct responsibility of Subcommittee D28.04 on Gas Phase Evaluation Tests.

Current edition approved May 1, 2011. Published June 2011. Originally approved in 1970. Last previous edition approved in 2004 as D2866 – 94 (2004). DOI: 10.1520/D2866-11.

² For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, www.astm.org, or contact ASTM Customer Service at service@astm.org. For *Annual Book of ASTM Standards* volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.

4.2 Other automated methods for determination of ash content, such as combusting the carbon in a thermogravimetric analyzer (TGA) in flowing air or oxygen, can be used in place of this test method. A suitable method is described in Test Method D7582. For determination of the ash content of activated carbon, follow the procedure in 13.5.3 of Test Method D7582 with the exception that the furnace temperature in 13.4.3 shall be $650 \pm 25^\circ\text{C}$. The muffle furnace method shall be considered the reference test method.

5. Apparatus

- 5.1 *Muffle Furnace*, having air circulation, capable of temperature regulation of $\pm 25^\circ\text{C}$ at 650°C .
- 5.2 *High-Temperature Crucible*, high-form.
- 5.3 *Analytical Balance*, having a sensitivity of 0.1 mg.
- 5.4 *Desiccator*.
- 5.5 *Oven*, forced-air circulation, capable of temperature regulation between 145 and 155°C .

6. Procedure

6.1 Ignite the crucible in the muffle furnace at $650 \pm 25^\circ\text{C}$ for 1 h. Place the crucible in the desiccator. Cool to room temperature and weigh to the nearest 0.1 mg.

6.2 Dry an adequate sample of activated carbon to constant weight (± 0.5 mg) at $150 \pm 5^\circ\text{C}$ (3 h is usually sufficient).

NOTE 1—Some carbons can ignite spontaneously at 150°C . In this case, moist carbon should be used with a correction for moisture (in accordance with Methods D2867) applied in the calculations. In this case, the ashing should be started in a cold muffle furnace.

6.3 Weigh out to the nearest 0.1 mg sufficient dried activated carbon, so that the estimated amount of ash will be 0.1 g, into the ignited crucible and place the crucible in the furnace at $650 \pm 25^\circ\text{C}$. Ashing will require from 3 to 16 h, depending on the size and type of activated carbon. Ashing can be considered complete when constant weight (± 0.5 mg) is achieved.

6.4 Place the crucible in the desiccator and allow to cool to room temperature. After the sample has cooled in the desiccator, admit air slowly to avoid loss of ash from the crucible. Weigh to the nearest 0.1 mg.

7. Calculation

7.1 Calculate the ash content as follows:

$$\text{Total ash, \%} = [(D - B)/(C - B)] \times 100 \quad (1)$$

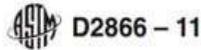


TABLE 1 Precision

Material	A	B	C
Average Test Value	7.74	1.88	4.61
95 % Repeatability Limit ⁴ (Within Laboratory)	0.27	0.22	0.22
95 % Reproducibility Limit ⁴ (Between Laboratories)	0.41	0.54	0.48

⁴ The terms *repeatability limit* and *reproducibility limit* are used in accordance with Practice E177. The respective standard deviations among test results may be obtained by dividing the above limit values by 2.8.

where:

B = weight of crucible, g,

C = weight of crucible plus original sample, g, and

D = weight of crucible plus ashed sample, g.

8. Precision and Bias ³

8.1 Precision:

³ Supporting data have been filed at ASTM International Headquarters and may be obtained by requesting RR: RR:D28-1004.

ASTM International takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.

This standard is copyrighted by ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-832-9585 (phone), 610-832-9555 (fax), or service@astm.org (e-mail); or through the ASTM website (www.astm.org). Permission rights to photocopy the standard may also be secured from the ASTM website (www.astm.org/COPYRIGHT).

8.1.1 *Interlaboratory Test Program*—An interlaboratory study was run in which representative samples of three types of activated carbon (coconut-shell based (A), coal-based (B), and wood-based (C)) were tested for ash content by six laboratories with each laboratory making three observations of each activated carbon type over three days. Practice E691 was followed for the design and analysis of the data.

8.1.2 *Test Result*—The precision information given in Table 1 in units of measurement (percent minus weight ash content) is for the comparison of two test results, each of which is the average of three test determinations.



Anexo 6. Método de prueba estándar para materias solubles en agua de carbón activado (ASTM D5029-98/2014).



Designation: D5029 – 98 (Reapproved 2014)

Standard Test Method for Water Solubles in Activated Carbon¹

This standard is issued under the fixed designation D5029; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

1. Scope

1.1 This test method covers the determination of the water soluble content of (unused) granular and powdered activated carbons. Water solubles are materials that can be extracted by distilled water under reflux conditions and are expressed as a percentage of dry carbon weight.

1.2 The values stated in SI units are to be regarded as standard. No other units of measurement are included in this standard.

1.3 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

2. Referenced Documents

2.1 *ASTM Standards:*²

- D1193 Specification for Reagent Water
- D2652 Terminology Relating to Activated Carbon
- D2867 Test Methods for Moisture in Activated Carbon
- D3838 Test Method for pH of Activated Carbon
- E177 Practice for Use of the Terms Precision and Bias in ASTM Test Methods
- E300 Practice for Sampling Industrial Chemicals

3. Terminology

3.1 *Definitions*— Terms relating to this standard are defined in Terminology D2652.

4. Summary of Test Method

4.1 A known weight of activated carbon is placed into a reflux apparatus with Type II reagent water (see Specification D1193). The mixture is refluxed for 15 min under specified

conditions. This extraction is performed using the method and apparatus described in Test Method D3838. After extraction, the carbon is separated by filtration and an aliquot of the filtrate is evaporated to dryness. Water solubles are determined by weighing the dry residue and expressing the result as a percentage of the dry carbon weight.

5. Significance and Use

5.1 In certain applications, the ash, color, conductivity, or pH of the finished activated carbon product may be influenced by the quantity of water solubles it contains. This water solubles test provides a relative indication of the quantity of soluble materials that may be extracted from various activated carbons.

6. Apparatus and Materials

NOTE 1—All volumetric measuring equipment should meet or exceed the requirements of National Institute of Standards and Technology Circular 602, *Testing of Glass Volumetric Apparatus*, available from the National Institute of Standards and Technology, Gaithersburg, MD 20899. Volumetric glassware meeting these specifications is generally designated as Class A.

- 6.1 *Flask*, 250 mL with 24/40 ST (standard taper) neck.
- 6.2 *Condenser*, with 24/40 inner ST (standard taper) joint.
- 6.3 *Buchner Funnel*, 9 or 12.5 cm.
- 6.4 *Filter Paper*, Ashless, (~5 to 10 μm particle retention).
- 6.5 *Glass or Porcelain Evaporating Dishes*, 100 mL capacity.
- 6.6 *Analytical Balance*, precision 0.1 mg.
- 6.7 *Drying Oven*.
- 6.8 *Desiccator*.
- 6.9 *Hot Plate*.
- 6.10 *Pipet*, 50 mL.
- 6.11 *Indicating Desiccant*.
- 6.12 *Water*, ASTM Type II or better, in accordance with Specification D1193, Type II.
- 6.13 *Thermometer*, approximately 20 to 55°C.
- 6.14 *Steam Bath*, optional.
- 6.15 *Beakers*, 250 mL.
- 6.16 *Graduated Cylinder*, 100 mL.

¹ This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D28 on Activated Carbon and is the direct responsibility of Subcommittee D28.02 on Liquid Phase Evaluation.

Current edition approved July 1, 2014. Published September 2014. Originally approved in 1989. Last previous edition approved in 2009 as D5029 – 98 (2009). DOI: 10.1520/D5029-98R14.

² For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, www.astm.org, or contact ASTM Customer Service at service@astm.org. For *Annual Book of ASTM Standards* volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.



 D5029 – 98 (2014)

6.17 Laboratory Timer.

6.18 Filter Flasks, vacuum, 500 mL.

7. Sampling

7.1 Conducted sampling according to Practice E300.

8. Procedure

8.1 Determine the moisture content of the carbon in accordance with Test Method D2867.

8.2 Weigh a sample of carbon equivalent to 10.00 ± 0.01 g on a dry basis. Remove boiler flask from apparatus (see Boiler-Reflux Condenser Figure in Test Method D3838) and add carbon sample.

8.3 Bring approximately 110 mL of reagent water to a boil. Measure 100.0 ± 0.5 mL into a graduated cylinder while the water is hot. Add a small portion of the 100.0 ± 0.5 mL of water to wet the carbon. Wash down the sides of the flask with the remaining portion. Connect the flask to the condenser and place on a hot plate.

8.4 Bring the water to a gentle boil to ensure that no carbon splashes onto the side of the flask.

8.5 Boil gently for 900 ± 10 s.

8.6 Remove the flask from the hot plate and filter its contents immediately through the filter paper premoistened with the Type II water used for the test. Catch the filtrate in a 500-mL vacuum filter flask, being careful to prevent carbon fines from entering the filtrate.

8.7 Cool the filtrate to ambient temperature. (The pH may be measured on a portion of the filtrate.)

8.8 Dry the glass or porcelain evaporating dishes at $150 \pm 5^\circ\text{C}$ to a constant weight (± 0.1 mg). Evaporating dishes must be cooled to ambient temperature and stored in a desiccator between weighings. Weigh the dry evaporating dish to the nearest 0.1 mg and record.

8.9 Using a pipet, transfer a 50-mL aliquot of the filtrate to a tared glass or porcelain evaporating dish.

8.10 Evaporate the filtrate to dryness in an oven or on a steam bath until the liquid disappears. Avoid boiling to prevent loss of residue.

8.11 Dry the residue at $150 \pm 5^\circ\text{C}$ for a minimum of 1 h and ensure dryness to constant weight (± 0.1 mg). The evaporating dish containing the residue must be cooled to ambient temperature and stored in a desiccator between weighings. Weigh the evaporating dish and residue to the nearest 0.1 mg and record.

8.12 If the residue is less than 10 mg, repeat the procedure. Add the new aliquot during 8.9 to the evaporating dish containing residue from the previous aliquot.

8.13 Make two determinations on each carbon sample tested.

9. Calculation

9.1 The following equation is used for a general calculation of water solubles:

$$\text{Water Solubles, \%} = \frac{(B - A) (D) (100)}{(C) (E)} \quad (1)$$

where:

A = mass of evaporating dish, g.

B = mass of evaporating dish plus residue, g.

C = mass of carbon, g.

D = volume of water used in extraction, mL, and

E = volume of aliquot used, mL.

9.1.1 As an example, for extraction of one carbon sample, and evaporation of a 50-mL aliquot, the water solubles calculation is:

$$\text{Water Solubles, \%} = \frac{RW}{CW} \times 200$$

10. Report

10.1 Report the following:

10.1.1 Source of sample.

10.1.2 Type or designation of activated carbon.

10.1.3 Supplier name.

10.1.4 Supplier grade designation.

10.1.5 Supplier lot and batch number.

10.1.6 Moisture content in accordance with Test Method D2867.

10.1.7 Water solubles content.

10.1.8 Date of test.

10.1.9 Name and signature of technician performing test.

10.1.10 Name and signature of supervisor approving test.

11. Precision and Bias

11.1 Precision:

11.1.1 Repeatability—Repeatability of this test method is $\pm 20\%$ of the average value from three or more determinations. This range corresponds to $2S\%$ as defined in Practice E177.

11.1.2 Reproducibility—Reproducibility for this test method is $\pm 35\%$ ($2S\%$) of the calculated value.

11.1.3 These statements are based on a round robin trial of this test method on activated carbons from five different raw material bases tested by four different laboratories.

12. Keywords

12.1 activated carbon



Anexo 7. Determinación de densidad aparente en carbón activado por el método estándar

ASTM D-2854-09.



Designation: D 2854 – 09

Copyright ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, Pennsylvania 19428, USA. Distributed under ASTM license agreement by China National Institute of Standardization (CNIS) - Tel: 86 10 8811350

Standard Test Method for Apparent Density of Activated Carbon¹

This standard is issued under the fixed designation D 2854; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

This standard has been approved for use by agencies of the Department of Defense.

1. Scope

1.1 This test method covers the determination of the apparent density of granular activated carbon. For purposes of this test method, granular activated carbon is defined as a minimum of 90 % being larger than 80 mesh.

1.2 The values stated in SI units are to be regarded as standard. No other units of measurement are included in this standard.

1.3 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:²

- D 2862 Test Method for Particle Size Distribution of Granular Activated Carbon
- D 2867 Test Methods for Moisture in Activated Carbon
- E 177 Practice for Use of the Terms Precision and Bias in ASTM Test Methods
- E 300 Practice for Sampling Industrial Chemicals
- E 542 Practice for Calibration of Laboratory Volumetric Apparatus

3. Summary of Test Method

3.1 Apparent density (bulk density) is determined on a granular sample by measuring the volume packed by a free fall from a vibrating feeder into an appropriately sized graduated cylinder and determining the mass of the known volume. Other methods for determining apparent density of granular or powdered materials exist. These may involve vibration or tapping of the receiving vessel either while it is being filled or afterwards. Application of these methods to granular activated

carbon may give packed density values that differ from those determined by this test method.

4. Significance and Use

4.1 This test method provides a method for determining the packed density of a bed of granular activated carbon. Determination of the packed density is essential when designing vessels to hold the material and for ordering purposes when procuring materials to fill existing vessels.

5. Apparatus (see Fig. 1)

- 5.1 *Reservoir Funnel*, fabricated of glass or metal.
- 5.2 *Feed Funnel*, glass or metal.
- 5.3 *Vibratory Feeder*,³ such as shown in Fig. 1 or similar.
- 5.4 *Cylinders*, graduated 100, 250, or 500 mL, calibrated "to contain" (TC).
- 5.5 *Balance*, having a sensitivity of 0.1 g or better.

6. Procedure

6.1 Select a 100, 250, or 500 mL graduated cylinder appropriate for the particle size of the activated carbon to be tested. The inside diameter of the cylinder shall be at least 10 times the mean particle diameter (MPD) as determined by Test Method D 2862.

6.2 If desired, the graduated cylinder may be calibrated by the user in accordance with Practice E 542.

6.3 Obtain a representative sample of activated carbon in accordance with Practice E 300. Carefully place the sample of activated carbon into the reservoir funnel so that the material does not prematurely flow into the graduated cylinder. If this occurs, return the material to the reservoir funnel.

6.4 The feed funnel should have an outside diameter which just fits inside the chosen graduated cylinder. Adjust the height of the reservoir funnel above the vibrator trough so that a free flow of material is obtained. The drawing in Fig. 1 shows a typical apparatus using a 100 mL TC graduated cylinder.

6.5 Add the sample to the cylinder using the vibratory feeder through the feed funnel. Adjust the flow rate control to

¹ This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D38 on Activated Carbon and is the direct responsibility of Subcommittee D28.04 on Gas Phase Evaluation Tests.

Current edition approved April 1, 2009. Published May 2009. Originally approved in 1970. Last previous edition approved in 2004 as D 2854 – 96 (2004).

² For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, www.astm.org, or contact ASTM Customer Service at service@astm.org. For Annual Book of ASTM Standards volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.

³ A suitable vibratory feeder is the model F-TO vibrating feeder with standard trough 1½ by 12 in. and controller. This unit is available from PMC Corporation, Material Handling Equipment Division, 57 Cooper Ave., Homer City, PA 15748. Similar equipment is available from other suppliers.

Copyright © ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2800, United States.

由中国标准化研究院标准馆根据ASTM授权协议进行销售
地址:北京市海淀区知春路4号 邮编:100088 电子邮件: guodh@cnis.gov.cn

订单号: 201107071510184245 购买日期: 2011-07-07 授权用户: 煤炭科学研究总院

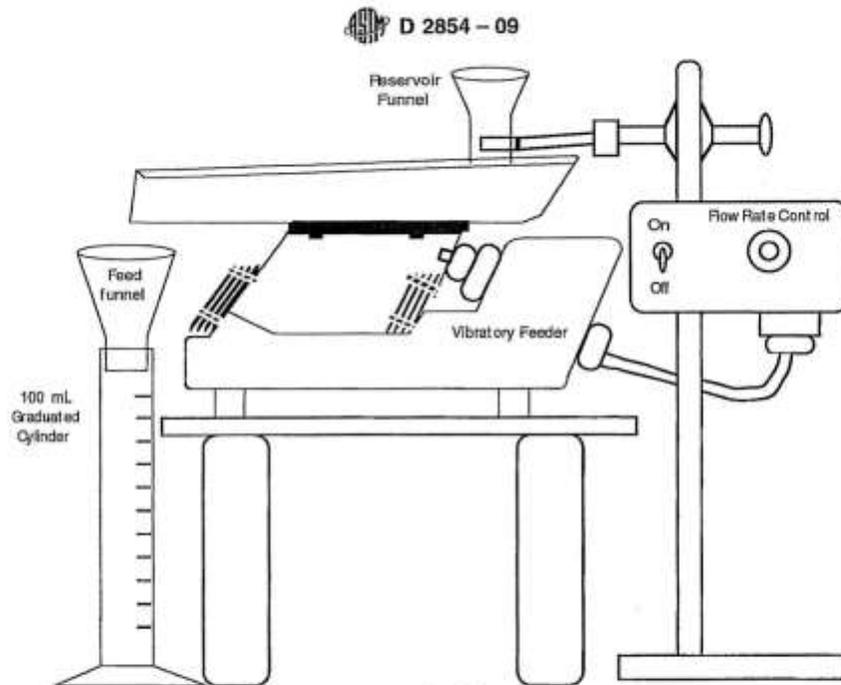


FIG. 1 Assembly of Apparatus

打单号:201107071510184245 购买日期:2011-07-07 授权用户:煤炭科学研究总院

fill the cylinder at a uniform rate not less than 0.75 or exceeding 1.0 mL/s up to the mark corresponding to the volume chosen. The graduated cylinder shall be filled to at least 50 % of its capacity.

6.6 Transfer the contents from the cylinder to a balance pan and weigh to the nearest 0.1 g.

7. Calculation

7.1 Calculate the as-received apparent density as follows:

$$\text{as-received apparent density, g/mL} = \frac{\text{mass of activated carbon in grams}}{\text{carbon volume in millilitres}} \quad (1)$$

7.2 Calculate the apparent density on the dry basis as follows:

$$\text{dry apparent density, g/mL} = \text{as-received apparent density} \times \left(1 - \frac{\% \text{ moisture}}{100}\right) \quad (2)$$

Percent moisture is determined using Test Method D 2867.

8. Report

8.1 The report should include the following:

8.1.1 Complete identification of the sample, including source, manufacturer's lot number, and carbon type.

8.1.2 The volume of the graduated cylinder and the volume of carbon used in the test.

8.1.3 The as-received apparent density, the apparent density (dry basis), and the percent moisture.

9. Precision and Bias

9.1 An interlaboratory study was run in which samples of three types of activated carbon were tested for as-received apparent density in each of five laboratories (the 8 by 30 mesh coal carbon was tested in six laboratories).⁴

9.2 The precision information given in Table 1 in grams per millilitre is for the comparison of two test results, each of which is the average of three test determinations.

9.3 The terms in Table 1 (repeatability limit and reproducibility limit) are used as specified in Practice E 177. The respective standard deviations among test results may be obtained by dividing the above limit values by 2.8.

⁴ Supporting data have been filed at ASTM International Headquarters and may be obtained by requesting Research Report RR: D28-1005.

TABLE 1 Precision information

	8 by 30 Coal	4 by 10 Coco	4 mm Pellet
Average apparent density	0.804 g/mL	0.500 g/mL	0.505 g/mL
95 % repeatability limit (within laboratory)	0.008 g/mL	0.007 g/mL	0.009 g/mL
95 % reproducibility limit (between laboratories)	0.014 g/mL	0.025 g/mL	0.034 g/mL

由中国标准化研究院标准馆根据ASTM授权协议进行销售
地址:北京市海淀区知春路4号 邮编:100088 电子邮件:guodh@cniis.gov.cn



Área superficial del carbón activo de mazorca de cacao criollo (Theobroma cacao L.) obtenido bajo tres factores de preparación en variación, Departamento de Química, UNAN-Managua, Enero-Abril 2022

 D 2854 – 09

9.4 This method has no bias because apparent density of activated carbon is defined in terms of this test method.

10. Keywords

10.1 activated carbon; granular activated carbon

ASTM International takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.

This standard is copyrighted by ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-832-9585 (phone), 610-832-9555 (fax), or service@astm.org (e-mail); or through the ASTM website (www.astm.org).

订单号:201107071510184245 购买日期:2011-07-07 授权用户:煤炭科学研究总院

由中国标准化研究院标准馆根据ASTM授权协议进行销售
地址:北京市海淀区知春路4号 邮编:100088 电子邮件:guodh@cnis.gov.cn



Anexo 8. Parámetros de calidad.

Imagen A7.1. Cenizas.



Imagen A7.2. Filtración de solución agua-carbón para material soluble en agua.



Imagen A7.3. Determinación de pH.



Imagen A7.4. Densidad aparente.

