

**UNIVERSIDAD DE PAMPLONA**  
**FACULTAD DE CIENCIAS BASICAS**  
**INSTITUTO DE BIOCOMBUSTIBLES, ENERGIAS ALTERNATIVAS Y RENOVABLES -IBEAR**  
**PROGRAMA DE ESPECIALIZACION EN TRANSFORMACION DE RESIDUOS**  
**AGROINDUSTRIALES**

**TRABAJO DE GRADO PARA OPTAR POR EL TÍTULO DE**  
***ESPECIALISTA EN TRANSFORMACIÓN DE RESIDUOS AGROINDUSTRIALES***

***TITULO:***

**EVALUACIÓN DE LA PRODUCCIÓN DE CARBÓN ACTIVADO A PARTIR DE POLLINAZA**

**AUTORES: LIBIA FONSECA GARCÍA, QUIMICA**  
**MARTHA PATRICIA RUÍZ OJEDA, QUIMICA**

**DIRECTOR DEL PROYECTO: Dr. Eliseo Amado González**

**DIRECTOR DEL PROGRAMA: Dr. Eliseo Amado González**

**PAMPLONA N. S. COLOMBIA**  
**JUNIO 2008**

**UNIVERSIDAD DE PAMPLONA**  
**FACULTAD DE CIENCIAS BASICAS**  
**INSTITUTO DE BIOCOMBUSTIBLES, ENERGIAS ALTERNATIVAS Y RENOVABLES -IBEAR**  
**PROGRAMA DE ESPECIALIZACION EN TRANSFORMACION DE RESIDUOS**  
**AGROINDUSTRIALES**

**TRABAJO PRESENTADO PARA OPTAR POR ÉL TITULO DE**  
**ESPECIALISTA EN TRANSFORMACIÓN DE RESIDUOS AGROINDUSTRIALES**

**TITULO**  
**EVALUACIÓN DE LA PRODUCCIÓN DE CARBÓN ACTIVADO A PARTIR DE POLLINAZA**

**FECHA DE INICIO DEL TRABAJO:** Enero del 2008

**FECHA DE TERMINACION DEL TRABAJO:** Mayo del 2008

**AUTOR:** LIBIA FONSECA GARCÍA, QUIMICA  
MARTHA PATRICIA RUÍZ OJEDA, QUIMICA

**DIRECTOR:** Dr. Eliseo Amado González

**OPONENTE:** \_\_\_\_\_

**DIRECTOR DEL PROGRAMA:** Dr. Eliseo Amado González

**JURADO CALIFICADOR:**

☞ **Presidente:** \_\_\_\_\_

☞ **Oponente:** \_\_\_\_\_

☞ **Secretario:** \_\_\_\_\_

**PAMPLONA COLOMBIA**  
**Junio del 2008**

## **AGRADECIMIENTOS**

*Al convenio No. 199 celebrado Universidad- empresa.*

*A DISTRAVES, quien ofreció el soporte financiero y a la UNIVERSIDAD DE PAMPLONA, en cuyas instalaciones se llevó a cabo el desarrollo de la investigación y confió en nuestro intelecto científico e Investigativo*

*Al Doctor ELISEO AMADO GONZALEZ, en cabeza del Instituto de Biocombustibles, Energías Alternativas y Renovables, IBEAR por su apoyo, a la Doctora LILIA SOCORRO CALDERON por ser excelente Jefe y contar con nosotras, al Ingeniero ORLANDO GARCIA por su colaboración, y a todos los docentes: JULIO MONROY, MARTHA ARIAS, MARTHA PINZON, XIOMARA YAÑES, CESAR VEGA, WILLIAM ROJAS Y FELIX, que aportaron su conocimiento durante este curso de especialización.*

*Al laboratorio de control de calidad, dirigido por la Ingeniera Martha Arias, quienes realizaron el análisis fisicoquímico a la pollinaza*

## DEDICATORIA

A Jorge, Ángela, Mónica y María Catalina

A mí amado inmortal Edson

Libia



A mis padres Humberto Ruíz y Martha Cecilia Ojeda

A mi prometido Leonardo Manzano Paredes

Martha Patricia Ruíz

## TABLA DE CONTENIDO

	<b>Pág.</b>
INTRODUCCIÓN	9
1. ASPECTOS TEÓRICOS	11
1.1 CARBON ACTIVADO	11
1.2 ACTIVACION QUIMICA	12
1.3 PARÁMETROS PARA LA ACTIVACIÓN QUÍMICA	13
1.3.1 Razón impregnación (deshidratante/biomasa).	13
1.3.2 Tiempo de Activación.	13
1.3.3 Temperatura de Activación	14
1.4 CARACTERIZACIÓN DEL CARBÓN ACTIVADO	14
1.4.1 Capacidad Absortiva	14
1.4.2 Área superficial.	14
1.4.3 Isotermas de adsorción.	14
1.4.4 Otros análisis para el Carbón Activado	15
1.5 APLICACIONES DEL CARBON ACTIVADO	16
1.5.1 Adsorción en fase gaseosa (hasta 1000-2000m <sup>2</sup> /g)	16
1.5.2 Adsorción en fase liquida (hasta 1000m <sup>2</sup> /g)	16
2. METODOLOGÍA	17
2.1 PREPARACIÓN DE CARBÓN ACTIVADO	19
2.2 CARACTERIZACIÓN DE LA POLLINAZA	21
2.3 CARACTERIZACIÓN DEL CARBON ACITVADO	22
2.3.1 Capacidad Adsortiva	22
2.3.2 Área superficial	23
2.3.3 Humedad	23
2.3.4 Cenizas	24
2.3.5 Densidad Aparente y pH	24
2.3.6 Porcentaje de remoción	24
2.4 APLICACIÓN DEL CARBÓN ACTIVADO A AGUAS RESIDUALES	25
3. RESULTADOS Y ANALISIS	26
3.1 CARACTERIZACION DE LA POLLINAZA	26

3.2	PREPARACION DEL CARBON ACTIVADO	26
3.2.1	Rendimiento de la carbonización	26
3.2.2	Optimización de las condiciones de preparación del carbón activado.	28
3.3	CARACTERIZACIÓN DEL CARBON ACITVADO	32
3.3.1	Capacidad Adsorptiva	32
3.3.2	Área superficial	35
3.3.3	Humedad, cenizas y densidad aparente	36
3.3.4	Porcentaje de remoción	37
3.3.5	Porcentaje de eficiencia del carbón	38
3.4	BALANCE DE MASA	39
3.4.1	Balance de masa a escala laboratorio e industrial	40
3.5	PROPUESTA PARA PLANTA PILOTO	41
4.	CONCLUSIONES	43
5.	RECOMENDACIONES	45
6.	BIBLIOGRAFÍA	46

## LISTA DE FIGURAS

		Pág.
<b>Figura 1.</b>	Representación esquemática de los principales grupos superficiales que pueden encontrarse un carbón	11
<b>Figura 2.</b>	Representación esquemática del sistema poroso de un carbón	12
<b>Figura 3.</b>	Fase I: Pretratamiento de la muestra de pollinaza	17
<b>Figura 4.</b>	Fase II: Proceso de carbonización de la muestra de pollinaza	18
<b>Figura 5.</b>	Fase III: Caracterización de la muestra de pollinaza	18
<b>Figura 6.</b>	Fase IV: Caracterización del carbón activado	19
<b>Figura 7.</b>	Fase V: Aplicación del carbón activado a aguas residuales	19
<b>Figura 8.</b>	Diagrama de Pareto para los efectos estandarizados del carbón activado preparado con <b>a)</b> ácido <b>b)</b> con base	30
<b>Figura 9.</b>	Superficie de respuesta para la optimización del proceso de preparación de carbón activado, <b>a)</b> con ácido, <b>b)</b> con base	31
<b>Figura 10.</b>	Curva de calibración para el azul de metileno	33
<b>Figura 11.</b>	Isoterma de adsorción de azul de metileno con carbón activado preparado con <b>a)</b> acido fosfórico al 30%. <b>b)</b> hidróxido de potasio al 30%	34
<b>Figura 12.</b>	Isoterma de adsorción de Índice de yodo con carbón activado preparado con <b>a)</b> acido fosfórico, 30%. <b>b)</b> hidróxido de potasio, 30%	36
<b>Figura 13.</b>	Porcentaje de remoción de azul de metileno con carbón activado preparado con <b>a)</b> H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 30%. <b>b)</b> KOH 30%.	38
<b>Figura 14.</b>	Proceso de obtención del carbón activado tanto con acido fosfórico como hidróxido de potasio al 30%.	39
<b>Figura 15.</b>	Propuesta de planta piloto para la producción de carbón activado a partir de pollinaza	42

## LISTA DE TABLAS

		<b>Pág.</b>
<b>Tabla 1.</b>	Condiciones experimentales codificadas de 1 a 15, se utiliza un diseño experimental factorial fraccional empleado en la optimización	21
<b>Tabla 2.</b>	Análisis fisicoquímico realizados a la pollinaza	26
<b>Tabla 3.</b>	Porcentajes de rendimiento para los carbones activados obtenidos a partir de ácido y base.	27
<b>Tabla 4.</b>	Actividades en función de las condiciones de relación de impregnación, temperatura y tiempo de carbonización	28
<b>Tabla 5.</b>	Análisis de varianza para la actividad	29
<b>Tabla 6.</b>	Condiciones operacionales optimas para la preparación de carbón activado	32
<b>Tabla 7.</b>	Datos obtenidos para la curva de calibración de azul de metileno.	32
<b>Tabla 8.</b>	Datos obtenidos de los isotermas de carbón activado con azul de metileno con acido fosfórico y base de hidróxido de potasio.	34
<b>Tabla 9.</b>	Datos obtenidos de los isotermas índice de yodo del carbón activado con soluciones de yodo con acido fosfórico y base de hidróxido de potasio.	36
<b>Tabla 10.</b>	En el análisis de humedad, cenizas y densidad aparente para el carbón activado preparado con acido y preparado con base.	37
<b>Tabla 11.</b>	Datos obtenidos de los porcentajes de remoción del carbón activado con acido y base en soluciones de azul de metileno.	38
<b>Tabla 12.</b>	Balance de masa a escala de laboratorio	40
<b>Tabla 13.</b>	Balance de masa a escala industrial	41



## INTRODUCCIÓN

La biomasa es cualquier materia orgánica derivada de residuos vegetales y animales que se caracteriza por su alto contenido de carbono. Dentro de los residuos vegetales se encuentra el tamo de arroz, la cáscara de coco y el bagazo de palma entre otros (Ioannidou, O., Zabaniotou, A. 2007); de los residuos animales tenemos la bovinaza, porcínaza y la pollinaza de la industria avícola como materia de interés. Los residuos de excretas animales se acumulan generando un impacto en el sector ambiental y en la salud, por emisión de sustancias tóxicas. Actualmente se han creado estrategias para la gestión de residuos agro-industriales para el manejo y reducción del volumen generado (Spahis, N. *et al.*, 2008).

Una estrategia para la conversión de residuos de pollinaza es aplicada en la preparación y caracterización de carbón activado, derivado a partir de conversión termo-química de excremento de pollo (Koutcehiko, S. *et al.*, 2007), por activación física con dióxido de carbono a 800 °C por 30 minutos. Igualmente se han realizado pruebas de pirolisis de pollinaza para evaluar la cinética de degradación (Kim S., Agblevor, F., 2007).

En la presente investigación se realizó una optimización de la producción de carbón activado a partir de pollinaza, mediante la activación química bajo dos agentes deshidratantes el hidróxido de potasio y el ácido fosfórico. Se utilizó razones de impregnación de 1:1, 2:1 y 3:1, temperaturas de carbonizado de 350, 400 y 450 °C y tiempos de 15, 30 y 45 minutos. Se realizó la caracterización fisicoquímica del precursor y se realizaron pruebas de adsorción del carbón activado incluida una aplicación del carbón activado obtenido en el tratamiento de aguas residuales provenientes de la empresa DISTRAVES.

A partir de los resultados obtenidos se propone un método viable con las condiciones más eficientes para la producción de carbón activado en una planta piloto generando un nuevo

producto de la industria avícola aplicado a las aguas residuales.

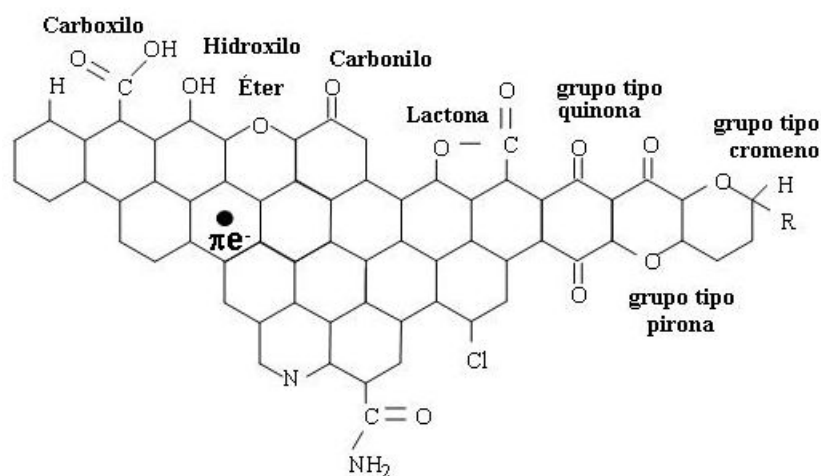
Igualmente, esta investigación contribuye al fortalecimiento de vínculos del sector científico- agroindustrial y ambiental colombiano, a la formación de investigadores-estudiantes (especialización y maestría) y a la publicación del conocimiento mediante congresos, ponencias, seminarios y publicaciones

El presente informe consta de las siguientes partes: aspectos teóricos; metodología, donde se detallan las condiciones experimentales empleadas en cada prueba; resultados y análisis, en donde se realiza una interpretación de los resultados obtenidos; conclusiones y recomendaciones.

# 1. ASPECTOS TEÓRICOS

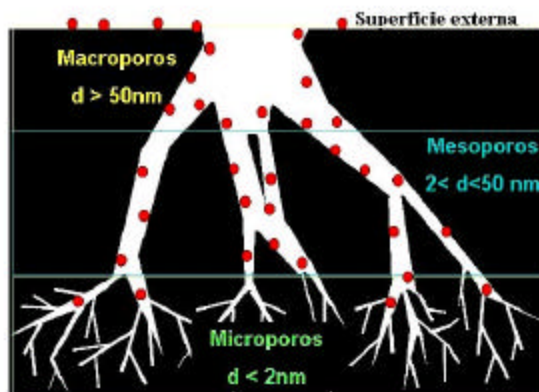
## 1.1. CARBÓN ACTIVADO

El carbón activado es un sólido con una estructura cristalina reticular similar a la del grafito que se caracteriza por presentar numerosos grupos funcionales sobre la superficie, una gran área superficial interna y de poro, y la capacidad de adsorción de moléculas gaseosas, sólidas o líquidas, razón por la cual el carbón activado se utiliza en procesos de filtración y eliminación de olores y sabores indeseable (Bayona, O., Sanchez, M., 2006), dándose en diferentes fases de aplicación, líquidas o gaseosas (ver Figura 1 ).



**Figura 1.** Representación esquemática de los principales grupos superficiales que pueden encontrarse en un carbón (Bayona, O., Sanchez, M., 2006)

El tamaño de poro del carbón activado determina su rango de aplicabilidad, los poros de un carbón activado se clasifican en orden creciente de su tamaño en: microporos, mesoporos y macroporos (Bayona, O., Sanchez, M., 2006), en la Figura 2 se presenta un esquema del sistema poroso de un carbón



**Figura 2.** Representación esquemática del sistema poroso de un carbón (Bayona, 2006)

Las aplicaciones del carbón activado son extremadamente versátiles y tiene su mayor uso en el ámbito industrial, para la remoción de especies por adsorción desde una fase líquida o gaseosa, en la purificación de productos o en la recuperación de compuestos químicos. Además, el carbón activado puede servir de soporte en la catálisis de compuestos. En el tratamiento de aguas potables se usa para la refinación del agua, removiendo compuestos orgánicos formados en el proceso, o que no se removieron (Cardona, 2006)

Los residuos agroindustriales debido a su bajo contenido de cenizas, constituyen una alternativa para la producción de carbón activado de excelente calidad, a un bajo costo (Días, J., *et al.*, 2007).

## 1.2. ACTIVACIÓN QUÍMICA

La activación química, es un método de producción de carbón activado. El proceso se realiza en dos pasos simultáneamente: el primero es el mezclado del precursor con el agente activante, que actúa como deshidratante de los compuestos orgánicos y oxidante de la biomasa; el segundo, es la carbonización y activación a bajas temperaturas (Ioannidou, O., Zabaniotou, A. 2007), donde se produce el desarrollo del poro.

Los agentes químicos activantes más empleados son: KOH (Guo, J., Lua, A., 2007), NaOH (Lillo-Rodenas, M. A., 2007), H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (Gerçel, O., Gerçel, F., 2007), H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> (Nakagawa, *et al.*, 2007), K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> (Carvalho, A. P., 2004) y ZnCl<sub>2</sub> (Yalcin, N., Sevinc, V.

2000); este ultimo restringido desde 1970 por razones ambientales.

### **1.3. PARÁMETROS PARA LA ACTIVACIÓN QUÍMICA**

En la producción de carbón activado por activación química, los balances de materia dependen de las condiciones empleadas y de cada una de las variables independientes que puedan afectar las características adsorptivas del carbón, además del rendimiento y su densidad. Las variables más importantes en el proceso son: razón de impregnación, temperatura y tiempo de carbonización (Gratuito, M. K. B., *et al.* 2007)

**1.3.1. Razón de impregnación (deshidratante/biomasa).** En los procesos de activación química, la impregnación es la razón de la cantidad del agente químico con respecto al peso de la biomasa como precursor. La función de los agentes químicos es deshidratar causando el aumento de los poros. Sin embargo, un exceso de agente químico puede causar el colapso de los poros. La concentración óptima de ácido fosfórico encontrada por ejemplo, para el sorgo fue de 35 %, resultando mejor área superficial y desarrollo de la porosidad (Guo, J., Lua, A., 2007)

**1.3.2. Tiempo de Activación.** En el proceso de producción del carbón activado, el tiempo de activación sirve para eliminar la humedad y los componentes volátiles de la mezcla biomasa- agente activante, y permite el desarrollo del poro en el precursor. El final de la producción de los compuestos volátiles marca la formación de la estructura porosa básica; la activación podría estar limitada en este punto.

Un mayor tiempo de activación implica la ampliación del tamaño de poro a expensas del área superficial; mientras que un menor tiempo de activación reduce el consumo energético (Guo, J., Lua, A., 2007). En el caso del ácido fosfórico, un tiempo de activación menor a 30 minutos, produce una inhibición de la oxidación del carbón. Sin embargo, a

tiempos mayores (30-60 minutos), las especies enlazadas con el fosfato dejan la superficie carbonosa, dando lugar a la degradación del carbón (Haimour y Emeish, 2006)

**1.3.3. Temperatura de activación.** La aplicación de calor a un material impregnado, acelera la degradación térmica y el proceso de volatilización; además, favorece el desarrollo de los poros, el aumento de superficie y la posterior pérdida de masa. La selección de la temperatura de activación, se basa en varios factores que incluyen el tipo de precursores y el agente químico utilizado.

Las temperaturas de activación para diferentes biomásas esta entre 400-800°C (Diao, et al., 2002); mientras para otros materiales, es alrededor de 900°C (Karacan, et al., 2007). La temperatura de activación óptima para cáscaras de coco impregnadas con ácido fosfórico fué de 450 °C (Lainer, J., *et al.* 2007).

## **1.4. CARACTERIZACIÓN DEL CARBÓN ACTIVADO**

**1.4.1. Capacidad Absortiva.** Se utiliza la norma ASTM D 3860-89a para la determinación de la capacidad adsortiva del carbón activado por fase acuosa con azul de metileno y se evalúa la presencia de macroporos o mesoporos.

**1.4.2. Área superficial.** Se utiliza la norma ASTM D 4607-87 para determinar área superficial del carbón activado en la adsorción de compuestos en solución.

**1.4.3. Isotermas de adsorción.** Con las normas ASTM D 3860-89a y la norma ASTM D 4607-87 se evalúa la capacidad para remover sustancias de una solución del carbón activado por el mecanismo de adsorción, mediante la construcción de isotermas de adsorción. Las isotermas son expresiones de equilibrio que relacionan la cantidad de soluto removido por unidad de masa de carbón activado adicionado (carga del carbón, q)

con la concentración residual de soluto en la solución ( $C_e$ ). Esa condición de equilibrio ha sido estudiada, y bajo algunas suposiciones, se han desarrollado varios modelos de isothermas con varios parámetros que se determinan, empleando datos experimentales de procesos de adsorción y haciendo un ajuste mínimo cuadrados. Los modelos de isothermas mas comúnmente empleados son los de Langmuir y de Freundlich. (Guo, J., Lua, A., 2007), (Gou, J., Chong, A., 2002), (Guo, J., Lua, A., 1998), (Heschel, W., Klose, E., 1995).

### Isotermas de Langmuir

$$\frac{C_A}{q_A} = \frac{1}{QK} + \frac{C_A}{Q}$$

*Ecuación 1*

$C_A$  : concentración de equilibrio del soluto en el liquido

$q_A$  : capacidad de intercambio en el equilibrio

$Q$ : constante relacionada con los lugares ocupados y libres en la superficie del adsorbente

$K$ : Constante de equilibrio de la reacción

### Isoterma de Freundlich

$$q_A = K(C_A)^{\frac{1}{n}}$$

*Ecuación 2*

$q_A$ : capacidad de intercambio en el equilibrio

$C_A$ : Concentración de equilibrio del soluto en el liquido

$K$ : constante

$n$ : constante adimensional

**1.4.4. Otros análisis para el Carbón Activado.** La norma ASTM D 2866-83 es un método estándar de ensayo para contenido total de cenizas usando altas temperaturas (entre  $650 \pm 40$  °C) por tres horas; la norma ASTM D 2867-83 este método estándar para ensayo de humedad indica el contenido de agua en relación con el peso neto del carbón: la muestra es secada a  $150 \pm 40$  °C por una hora, la norma ASTM D 2845-89 es un método estándar para la prueba de densidad aparente de carbón activado. El porcentaje de remoción, relaciona la diferencia de concentraciones antes y después del tratamiento de

una solución con carbón activado.

## **1.5. APLICACIONES DEL CARBON ACTIVADO.**

En la industria de diversos procesos alimenticios y químicos se generan cantidades de residuos contaminantes provenientes de los procesos de manufactura, estos residuos son compuestos tóxicos ya sean en fase gaseosa y fase líquida. Los tipos de industrias en las cuales se generan estos residuos son:

### **a. Alimenticias**

- Avícolas
- Piscicultura
- Porcinos
- Producción de alimentos (café, cacao, palma u otros)

### **b. Químicas**

- Curtiembres
- Galvanoplastia
- Minería
- Petróleo

**1.5.1. Adsorción en Fase gaseosa (hasta 1000-2000m<sup>2</sup>/g).** Adsorbe compuestos volátiles como gases tóxicos o vapores, obtenidos de la descomposición de materia o combustión de la misma.

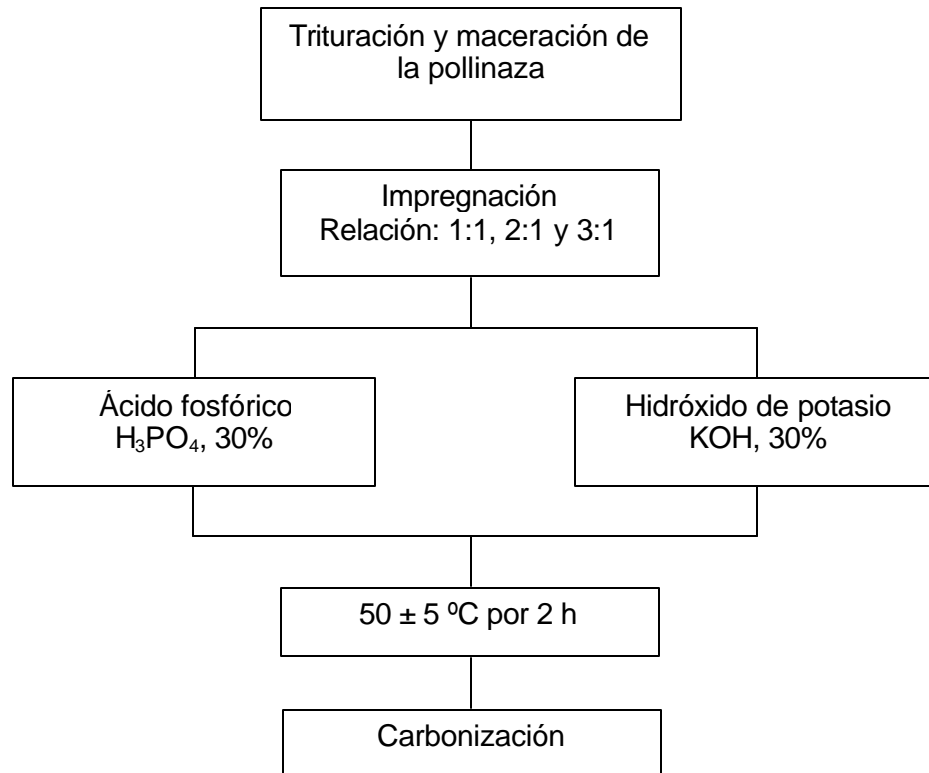
**1.5.2. Adsorción en fase líquida (hasta 1000m<sup>2</sup>/g).** Adsorbe compuestos coloreados principalmente sólidos en exceso que se encuentran disueltos en agua como iones en solución. Existe dos formas de utilizar el carbón activado.

- Pulverizado
- granulado

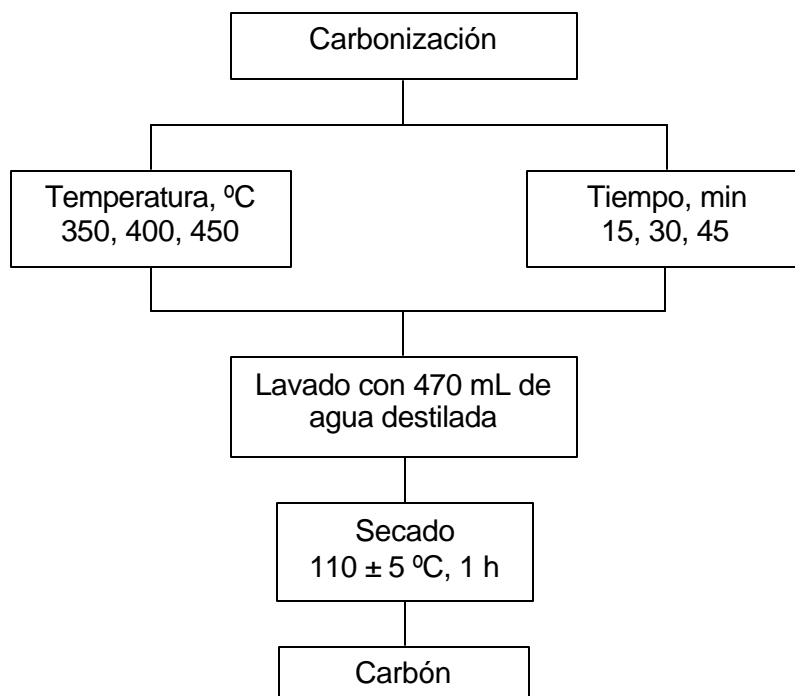


## 2. METODOLOGÍA

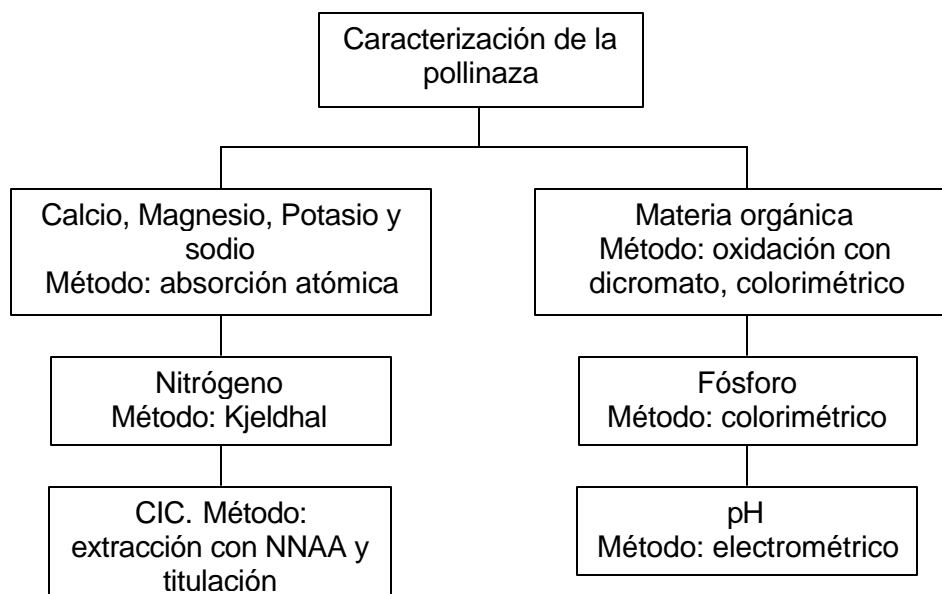
La metodología experimental para la producción del carbón activado se realizó en cinco fases.



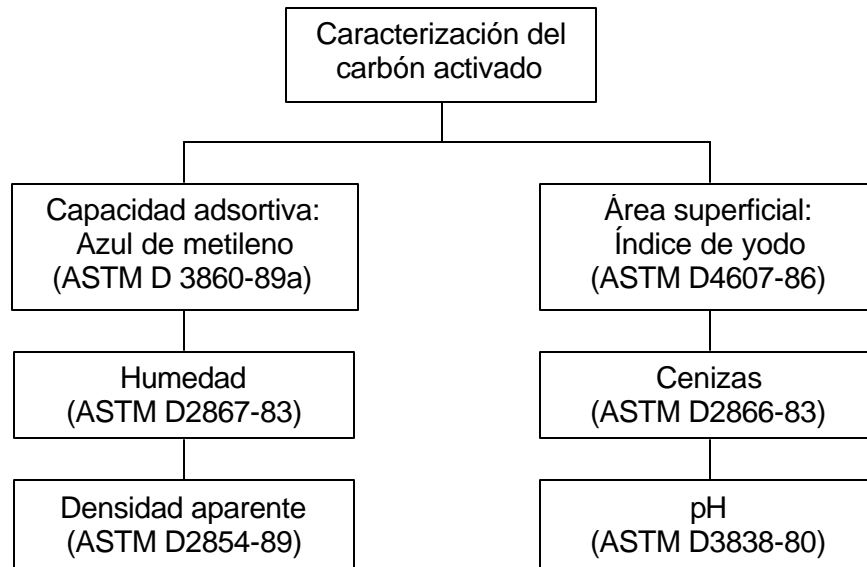
**Figura 3.** Fase I: Pretratamiento de la muestra de pollinaza.



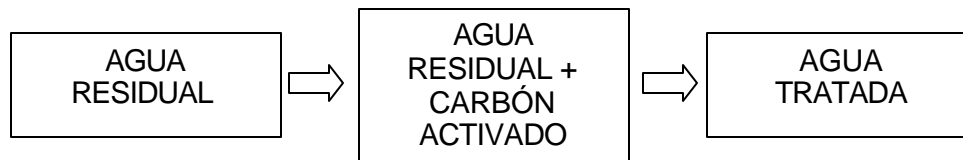
**Figura 4.** Fase II: Proceso de carbonización de la muestra de pollinaza.



**Figura 5.** Fase III: Caracterización de la muestra de pollinaza.



**Figura 6.** Fase IV: Caracterización del carbón activado.



**Figura 7.** Fase V: Aplicación del carbón activado a aguas residuales.

## 2.1 PREPARACIÓN DE CARBÓN ACTIVADO

Se pesó 5 g de pollinaza y se impregnó con agente activante (ácido fosfórico o hidróxido de potasio) durante 2 horas a una temperatura de  $50 \pm 5^\circ \text{C}$ . La razón de impregnación es la relación entre la cantidad añadida de agente y el peso del precursor, de tal manera que: 1 corresponde a 5 mL de agente activante / 5 g de pollinaza; 2 a 10 mL de agente activante / 5 g de precursor y 3 a 15 mL de agente añadidos a 5 g de precursor (ver Figura

3).

En el proceso de carbonización (ver Figura 4), se usaron temperaturas de 350, 400 y 450 °C a diferentes tiempos: 15, 30 y 45 min. Una vez finalizada la carbonización, el carbón se lavó con 470 mL de agua destilada hasta un pH de 6-7; por último, se secó a  $110 \pm 5$  °C durante 1 hora. Se pesó y se determinó el porcentaje de recuperación como sigue:

$$\% \text{ Recuperación} = \frac{P_f}{P_i} \times 100$$

*Ecuación 3*

Donde:

$P_i$  = peso de la pollinaza

$P_f$  = peso del carbón activado

Para optimizar la preparación del carbón activado se empleó un diseño experimental factorial fraccional (Myers, R., Montgomery D., 2002; Otto, 1999). Las variables consideradas en el proceso fueron: relación de impregnación, temperatura y tiempo de carbonización. Los niveles de dichos factores se encuentran codificados como -1 para el nivel más bajo, 0 para el intermedio y 1 para el más alto. En la Tabla 1 se presentan las condiciones experimentales, empleadas para cada agente activante y para cada uno de los 15 experimentos. Los experimentos 13 a 15 corresponden a las réplicas en el punto central del diseño, empleados para determinar el error experimental

El análisis del diseño experimental se llevó a cabo usando una metodología de superficie de respuesta con ayuda del *Software* estadístico STATGRAPHICS *Plus* 5.1 para Windows

**Tabla 1.** Condiciones experimentales codificadas de 1 a 15, se utiliza un diseño experimental factorial fraccional empleado en la optimización .

Experimento	Niveles codificados			Relación de Impregnación	Tiempo min	Temperatura °C
	R. I.	t	T			
1	-1	-1	0	1	15	400
2	-1	1	0	1	30	400
3	1	-1	0	3	15	400
4	1	1	0	3	45	400
5	-1	0	-1	1	30	350
6	-1	0	1	1	30	450
7	1	0	-1	3	30	350
8	1	0	1	3	30	450
9	0	-1	-1	1	15	350
10	0	-1	1	1	15	450
11	0	1	-1	2	45	350
12	0	1	1	2	45	450
13	0	0	0	2	30	400
14	0	0	0	2	30	400
15	0	0	0	2	30	400

R.I.: relación de impregnación. 1: 5 ml de agente. 2:10 ml de agente. 3:15 ml de agente.

T: temperatura.

t: tiempo.

## 2.2 CARACTERIZACIÓN DE LA POLLINAZA

En la Figura 5 se presenta los distintos métodos utilizados en la caracterización de la pollinaza.

## 2.3 CARACTERIZACIÓN DEL CARBÓN ACTIVADO

La Figura 6 muestra el procedimiento utilizado en la caracterización de cada uno de los carbones obtenidos empleando ácido fosfórico e hidróxido de potasio.

**2.3.1 Capacidad adsortiva.** la capacidad adsortiva del carbón activado fué determinada mediante la norma ASTM D 3860-89a, 1991 (técnica de la isoterma en fase acuosa), para la cual se empleó el azul de metileno como adsorbato. La expresión representativa del poder adsorbente es: mg de azul de metileno adsorbido por gramos de carbón activado, indicado en la siguiente ecuación:

$$Actividad = \frac{X}{M} = \frac{(C_o - C).V}{M}$$

*Ecuación 4*

Donde:

X/M = cantidad de azul de metileno adsorbido por peso del carbón, mg/g

C<sub>o</sub> = concentración del adsorbato antes del tratamiento con el carbón

C = concentración del adsorbato después del tratamiento con el carbón

V = volumen de la muestra, L

P = peso del carbón, g

La concentración final de azul de metileno se determinó empleando una curva de calibración de absorbancia (560 nm) contra concentración de azul de metileno, para lo cual se prepararon patrones de 0; 20; 30; 40 y 50 ppm, a partir de un stock de 652 ppm

El tratamiento de cada solución con el carbón activado se realizó de la siguiente manera: se pesaron  $0,0210 \pm 0,0001$  gramos de carbón activado y se adicionaron 10mL de cada solución de azul de metileno. La muestra se agitó por 5 minutos a 4 revoluciones/minuto y se centrifugó durante 5 minutos; la fase acuosa fue empleada para medir la absorbancia final en el espectrofotómetro

Para determinar la máxima capacidad adsorptiva del carbón se realizaron extracciones sucesivas del adsorbato con el mismo carbón, para lo cual se empleó una solución de 50 ppm; posterior a cada extracción se midió la Absorbancia para determinar la relación X/M

**2.3.2 Área superficial.** El área superficial se calculó con el índice de yodo, de acuerdo con la norma ASTM D4607-86, 1991. El índice de yodo esta definido como los miligramos de yodo adsorbidos de una solución acuosa por 1 gramo de carbón activado, cuando la concentración de yodo en el filtrado es de 0,002N. Se llevo a cabo según la norma.

El cálculo del índice de yodo se realizo utilizando la siguiente ecuación:

$$In = \frac{X}{M} = A - \frac{(2.2 * B * V)}{(M)}$$

*Ecuación 5*

$$A = N_1 * 1269,3$$

$$B = N_2 * 126,93$$

En donde:

$N_1$  = normalidad de la solución de yodo.

$N_2$  = normalidad de la solución de tiosulfato de sodio

V = volumen de la solución de tiosulfato de sodio en mL

M = masa del carbón activado en gramos

**2.3.3 Humedad.** El porcentaje de humedad se determinó de acuerdo con la norma ASTM D2867-83, 1991. Se pesó  $0.5001 \pm 0.002$  gramos de las muestras codificadas como 8a (preparado a partir de acido) y 6b (preparado a partir de base), en un crisol con tapa, se secó a  $150 \pm 10$  °C durante una hora. Se dejo enfriar, se pasó a un desecador por 10 minutos y se pesó. Se calculó el porcentaje de humedad de la siguiente manera:

$$\% Humedad = \frac{(C - D)}{(C - B)} \times 100$$

*Ecuación 6*

Donde:

C = peso de la capsula con tapa más la muestra húmeda, g

D = peso de la capsula con tapa más la muestra seca, g

B = peso de la capsula con tapa, g

**2.3.4 Cenizas.** El porcentaje de cenizas se determinó de acuerdo con la norma ASTM D2866-83, 1991. Se pesaron 0.4898 gramos de la muestra codificada como 8a y 0,4773 g de la muestra 6b, en un crisol con tapa, se incineró a  $650 \pm 10$  °C durante tres horas. Se dejó enfriar, se pasó a un desecador por 10 minutos y se pesó. Se calculó el porcentaje de cenizas de la siguiente manera:

$$\% \text{Cenizas} = \frac{(D - B)}{(C - B)} \times 100$$

*Ecuación 7*

Donde:

C = peso del crisol más la muestra original, g

D = peso del crisol más la muestra incinerada, g

B = peso del crisol, g

**2.3.5 Densidad Aparente y pH.** La densidad aparente del carbón activado y el pH se determinaron de acuerdo con las normas ASTM D 2854-89, 1991 y D3838-80, 1991, respectivamente. La densidad aparente se calculó de acuerdo con la ecuación:

$$\text{Densidad Aparente (g/mL)} = 1 \cdot 10^{-4} (\text{peso del carbón activado}) \cdot (100 - \% \text{ humedad})$$

*Ecuación 8*

**2.3.6 Porcentaje de Remoción.** Es la eficiencia de carbón activado en la adsorción de compuestos (azul de metileno) presente en el agua y por tanto, la cantidad a utilizar y su vida útil, es función de factores como: concentración de la solución, superficie específica y pH del agua. Está dada por la diferencia de las concentraciones sobre la concentración inicial de soluto.



$$\% \text{ Remoción} = \frac{(VCi - VCf)}{(VCi)} \times 100$$

*Ecuación 9*

Donde:

V = volumen de la muestra

Ci = concentración inicial, antes del tratamiento con carbón activado

Cf = concentración final, después del tratamiento con carbón activado

## 2.4 APLICACIÓN DEL CARBÓN ACTIVADO A AGUAS RESIDUALES

Con el fin de comprobar la eficiencia de remoción del carbón activado de sustancias contaminantes en aguas residuales, se realizó un análisis colorimétrico al agua residual antes y después del tratamiento con el carbón activado, obtenido de la pollinaza. Para lo cual se empleó el espectrofotómetro HACH DR/2010 con la programación del método p120 color, a una longitud de onda de 455 nm (ver Figura 6). La muestra de lodo, proveniente de PETAR fue suministrada por la empresa DISTRAVES. La muestra de lodo fue diluida hasta 1 %V/V, medida antes y después del tratamiento con carbón activado en unidades de color Pt Co. La eficiencia en la remoción de sustancias en el agua residual se calculó de acuerdo a la siguiente ecuación:

$$\% \text{ Eficiencia} = \frac{Ci - Cf}{Ci} \times 100$$

*Ecuación 10*

Donde:

Ci = medida del color antes del tratamiento con el carbón activado

Cf = medida del color después del tratamiento con el carbón activado

### 3. RESULTADOS Y ANÁLISIS

#### 3.1 CARACTERIZACIÓN DE LA POLLINAZA

Los resultados de los análisis fisicoquímicos realizados a la pollinaza se resumen a continuación en la Tabla 2

**Tabla 2.** Análisis fisicoquímicos realizados a la pollinaza

Parámetro	Unidades	Método	Resultado
pH	Unidades de pH	Electrométrico	7,9
CIC*	meq/100g	Extracción con NNAA y titulación	2,19
Nitrógeno	%	Kjeldhal	4,21
Materia orgánica	%	Oxidación con dicromato, colorimétrico	50,49
Fosforo	mg/Kg	Colorimétrico	4316,78
Calcio	meq/100g	Extracción con NNAA, AA**	50,37
Magnesio	meq/100g	Extracción con NNAA, AA**	19,61
Potasio	meq/100g	Extracción con NNAA, AA**	13,12
Sodio	meq/100g	Extracción con NNAA, AA**	12,01

\*CIC: capacidad de intercambio catiónico

\*\*AA: absorción atómica

#### 3.2. PREPARACIÓN DEL CARBÓN ACTIVADO

**3.2.1 Rendimiento de la carbonización.** En la Tabla 3 se muestran los porcentajes de rendimiento para el proceso de impregnación y carbonización de la pollinaza obtenidos a

partir de ácido fosfórico y de hidróxido de potasio.

**Tabla 3.** Porcentajes de rendimiento para los carbones activados obtenidos a partir de ácido y base

Muestra	% Rendimiento	
	Ácido	Base
1	78,8	7,55
2	81,2	43,1
3	48,9	38,6
4	55,9	27,3
5	72,6	45,1
6	75,3	36,7
7	37,9	40,2
8	60,3	33,2
9	49,2	28,6
10	70,9	45,4
<b>11</b>	56,9	<b>70,5</b>
<b>12</b>	<b>90,4</b>	38,6
13	55,8	31,5
14	71,5	38,1
15	54,2	28,4

De acuerdo con la Tabla 3, los porcentajes de recuperación oscilan entre 7,55 a 90,4% para ambos casos. Con  $H_3PO_4$ , el mayor rendimiento se obtuvo por encima del 80% para las muestras 2 y 12 (81,2 y 90,4, respectivamente). En el caso del KOH el mayor rendimiento se obtuvo para la muestra 11 con 70.5 %.

**3.2.2 Optimización de las condiciones de preparación del carbón activado.** En la Tabla 3 se muestra la respuesta entendida como actividad del carbón activado en la extracción de azul de metileno en función de las condiciones experimentales codificadas de 1 a 15.

A partir de los datos de la Tabla 4, se deduce que la actividad más alta para carbón activado preparado a partir de ácido, se obtuvo en el experimento 8, relación de impregnación 3: 15 mL añadidos de agente, 450 °C y 30 min de carbonización (ver Tabla 1), donde se obtuvo una actividad de 3772,2 para el carbón activado preparado utilizando  $H_3PO_4$ . En el caso del carbón activado obtenido utilizando KOH, se encontró que el diseño correspondiente al experimento 6 , relación de impregnación 1: 5 mL de agente, 450 °C y 30 min de carbonización (ver Tabla 1), se obtuvo un valor máximo de actividad de 3789,1.

**Tabla 4.** Actividades en función de las condiciones de relación de impregnación, temperatura y tiempo de carbonización

Experimento	Actividad	
	Ácido	Base
1	3596,5	3282,8
2	3110,2	3492,9
3	3730,8	3541,1
4	3303,4	3668,4
5	3730,6	3606,7
<b>6</b>	2911,3	<b>3789,1</b>
7	3210,4	3448,1
<b>8</b>	<b>3772,2</b>	3723,4
9	3634,1	3420,5
10	3730,8	3654,8
11	3709,7	3623,6
12	3640,8	3744,6

13	3664,9	3716,5
14	3651,2	3620,2
15	3713,3	3672,2

El análisis de varianza, ANOVA (ver Tabla 5) para la respuesta, permitió evaluar la significancia de las variables estudiadas: cantidad añadida de agente activante, temperatura y tiempo de carbonización. Con base en el valor p (nivel de significancia) menores de 0,05, se encuentra que solo tienen un efecto significativo la relación de impregnación y la interacción relación de impregnación-temperatura en el proceso de preparación de carbón activado a partir de  $H_3PO_4$  30 %. Mientras que para la preparación de carbón activado a partir de hidróxido de potasio al 30 %, solo la temperatura muestra un efecto significativo; en ambos casos con un nivel de confianza del 95,0 %

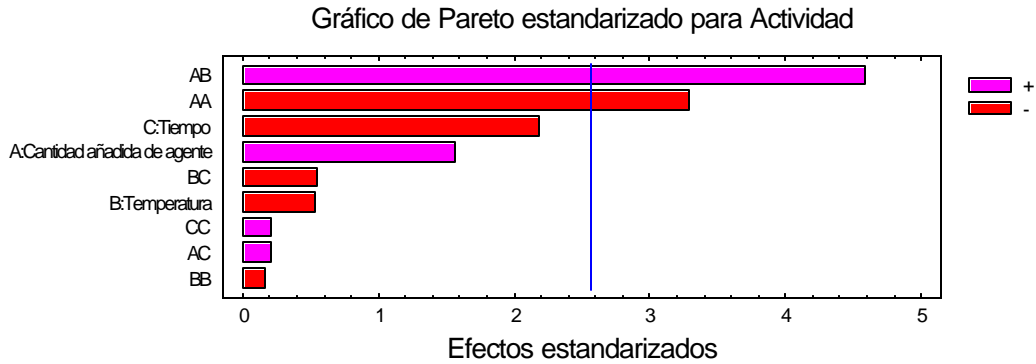
**Tabla 5.** Análisis de varianza para la actividad

Variable	Relación F		Valor p	
	Ácido	Base	Ácido	Base
A: Cant añadida de agente	2,46	0,45	0,1774	0,5300
<b>B: Temperatura</b>	0,29	6,84	0,6130	<b>0,0473</b>
C: Tiempo	4,75	4,11	0,0812	0,0983
<b>AA</b>	10,75	1,55	<b>0,0220</b>	0,2681
<b>AB</b>	21,02	0,18	<b>0,0059</b>	0,6901
AC	0,04	0,14	0,8527	0,7215
BB	0,03	0,58	0,8713	0,4820
BC	0,30	0,27	0,6063	0,6282
CC	0,04	3,19	0,8487	0,1340

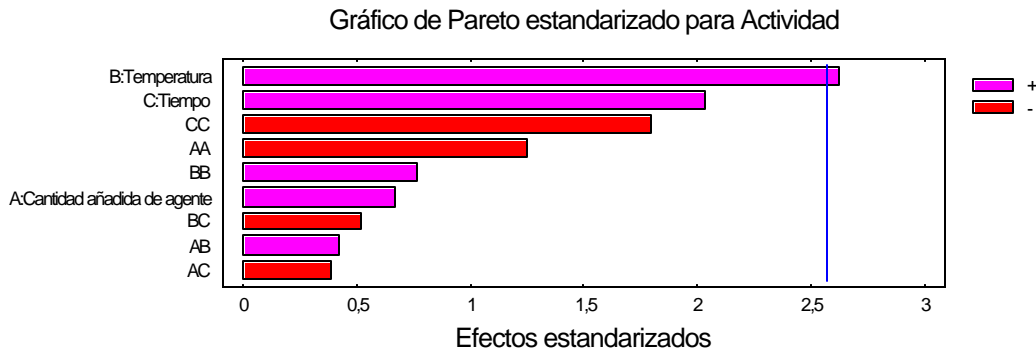
El diagrama de Pareto en las Figuras 8a y 8b, muestran el orden decreciente de magnitud el efecto de cada factor. La longitud de cada barra es proporcional al efecto estandarizado (efecto estimado/error estándar). Las barras que se extienden mas allá de

la línea corresponden a los efectos significativos.

a)

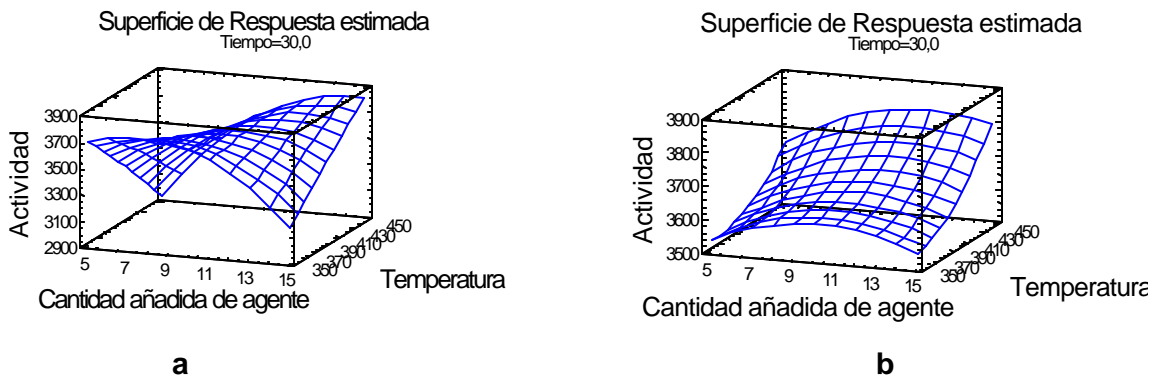


b)



**Figura 8.** Diagrama de Pareto para los efectos estandarizados del carbón activado preparado con **a)** ácido **b)** con base

En la Figura 9 se muestra la superficie de respuesta obtenida a partir de la optimización de la preparación de carbón activado y las condiciones mas optimas del proceso obtenidas a partir de la matriz de diseño experimental.



**Figura 9.** Superficie de respuesta para la optimización del proceso de preparación de carbón activado, **a)** con ácido, **b)** con base

La ecuación generada para la superficie de respuesta, de la actividad del carbón activado preparado con ácido es:

$$A = 7071,99 - 336,004*C - 8,45414*T + 8,17489*t - 10,2799*C^2 + 1,38105*CT + 0,196362* Ct - 0,00534387*T^2 - 0,0551774*Tt + 0,0699664*t^2$$

La ecuación generada para el preparado de carbón activado con base es:

$$A = 4566,77 + 33,3464*C - 11,6533*T + 50,3572*t - 2,84835*C^2 + 0,0928662*CT - 0,276222* Ct + 0,017362*T^2 - 0,0377512*Tt - 0,454034*t^2$$

Donde:

A = actividad

C = cantidad añadida de agente activante

T = temperatura

t = tiempo

En la Tabla 6 se presentan las condiciones experimentales más favorables en el proceso de preparación de carbón activado utilizando ácido fosfórico o hidróxido de potasio.

**Tabla 6.** Condiciones operacionales optimas para la preparación de carbón activado

Factores	Niveles		Valor optimo	
	Inferior	Mayor	Ácido	Base
Cantidad añadida de agente activante, mL	5	15	<b>14</b>	<b>11,6</b>
Temperatura, °C	350	450	<b>450</b>	<b>450</b>
Tiempo, min	15	45	<b>15</b>	<b>33</b>

### 3.3 CARACTERIZACIÓN DEL CARBÓN ACTIVADO

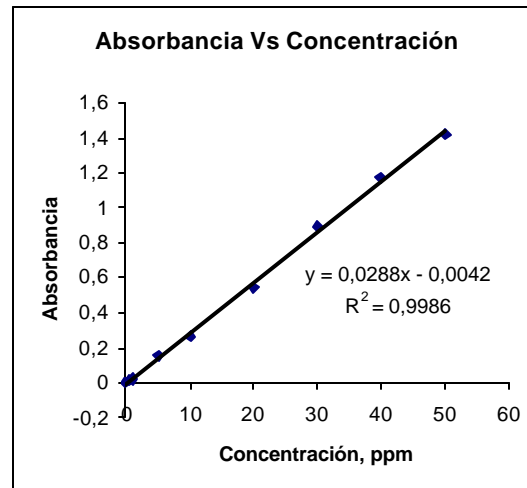
**3.3.1 Capacidad adsortiva.** Para definir la capacidad de adsorción del carbón activado en soluciones, se muestran las isothermas de carbón activado preparado con acido y base. La tabla 7 muestra los datos obtenidos para la curva de calibración de azul de metileno. En la Figura 10 se presenta la curva de calibración para el azul de metileno.

**Tabla 7.** Datos obtenidos para la curva de calibración de azul de metileno.

Absorbancia	Concentración ppm
0	0
0,5	0,009
1	0,02
5	0,156
10	0,264
20	0,55
30	0,891



40	1,172
50	1,412



**Figura 10.** Curva de calibración para el azul de metileno

La tabla 8 muestra los datos obtenidos de las isotermas de carbón activado preparado con  $\text{H}_3\text{PO}_4$  y con KOH usando concentraciones de soluciones de azul de metileno. El comportamiento de la actividad del carbón activado tanto para el ácido como para la base para la adsorción de azul metileno es directamente proporcional a la concentración de la solución.

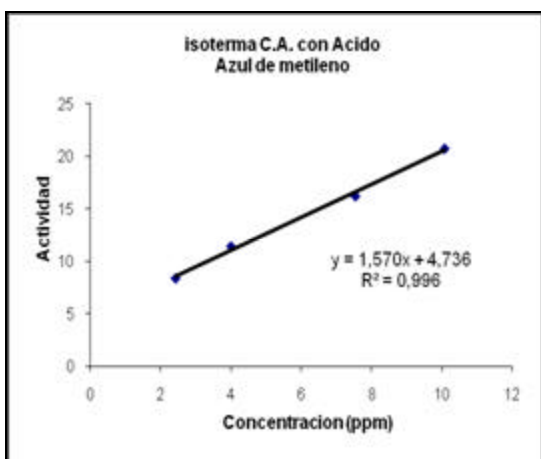
En la Figura 11a se muestran las isotermas de carbón activado preparado con  $\text{H}_3\text{PO}_4$  para la adsorción de azul de metileno a diferentes concentraciones, con una cantidad constante de carbón. Se observa que la actividad del carbón aumenta en relación a la concentración en mg de azul de metileno. A partir de la ecuación de la curva generada, se deduce el valor de la constante de equilibrio: 1,5701. Dicha constante representa la adsorptividad, que es la facilidad con la cual el azul de metileno es adsorbido por el carbón activado.

La Figura 11b muestra las isothermas correspondientes al carbón activado preparado con KOH para la adsorción de azul de metileno, a diferentes concentraciones con una cantidad constante de carbón. En el caso de la base, se encuentra un valor de constante de equilibrio de 0,7297.

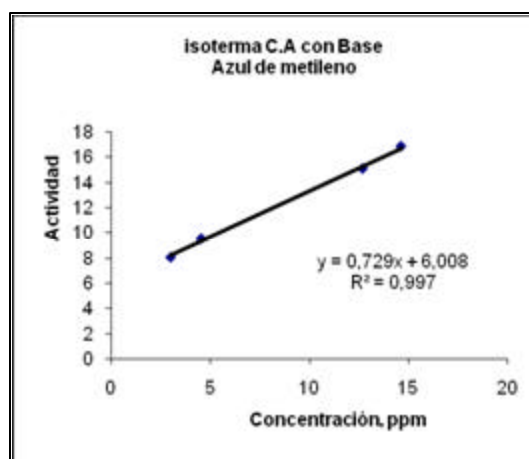
**Tabla 8.** Datos obtenidos de los isothermas de carbón activado con azul de metileno con acido fosfórico y con hidróxido de potasio.

Isothermas C.A* en azul de metileno			
Acido (H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> )		Base (KOH)	
Actividad mg/g	Concentración, ppm	Actividad mg/g	Concentración, ppm
8,367	2,31	8,07	2,82
12,30	4,81	12,05	8,28
15,38	6,78	12,99	9,58
20,71	10,11	16,83	14,84

\*C.A carbón activado



a



b

**Figura 11.** Isotherma de adsorción de azul de metileno con carbón activado preparado con

a) ácido fosfórico al 30%. b) hidróxido de potasio al 30%

**3.3.2 Área superficial.** Este parámetro indica la capacidad de adsorción del carbono por el yodo y es dependiente tanto de la concentración de yodo en la solución, como de la cantidad de carbón activado. El índice de yodo se interpreta como una aproximación de área superficial para el mismo. Los rangos de índice de yodo según las norma ASTM D 4607-86, 1991; es de 600 a 1450 por mg Yodo adsorbido / g Carbón activado.

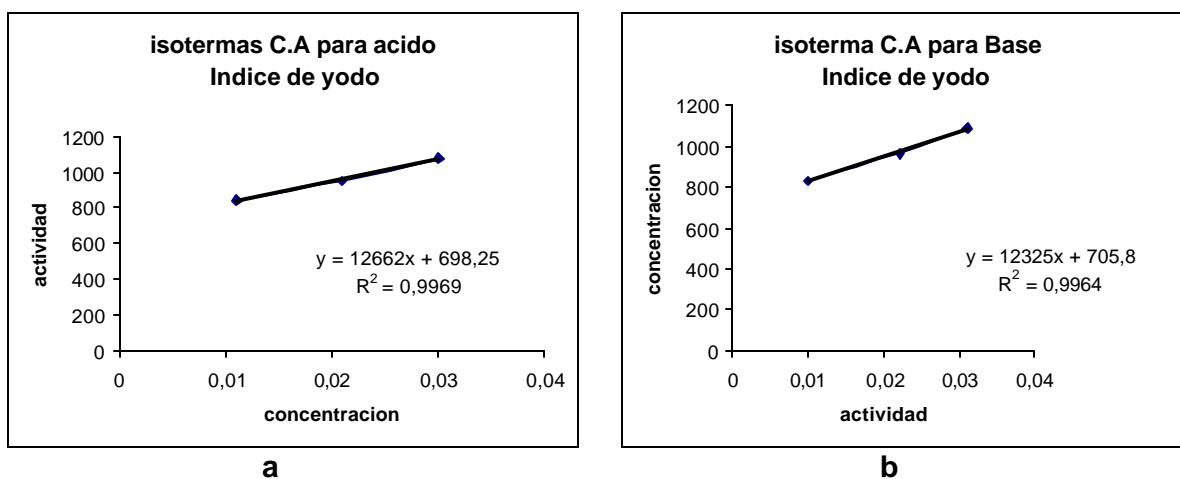
La tabla 9 muestra los datos obtenidos de las isothermas índice de yodo del carbón activado preparado con  $H_3PO_4$  y con KOH, usando concentraciones de soluciones de yodo. En la Figura 12a, se observa la isoterma de índice de yodo de carbón activado preparado con  $H_3PO_4$  30%, donde se muestra un aumento de actividad cuando se aumenta la cantidad de soluto (yodo) en la solución. El valor de índice de yodo obtenido, corresponde a 698,25 de mg de yodo adsorbido / g de carbón activado, el cual se encuentra dentro del rango óptimo de área superficial de carbón activado.

La Figura 12b, muestra la isoterma de adsorción de índice de yodo para el carbón activado preparado con KOH 30%, e indica un aumento de la actividad cuando se aumenta la cantidad de soluto en la solución y con un índice de yodo de 705,8 mg de yodo adsorbido / g de carbón activado, dentro del rango óptimo de área superficial de carbón activado. Los resultados sugieren que el área superficial obtenida mediante el agente activante KOH 30% es mayor que la obtenida para el carbón activado con  $H_3PO_4$  30%. Las curvas obtenidas en ambos casos tienen un factor de correlación mayor a 0,995, según lo recomendado por la norma ASTM D 4607-86, 1991.

**Tabla 9.** Datos obtenidos de los isoterma índice de yodo del carbón activado con soluciones de yodo con ácido fosfórico y base de hidróxido de potasio.

Isotermas de C.A* en índice de yodo			
Acido (H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> )		Base (KOH)	
Actividad mg/g	Concentración, ppm	Actividad mg/g	Concentración, ppm
841,2	1,129x10 <sup>-2</sup>	832,8	1,030x10 <sup>-2</sup>
956,4	2,038x10 <sup>-2</sup>	968,0	2,127x10 <sup>-2</sup>
1082	3,030x10 <sup>-2</sup>	1093	3,141x10 <sup>-2</sup>

\*C.A carbón activado



**Figura 12.** Isotherma de adsorción de Índice de yodo con carbón activado preparado con **a)** ácido fosfórico, 30%. **b)** hidróxido de potasio, 30%.

**3.3.3 Humedad, cenizas, pH y densidad aparente.** Los resultados en la Tabla 10, muestran que para el carbón activado obtenido con KOH 30% se obtienen: humedad 4,50%, cenizas 51,7% y densidad aparente  $2,25 \times 10^{-4}$  g/mL. Los resultados para el carbón

activado preparado con H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> 30% son: humedad 2,06%, cenizas 51,7% y densidad aparente 1,03x10<sup>-4</sup> g/mL. Estos resultados sugieren que en el proceso de deshidratación, el H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> 30% tiene una influencia mayor, con una relación de 0,47 de humedad acido/base, 0,78 de cenizas acido/base y 0,46 de densidad aparente.

**Tabla 10.** En el análisis de humedad, cenizas y densidad aparente para el carbón activado preparado con acido y preparado con base.

<b>Tipo de carbón</b>	<b>Humedad, %</b>	<b>Cenizas, %</b>	<b>pH</b>	<b>Densidad aparente</b>
Preparado con ácido	2,06	51,7	6	1,03x10 <sup>-4</sup> g/mL
Preparado con base	4,50	65,9	8	2,25x10 <sup>-4</sup> g/mL

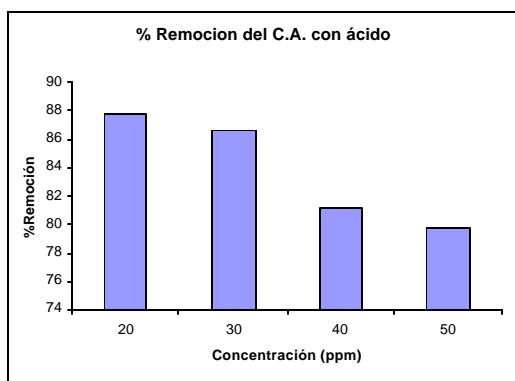
**3.3.4 Porcentaje de Remoción.** En la tabla 11 se muestran los datos obtenidos de los porcentajes de remoción del carbón activado con ácido y base, en soluciones de azul de metileno. En la Figura 13a se observa que la eficiencia de adsorción de azul de metileno de carbón activado preparado con H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> 30% disminuye cuando aumenta la concentración de soluto en la solución para una cantidad fija de carbono. El porcentaje de remoción más alto es de 87.85% a una concentración de 20ppm y permanece superior al 80 % hasta 40 ppm. Estos resultados indican que la capacidad de remoción del carbón preparado con H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> 30% solo disminuye a concentraciones muy altas de la solución, la saturación es menos rápida que para el carbón preparado con KOH 30 %

En la Figura 13b se observa que la eficiencia de adsorción de azul de metileno del carbón activado preparado con KOH 30% representa poca variación a 20 ppm y 30 ppm con porcentajes de remoción de 84,82% y 84,74%. Sin embargo a concentraciones superiores a 40 ppm la eficiencia de remoción decrece rápidamente, lo que indica una rápida saturación del carbón. Este resultado revela que el carbón activado preparado con acido presenta mejores propiedades de remoción que el preparado con base

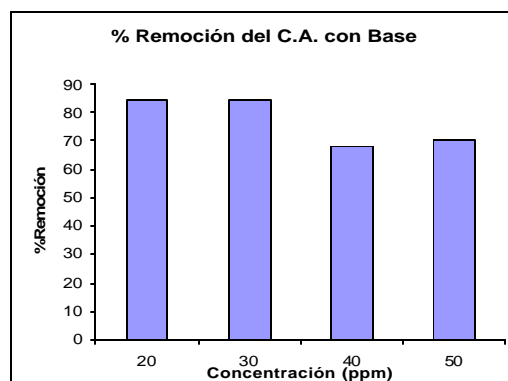
**Tabla 11.** Datos obtenidos de los porcentajes de remoción del carbón activado con ácido y base en soluciones de azul de metileno.

Porcentaje de remoción C.A* en azul de metileno			
Acido (H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> )		Base (KOH)	
Remoción %	Concentración, ppm	Remoción %	Concentración, ppm
87,85	20	84,82	20
86,97	30	84,74	30
81,85	40	69,76	40
79,89	50	73,83	50

\*C.A carbón activado



**a**



**b**

**Figura 13.** Porcentaje de remoción de azul de metileno con carbón activado preparado con **a)** H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> 30%. **b)** KOH 30%

**3.3.5 Porcentaje de eficiencia del carbón.** Las pruebas de eficiencia del carbón activado determinada para la remoción de sustancias de una muestra de yodo, suministrada por la empresa DISTRAVES, mostró los siguientes resultados: el carbón activado preparado con H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> 30% mostró una eficiencia del 76%, mientras que para el carbón preparado con KOH 30% es de 3,8%. Este resultado se debe a la presencia de

carbón suspendido en el agua una vez tratada, como consecuencia al pequeño tamaño de partícula presentado en el carbón activado obtenido con KOH 30%.

Este resultado respalda la observación dada en el numeral anterior, en la practica no es recomendable emplear un carbón que quede suspendido en la solución acuosa una vez tratada, ya que dificulta su recuperación, aspecto deseable en el proceso (reutilización del carbón activado)

### 3.4. BALANCE DE MASA

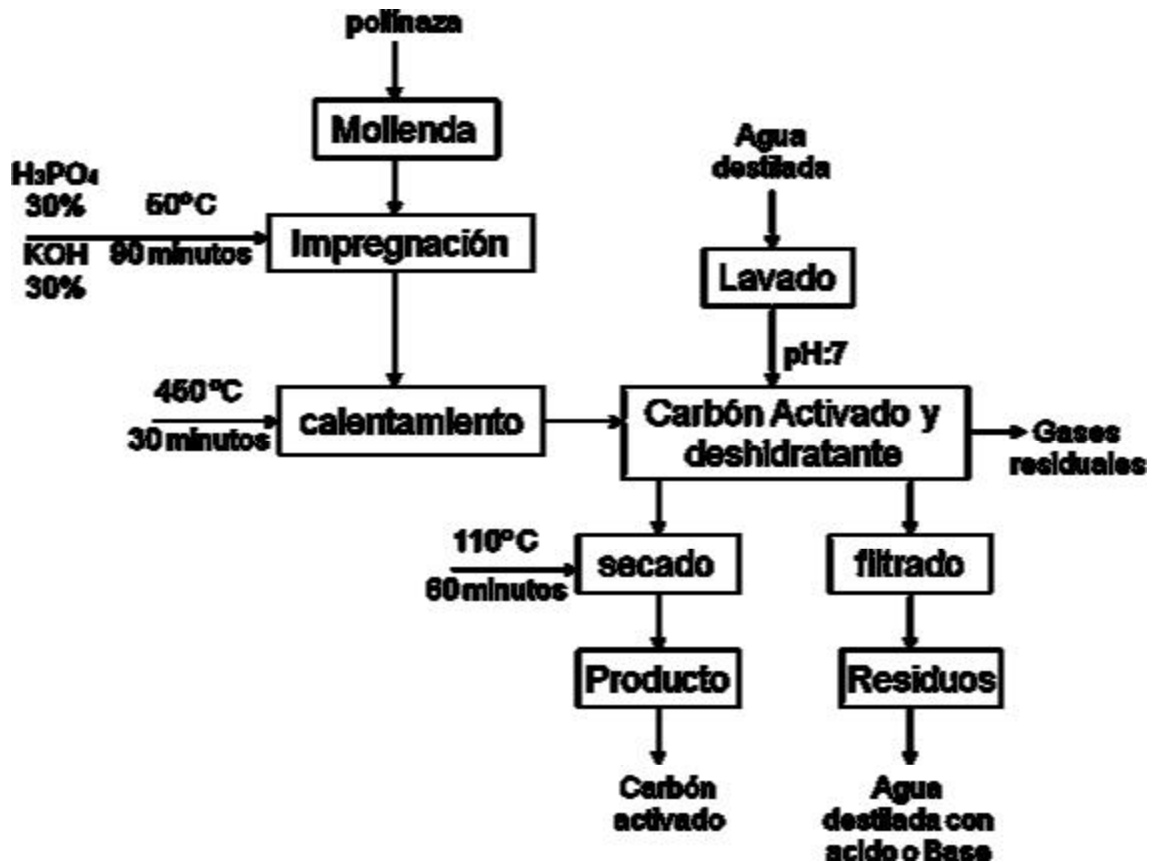


Figura 14. Proceso de obtención del carbón activado tanto con ácido fosfórico como hidróxido de potasio al 30%.

En la Figura 14. se muestra un esquema de la producción de carbón activado tanto para ácido como para base, con base en la ley de la conservación de la materia de la termodinámica, donde la masa que entra es igual a la masa que sale, se realizan los balances de masa mostrados en las Tablas 12 y 13. En este proceso se usa la misma cantidad de masa de materia orgánica y agente activante, a una temperatura óptima de 450 °C y tiempo de 30 minutos en un horno conectado con 220 voltios.

**3.4.1 Balance de Masa a escala laboratorio e industrial.** En la Tabla 12 se muestra el balance de masa a escala de laboratorio para el carbón activado preparado con  $H_3PO_4$  y KOH, al 30%. En la Tabla 13, se presenta el balance de masa a escala industrial sobre una base de cálculo de 5 ton de pollinaza (el cálculo se ha realizado extrapolando los resultados obtenidos a escala de laboratorio).

**Tabla 12.** Balance de masa a escala de laboratorio

<b>ME*</b>	<b>MS ( c.a. <math>H_3PO_4</math> 30%)**</b>	<b>MS ( c.a. KOH 30%)***</b>
5g Pollinaza	3,015g de CA	1,835 de CA
4,5g de agente activante	1,985 g de gases	3,265g de gases
450g de agua destilada	454,4g de agua + Acido	454,4g de agua + Base
Total 459,5 g	Total 459,5 g	Total 459,5 g

c.a.: carbón activado

\* ME: materia de entrada

\*\* MS (c.a.  $H_3PO_4$  30%): materia de salida para el carbón activado

\*\*\* MS (CA KOH 30%): materia de salida para el carbón activado



**Tabla 13.** Balance de masa a escala industrial

<b>ME*</b>	<b>MS(CA Ácido)**</b>	<b>MS(CA Base)***</b>
5 Ton de Pollinaza	3,015 Ton de CA	1,835 Ton de CA
4,5 Ton de agente activante	1,985 g Ton gases	3,265 Ton de gases
450 Ton de agua destilada	454,4 Ton de agua + Acido	454,4 Ton de agua + Base
<b>Total 459,5 Ton</b>	<b>Total 459,5 Ton</b>	<b>Total 459,5 Ton</b>

c.a.: carbón activado

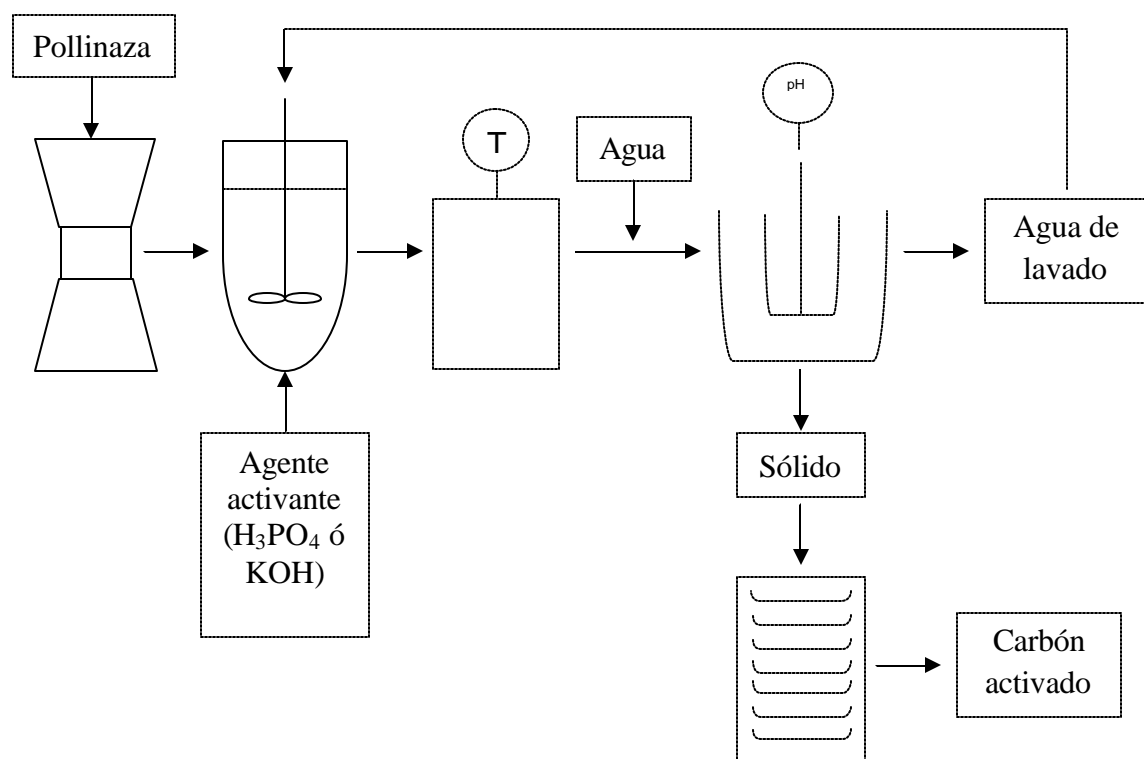
\* ME: materia de entrada

\*\* MS (c.a. H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> 30%): materia de salida para el carbón activado

\*\*\* MS (c.a. KOH 30%): materia de salida para el carbón activado

### **3.5. PROPUESTA PARA PLANTA PILOTO**

En la Figura 14 se observa el proceso de la producción de carbón activado ya sea con ácido o con base y en la Figura 15 se representa el modelo del proceso a escala piloto. En la primera parte se muestra el triturado de la pollinaza, luego se adiciona a un tanque con agitación al cual se le añade ácido o base y se agita por 2 horas a 50 °C, para la impregnación del precursor con el agente activante. Cuando este tiempo es completado se añade a un horno para su carbonización a 450 °C por 30 minutos. Terminado este proceso se adiciona agua destilada para eliminar residuos de agente de activación al carbón activado, a continuación, se filtra para separar las fases sólida y líquida; el sólido es secado a 110 °C por 60 minutos. El agua de lavado contiene ácido o base según el tratamiento, esta agua se puede recircular para la deshidratación de la materia orgánica, es decir, la pollinaza. Esta agua residual es concentrada con una cantidad necesaria de ácido o base hasta 30%.



Donde:



Triturador



Tanque agitado



Horno, 450 °C



Centrifuga (como filtro para separar fase sólida y líquida)



Medidor de temperatura



Medidor de pH



Secador, 110 °C

**Figura 15.** Propuesta de planta piloto para la producción de carbón activado a partir de pollinaza

#### 4. CONCLUSIONES

- ✓ Se optimizó el proceso de preparación de carbón activado a partir de pollinaza por activación química, por medio de un diseño de superficie de respuesta factorial fraccional, empleando como agentes activantes el  $\text{H}_3\text{PO}_4$  30% y KOH 30% . Los factores estudiados fueron la cantidad añadida del reactivo, la temperatura y el tiempo de carbonización. Para el primer caso (carbón preparado con ácido) la cantidad añadida de agente y la combinación agente-temperatura mostraron un efecto significativo en el proceso de preparación; para el segundo caso, solo la temperatura; en ambos casos con un 95 % de confianza. Las condiciones óptimas encontradas son: 14 mL de ácido como cantidad a añadir de agente, 450 °C durante 15 min. como temperatura y tiempo de carbonización, y 11,6 mL de base, a 450 °C durante 30 min.
  
- ✓ Se caracterizó el carbón activado de acuerdo con las normas ASTM. Los ensayos realizados fueron: capacidad adsortiva, área superficial, humedad, cenizas, densidad aparente, pH y remoción de azul de metileno, los parámetros analizados demuestran la calidad del producto obtenido, dentro de los estándares internacionales
  
- ✓ El mayor porcentaje de remoción es obtenido por el carbón activado preparado con ácido fosfórico y las diferencias de remoción en aumentos de concentración de soluto en solución son muy pequeñas.
  
- ✓ El carbón activado preparado con ácido fosfórico tiene una mayor capacidad adsortiva que el carbón preparado con KOH 30 %, pero en el análisis de área superficial, el carbón activado obtenido a partir de KOH 30 % tiene mayor área que el carbón activado preparado con  $\text{H}_3\text{PO}_4$  30%.

- ✓ El mejor deshidratante es el ácido debido a que su porcentaje de humedad es menor que el de la base. Además su porcentaje de cenizas es pequeño, esto influye en la preparación el carbón activado ya que no se descompone la materia orgánica con aumentos de temperatura bruscos.
  
- ✓ Se aplicó el carbón activado preparado en diluciones de lodos provenientes de la empresa DISTRAVES, como método para el tratamiento de aguas residuales, obteniendo resultados satisfactorios, con un porcentaje de eficiencia del 76 % para el carbón preparado con ácido fosfórico
  
- ✓ Se realizó una propuesta de diseño de planta piloto para la producción de carbón activado a partir de pollinaza a escala planta piloto, con una ingeniería sencilla y viable, extrapolarlo las condiciones de laboratorio, teniendo en cuenta el ahorro energético y el tiempo

## 5. RECOMENDACIONES

- ✓ Análisis de mezclas ácido- base para la producción de carbón activado, ya que el carbón con ácido tiene buena capacidad adsorptiva y el carbón preparado con base tiene buen área superficial; dichos efectos no son opuestos sino complementarios
  
- ✓ Diseño y análisis técnico para la elaboración de la planta piloto de producción de carbón activado a partir de pollinaza
  
- ✓ Pruebas de diseño de filtros para tratamiento en *bach* de aguas residuales, sobre tiempos de residencia y contacto
  
- ✓ Diseño y análisis técnico de una planta piloto para el tratamiento de aguas residuales
  
- ✓ Realizar una caracterización más minuciosa del carbón, dirigida a la producción a escala industrial: análisis BET, tamaño de partícula, coeficiente de uniformidad y área superficial

## BIBLIOGRAFÍAS

ADINATO, D., WAN DAUD, W.M.A., AROVA, M.K. Preparation and characterization of activated carbon from palm shell by chemical activation with  $K_2CO_3$ . Bioresour. Technol. doi: 10.1016/j.biortech.2005.11.006

ASTM. Standard test method for total ash content of activated carbon. D2866-83 (1988). Vol. 15.01. 1991

ASTM. Standard test methods for moisture in activated carbon. D2867-83 (1988). Vol. 15.01. 1991

ASTM. Standard test method for apparent density of activated carbon. D2854-89. Vol. 15.01. 1991

ASTM. Standard test method for pH of activated carbon. D3838-80 (1990). Vol. 15.01. 1991

ASTM. Standard test method for determination of adsorptive capacity of activated carbon by aqueous phase isotherm technique. D3860-89a. Vol. 15.01. 1991

ASTM. Standard test method for determination of iodine number of activated carbón. D4607-86 (1990). Vol. 15.01. 1991

BAYONA, O. y SÁNCHEZ, M. Activación física del raquis de la palma africana para la obtención de carbón activado. Trabajo de grado. Universidad Industrial de Santander. 2006. 97 p.

CARDONA, Santiago. Reutilización y activación del coque de petróleo para remover metales en agua. En : Gestión y Ambiente. 9:1-14, 2006.

CARVALHO, A.P. Activated carbons from cork waste by chemical activation with  $K_2CO_3$ ,

Application to adsorption of natural gas components. En : Carbon 42:672-674, 2004

DIAO, Y.; WALAWENDER, W.P. and FAN, L.T. Activated carbons prepared from phosphoric acid activation of grain sorghum. En : Bioresour. Technol. 81:45-52, 2002

DIAS, J., FERRAZ, A., ALMEIDA, M., UTRILLA, J., SANCHEZ, M. Waste materials for activated carbon preparation and its use in aqueous-phase treatment: A review. J. Environ. Manag. 85:833-846, 2007

GERÇEL, O. and GERÇEL, .F. Adsorption of lead (II) ions from aqueous solution by activated carbon prepared from biomass plant material of *Euphorbia rigida*. En : J. Chem. Eng. 132:289-297, 2007.

GRATUITO, M. K. B. PANYATHANMAPORN, T., CHUMNANKLANG, R. A., SIRINUNTAWITTAYA, N. DUTTA, A. Production of activated carbon from coconut shell: Optimization using response surface methodology. Bioresour. Technol. (2007), doi:10.1016/j.biotech.2007.09.042.

GUO, Y., ROCKYTRAW, D. A. Physical and chemical properties of carbons synthesized from xylan cellulose and Kraft lignin by H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> activation. doi: 10.1016/j.carbon.2005.12.002

GUO, J. and LUA, A.C. Textural and chemical characterizations of activated carbon prepared from oil-palm stone with H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> and KOH impregnation. En : Microporous Mesoporous Mater. 32:111-117, 2007.

GUO, J y CHONG, A. Microporous Activated Carbons prepares from palm shell by Thermal Activation and Their Application to sulfur Dioxide Adsorption. J . Colloid and Interface Science 18:47-55, 2002.

GUO, J. y LUA A. Characterization of Chars Pyrolyzed from Oil Palm Stones for the preparation of activated Carbons. J.Analytical and Applied Pyrolysis 46:113-125, 1998.

HAIMOUR, N., EMEISH, S. Utilization of date stones for production of activated carbon using phosphoric acid. En : Waste Management. doi: 10.1016/j.wasman.2005.08.004

HESCHEL, W., KLOSE, E. On the suitability of Agricultural by Products for the Manufacture of granular Activated Carbon. Butterworth Heinemann. Fuel. 74: 12, 2005

IOANNIDOU, O., ZABANIOTOU, A. Agricultural residues as precursors for activated carbon production – A review. En : Renewable and sustainable Energy Reviews. doi: 10.1016/j.rscr.2006.03.013

KARACAN, F.; OZDEN, U. and KARACAN, S., 2007. Optimization of manufacturing conditions for activated carbon from Turkish lignite by chemical activation using response surface methodology. En : Applied Thermal Engineering. 27 (7):1212-1218, 2007.

KARAGÖZ, S. *et al.*, Activated Carbons from waste biomass by sulfuric acid activation and their use on methylene blue adsorption. En : Bioresour. Technol. doi:10.1016/j.biortech.2007.12.019.

KARTEL, M.T., SYCH, N.V., TSYBA, V. V., STRECKO. Preparation of porous carbons by chemical activation of polyethyleneterephthalate. 7 december 2005. doi: 10.1016/j.carbon.2005.10.031

KIM, Seung and AGBLEVOR, Foster. Pyrolysis characteristics and kinetics of chicken litter. En : Waste Management. 27:135-140, 2007.

KOUTCHEIKO, S. *et al.*, Preparation and characterization of activated carbon derived from the thermo-chemical conversion of chicken manure. Bioresour. Technol. doi: 10.1016/j.biortech.2006.09.038

LAINER, J.; CALAFAT, A. and LABADY, M. Preparation and characterization of activated carbons from coconut shell impregnated with phosphoric acid. En : Carbon. 27:191-195, 2007.



LILLO-RÒDENAS, M. A. Activated carbon prepared by pyrolysis of mixtures of carbon fibers. En : Carbon. 31:499-504, 2007.

LILLO-RÒDENAS, M. A., JUAN-JUAN, J., CAZORLA-AMOROS, D., LINARES-SOLANO A. About reactions occurring during chemical activation with hydroxides. En : Carbon. 42: 1371-1375, 2004.

MYERS, R.H.; and MONTGOMERY, D.C. Response surface Methodology: Process and Product Optimization Using Designed Experiments. 2 ed. New York : John Wiley & Sons, 2002.

NAKAGAWA, Y.; MOLINA-SABIO, M., RODRIGUEZ-REINOSO, F. Modification of the porous structure along the preparation of activated carbon monoliths with  $H_3PO_4$  and  $ZnCl_2$ . En : Microporous Mesoporous Mater. 103:29-34, 2007.

OTTO, Matthias. Chemometrics : Statistics and computer application in analytical chemistry. Weinheim : WILEY-VCH, 1999. 314 p.

SPAHIS, N., ADDOUN, A., MAHMOUDI, H., GHAF FOUR, N. Purification of water by activated carbon prepared from olive stones. En : Desalination. doi: 10.1016/j.desal.2007.02.065.

SARMIENTO, C., SANCHEZ, J., GARCIA, C., RINCON, Y., BENITEZ, A., RAMIREZ, J. Preparación de carbón activado mediante la activación química de carbón mineral. Maracaibo, Venezuela. 2006. 2-16.

SUDARYANTO, V., HARTONO, S. B., IRAWATY, W., HINDARSO, H, ISMADJIS. High surface area activated carbon prepared from cassava peel by chemical activation. En : Bioresour. Technol.. doi: 10.1016/j.biortech.2005.04.029

YALCIN, N. and SEVINC, V. Studies of the surface area and porosity of activated carbons prepared from rice husks. En : Carbon 38:1943-1945, 2000.



---

Preproyecto

---

Convocatoria

Código proyecto

Título Proyecto

**DISEÑO Y EVALUACION DE LA VIABILIDAD TECNICA DE UNA PLANTA PILOTO DE ELABORACION DE CARBON ACTIVADO A PARTIR DE POLLINAZA.**

Entidad que Avala

UNIVERSIDAD DE PAMPLONA

Programa

Áreas de investigación

---

Investigador Principal

Nombre	Eliseo Amado González
Correo	<a href="mailto:eamado@unipamplona.edu.co">eamado@unipamplona.edu.co</a>
Dirección	
Ciudad	Pamplona
Teléfono	

---

**Descripción Proyecto**

---

**Problema Científico**

La biomasa es materia orgánica derivada de residuos vegetales y animales (Biomasa, 2004), es caracterizada por su alto contenido de carbono. Dentro de los residuos vegetales se encuentra el tamo de arroz, cáscara de coco, bagazo de palma entre otros (Loannidou, O., 2007), de los residuos animales tenemos la bovinaza, porcínaza y la pollinaza de la industria avícola como materia de interés. Estos residuos son acumulados generando un impacto en el sector ambiental y la salud, por emisión de sustancias tóxicas. Actualmente se han

creado estrategias para la gestión de residuos agro-industriales para el control de medio ambiente y reducción del volumen generado (Popov, V et al., 2004).

Una estrategia para la conversión de residuos de pollinaza es aplicada en la preparación y caracterización de carbón activado derivado a partir de conversión termo-química de excremento de pollo (Koutcehiko, S. et al., 2007) por activación física, con dióxido de carbono a 800 °C por 30 minutos, así mismo, es posible realizar la activación añadiendo un agente químico al precursor. Las etapas para este trabajo son: la optimización de la producción de carbón activado a partir de pollinaza mediante la activación química bajo dos agentes deshidratantes como el hidróxido de potasio y ácido fosfórico, empleando razones de impregnación de 1:1, 2:1 y 3:1, temperaturas de carbonizado de 350, 400 y 450 y tiempos de 15, 30 y 45 minutos. Caracterización del carbón activado y del precursor (pollinaza) y aplicación del carbón activado obtenido en el tratamiento de aguas residuales provenientes de la empresa DISTRAVES.

A partir de los resultados obtenidos se propone un método viable con las condiciones mas eficientes para la elaboración de carbón activado en una planta piloto generando un nuevo producto de la industria avícola aplicado a las aguas residuales.

**Objetivo General**

Diseñar y evaluar la viabilidad técnica de una planta piloto para elaborar carbón activado a partir de pollinaza.

**Objetivos Específicos**

Desarrollar y elaborar un manual de base de datos basado en el diseño de una planta piloto sobre el proceso de la elaboración de carbón activado a partir de pollinaza.

Realizar balance de masa y energía para el diseño de ingeniería de la planta piloto sobre el proceso de carbón activado mediante simuladores.

Estudiar la viabilidad técnico-enomómica de la transformación de la pollinaza en carbón activado, bajo un análisis industrial.

Optimizar un modelo de simuladores en render de las partes de los equipos, su funcionamiento y dimensiones del proceso.

Generar conciencia empresarial, social, ambiental y tecnológicamente competitiva en el sector avícola.

Ingeniería de detalle

### **Justificación**

Las industrias avícolas serían los beneficiarios directos de este proyecto, siendo la zona de Santander una de las más favorecidas por ser un departamento industrial, con un 17.73% de participación regional en la producción de pollo. Con este proyecto se busca generar procesos de transformación de las grasas avícolas, permitiendo ser tratadas a medida que se vayan produciendo, evitando de esta manera, que se conviertan en foco de contaminación y disminuyendo los gastos de almacenamiento, además, las divisas que se utilizan para la importación de grasa que se incorpora en la industria de concentrados, serían destinadas a la generación de nuevas industrias a través de la creación de una planta piloto y por ende, nuevas fuentes de empleo. Además, el reciclaje de subproductos de origen animal debe estar orientado hacia el aseguramiento de la seguridad alimentaria y la protección de la salud humana y animal, lo cual convierte el proceso de reciclaje en un método eficaz de garantizar la bioseguridad

**Enfoque Metodológico:** El proyecto será ejecutado en distintas fases que se llevarán a cabo, en algunos casos simultáneamente y en otros de manera secuencial, como se muestra en el cronograma de actividades. Esta división obedece a la necesidad de distribuir esfuerzos del grupo de investigadores, a la vez que se tendrá una forma de medir el avance en tiempo y evaluar el cumplimiento de los objetivos de cada fase.

Como ya se ha realizado una previa evaluación del proceso de transformación de la grasa avícola a escala de laboratorio teniendo en cuenta sus características físico-químicas, microbiológicas, disponibilidad de dicho residuo con el que se cuenta; se ha hecho una proyección para la transformación de las 80 toneladas de grasa avícola generadas mensualmente por parte de la industria, lo cual resulta viable y permitiría escalar el proceso a planta piloto.

Basada en la información recopilada en la previa evaluación del proceso se procederá a realizar el diseño de la planta piloto, que contempla las siguientes fases:

**FASE I: Elaboración del Manual de Bases de Diseño (DBM):** el objetivo es generar un documento donde este contenida toda la información que conforman las bases de diseño, este documento contempla lo siguiente:

- Especificación de Materias Primas e insumos.
- Especificaciones de Productos y propiedades de subproductos
- Disponibilidad y características de los servicios industriales (vapor, agua de enfriamiento, aire, combustibles, etc.).
- Establecimiento de la capacidad de procesamiento y producción de la planta.
- Logística de almacenamiento, manejo y distribución de Materias Primas, Productos, Servicios e Insumos.
- Selección del sitio de instalación de la planta.
- Condiciones Ambientales predominantes.
- Estándares de Diseño y de Seguridad a ser empleados.

**FASE II: Ingeniería Conceptual:** En esta fase se plantean las posibles vías para la obtención del producto deseado, se caracteriza cada una de ellas, desde el punto de vista técnico y económico, con el fin de proceder a seleccionar la que se ajuste mejor a los objetivos planteados en el proyecto. Para que la evaluación se realice sobre la misma base se elaboraran matrices de evaluación en las cuales estarán contenidas los criterios técnicos y económicos de comparación, previamente ponderados. Contempla como productos de esta etapa los siguientes aspectos:

- Elaboración de matrices de evaluación Técnica y Económica para las alternativas.
- Balance de masa
- Elaboración de “Diagrama de Flujo de Proceso” preliminar
- Diseño Preliminar de Especialidades y Estrategias de Control.
- Elaboración de “Diagrama de Instrumentación y Tuberías” preliminares.
- Elaboración de “Hojas de Cálculo de Equipos de Proceso” (Process Data Sheet) preliminares.

- Elaboración de “Listas de Instrumentos” y “Listas de tuberías” preliminares.
- Estimado de Costos Clase V (Incertidumbre de 50 %)

**FASE III: Ingeniería Básica:** En esta etapa se procede al dimensionamiento y especificación de los equipos mayores de proceso y de instalaciones accesorias, con el fin de proceder a la licitación o construcción de los mismos. Como resultado se obtendrán los siguientes documentos:

- Especificación y Dimensionamiento de los equipos principales de Proceso.
- Emisión de “Hojas de Datos de Proceso Definitiva” de los equipos mayores.
- Elaboración de la propuesta final de diseño definitivo
- Diseño Final de Especialidades y de Automatización
- Elaboración de Diagrama de Instrumentación y Tuberías definitivo.
- Elaboración del Diagrama Unificar definitivo.
- Elaboración de Lista de Instrumentos definitiva
- Elaboración de Lista de Tuberías y Accesorios definitiva
- Elaboración de “Especificaciones de Tubería y Accesorios” definitivas
- Elaboración de “Especificaciones de Instrumentos” definitivas
- Elaboración de Listas de Materiales de Construcción. definitivas
- Diagramas de salvaguarda (bloqueo y despresurización equipos en caso de emergencia).
- Diagramas de bandera
- Estimado de Costos Clase II (Incertidumbre de 10%)

**FASE IV: Ingeniería de Detalle:** En esta etapa se formalizará la documentación necesaria para el inicio de la construcción de la planta y contará con los siguientes elementos:

- Elaboración de Diagramas de Procesos y Servicios, Plot Plant, Diagramas de Cableado, Diagramas de Electricidad.
- Elaboración de Planos de Construcción (civiles, mecánicos, instrumentación, electricidad)
- Elaboración de Manuales (proceso, operación, mantenimiento, pre-commissioning y commissioning).
- Diseño y Distribución de la Base de Datos de control del Sistema.

**Resultados Esperados**

De ser aprobada la propuesta se diseñará una planta piloto para la transformación de los residuos procedentes de la planta de sacrificio avícola en aceite y subproductos de alto valor agregado empleando una tecnología limpia y amigable con el medio ambiente permitiendo el aprovechamiento de la grasa generada por la industria.

**Palabras Claves**

Pollinaza, Transformación, carbón activado, planta piloto.

**Cronograma de Actividades.**

<b>ACTIVIDAD / AÑO</b>	<b>2008</b>			<b>2009</b>			<b>2010</b>			<b>2011</b>		
<b>1. Fase I</b>												
<b>2. Fase II</b>												
<b>3. Fase III</b>												

**FASE I : DISEÑO DE PLANTA PILOTO**

**FASE II : CONSTRUCCIÓN Y ARRANQUE DE PLANTA PILOTO**

**FASE III : OPTIMIZACION DE PLANTA PILOTO**

**Recursos Humanos (miles de \$)**

<b>INVESTIGADOR / EXPERTO/ AUXILIAR</b>	<b>FORMACIÓN ACADÉMICA</b>	<b>FUNCIÓN DENTRO DEL PROYECTO</b>	<b>DEDICACIÓN (HORAS/semana)</b>	<b>Colciencias</b>	<b>Contrapartida</b>		<b>TOTAL</b>
					<b>Entidad</b>	<b>Otras fuentes</b>	
ELISEO AMADO GONZALEZ	Ph.D	Investigador principal	10		30.000,00		30.000,00
LIBIA FONSECA GARCIA	QUIMICA	Coinvestigador	40	76.791,00			76.791,00
MARTHA PATRICIA RUIZ OJEDA	QUIMICA	Coinvestigador	40	76.791,00			76.791,00
ROCCO TARANTINO	Ph D	Asesor	5		15.000,00		15.000,00
LEONARDO MANZANO PAREDES	Diseñador Industrial	Joven Investigador		34.905,00			34.905,00
	Ing. Industrial	Joven Investigador	20	34.905,00			34.905,00
	Ing. Mecatrónico	Joven Investigador	20	34.905,00			34.905,00
<b>TOTAL</b>				<b>397.917</b>	<b>88.000</b>		<b>485.917</b>

**Grupos**

**Nombre Grupo**

**Código Grupo Lac**

Energía, Transformación Química y Medio Ambiente COL 0033191