



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA
DE MÉXICO**

FACULTAD DE QUÍMICA

**EVALUACIÓN DE UN MATERIAL ADSORBENTE
COMPUESTO DE CARBÓN ACTIVADO EN POLVO
TERMOFIJADO EN UN MATERIAL POLIMÉRICO PARA
TRATAR AGUAS RESIDUALES URBANAS**

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:

I N G E N I E R O Q U Í M I C O

P R E S E N T A:

BAEZ SANTANA SERGIO ANTONIO



**DIRECTOR DE TESIS:
MTRO. SERGIO ADRIÁN GARCÍA GONZÁLEZ**

Ciudad Universitaria, Cd. Mx., 2019



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

Jurado asignado:

Presidente Prof. José Agustín García Reynoso
Vocal Prof. Gema Luz Andraca Ayala
Secretario Prof. Sergio Adrián García González
1er. Suplente Prof. David Fragoso Osorio
2o. Suplente Prof. Alfonso Durán Moreno

Sitio donde se desarrolló el tema:

Laboratorio 301 de Ingeniería Ambiental
Facultad de Química, Conjunto E
Universidad Nacional Autónoma de México

Asesor del tema:

M. en I. Sergio Adrián García González

Asesor técnico:

Dr. Alfonso Durán Moreno

Sustentante:

Sergio Antonio Baez Santana

AGRADECIMIENTOS

Agradezco el apoyo financiero para esta investigación a la Dirección General de Asuntos del Personal Académico (DGAPA, PAPIIT-IT/102118) de la Universidad Nacional Autónoma de México (UNAM).

ÍNDICE

INTRODUCCIÓN	1
Problemática	1
Justificación.....	2
OBJETIVOS.....	3
1. ADSORCIÓN	4
1.1. TIPOS DE ADSORCIÓN.....	6
1.2. ISOTERMAS DE ADSORCIÓN.....	7
1.3. CINÉTICAS DE ADSORCIÓN	12
2. CARBÓN ACTIVADO.....	15
2.1. ANTECEDENTES HISTÓRICOS.....	15
2.2. PROPIEDADES	15
2.3. PROCESO DE FABRICACIÓN.....	16
2.4. APLICACIONES	17
2.5. VENTAJAS Y DESVENTAJAS	18
2.6. ADSORCIÓN DE FENOL Y AZUL DE METILENO	19
2.6.1. <i>Fenol</i>	19
2.6.2. <i>Azul de metileno</i>	20
3. TECNOLOGÍAS DE ADSORCIÓN CON MATERIALES COMPUESTOS.....	21
3.1. FIBRAS DE CARBÓN ACTIVADO CON POLIESTIRENO (ELECTROSPUN).....	21
3.2. BIOCHAR	21

3.3.	FIBRAS DE CARBÓN ACTIVADO (MELTBLOWN)	22
4.	SECCIÓN EXPERIMENTAL.....	23
4.1.	ESPECIFICACIONES TÉCNICAS Y MATERIAS PRIMAS.....	23
4.2.	SELECCIÓN DE CAP	26
4.2.1.	<i>Prueba rápida de adsorción con fenol.....</i>	<i>26</i>
4.3.	ISOTERMAS DE ADSORCIÓN (SOLO CAP).....	27
4.4.	CINÉTICAS DE ADSORCIÓN (SÓLO CAP)	28
4.5.	METODOLOGÍA DE TERMOFIJACIÓN	29
4.5.1.	<i>Lavado inicial de las fibras.....</i>	<i>29</i>
4.5.2.	<i>Secado inicial.....</i>	<i>30</i>
4.5.3.	<i>Recubrimiento con CAP</i>	<i>30</i>
4.5.4.	<i>Recubrimiento en seco.....</i>	<i>30</i>
4.5.5.	<i>Recubrimiento por dispersión.....</i>	<i>31</i>
4.5.6.	<i>Termofijación.....</i>	<i>31</i>
4.5.7.	<i>Temperatura de termofijación.....</i>	<i>31</i>
4.5.8.	<i>Tiempo de termofijación</i>	<i>32</i>
4.5.9.	<i>Lavado final</i>	<i>32</i>
4.5.10.	<i>Secado final</i>	<i>32</i>
4.6.	CINÉTICAS DE ADSORCIÓN (FIBRA-CAP)	32
4.6.1.	<i>Azul de Metileno.....</i>	<i>33</i>
4.6.2.	<i>Fenol</i>	<i>34</i>
4.7.	AGUA RESIDUAL	35
4.8.	EVALUACIÓN FINAL	36

5.	RESULTADOS, ANÁLISIS Y DISCUSIÓN.....	38
5.1.	CURVAS PATRÓN (FENOL Y AZUL DE METILENO).....	38
5.2.	SELECCIÓN DE CAP.....	40
	5.2.1. <i>Prueba rápida de adsorción de fenol</i>	40
5.3.	ISOTERMAS DE ADSORCIÓN.....	41
5.4.	CINÉTICAS DE ADSORCIÓN.....	46
5.5.	RECUBRIMIENTO EN SECO Y POR DISPERSIÓN.....	48
5.6.	TEMPERATURA DE TERMOFIJACIÓN.....	50
5.7.	TIEMPOS DE TERMOFIJACIÓN.....	52
5.8.	CINÉTICAS DE ADSORCIÓN (FIBRA-CAP).....	55
	5.8.1. <i>Fenol</i>	55
	5.8.2. <i>Azul de Metileno</i>	58
5.9.	ORDEN DE REACCIÓN DE CINÉTICAS DE ADSORCIÓN.....	61
	5.9.1. <i>Azul de Metileno</i>	61
5.10.	PRUEBAS CON AGUA RESIDUAL TRATADA.....	67
5.11.	EVALUACIÓN MEDIANTE TÉCNICAS ANALÍTICAS.....	71
6.	CONCLUSIONES	72
	Bibliografía	74
	Anexo A.....	78

Nomenclatura

CAP Carbón Activado en Polvo

m_i Masa inicial de fibras

m_f Masa final de fibras

C Concentración

x_i Masa de carbón activado

q_e Coeficiente de adsorción al equilibrio

q_t Coeficiente de adsorción a cualquier tiempo t

k_1 Constante de rapidez en la ecuación de Pseudo primer orden de adsorción

k_2 Constante de rapidez en la ecuación de Pseudo segundo orden de adsorción

C_{FR} Concentración usando fibras recubiertas

C_{FNR} Concentración usando fibras no recubiertas

Introducción

Problemática

Las aguas residuales son aguas que contienen materiales derivados de residuos domésticos o de procesos industriales, los cuales por razones de salud pública, no pueden desecharse sin tratamiento. Aún en los países desarrollados, las descargas de aguas residuales no reciben tratamiento adecuado, especialmente en las grandes ciudades, amenazando la salud humana y la de los ecosistemas (Gómez & Díaz, 2011).

Aunado a lo anterior existe también el problema de las industrias de los colorantes que desechan aguas con considerables cantidades de contaminantes colorantes y fenólicos. Estos contaminantes son tóxicos, causan alergia, irritación en la piel y algunos, como los compuestos fenólicos, son catalogados como carcinógenos aún en bajas concentraciones, lo que representa un peligro para los organismos vivos que entran en contacto con ellos, por lo que la remoción de estos contaminantes se vuelve de carácter necesario (Altenor, et al., 2009).

El problema radica en la falta de planeación de un buen tratamiento de las aguas residuales y en el caso omiso de la normatividad que rige el vertido de dichas aguas (Gómez & Díaz, 2011). Sin embargo, existen algunas instalaciones modernas de tratamiento de aguas residuales que son buenas para eliminar contaminantes a granel y amortiguar la contaminación de las vías fluviales locales, pero los procesos actuales tienen requisitos de alta energía, materiales y capital. Los sistemas diseñados con costos operacionales reducidos, capacidades directas de

reutilización de agua y procesos de valor agregado como la recuperación de nutrientes podrían ayudar al desarrollo de una infraestructura sostenible de tratamiento de aguas residuales (Li, et al., 2015).

Justificación

Una de las principales tecnologías usadas en las últimas décadas para el tratamiento de aguas residuales, es el carbón activado. Este se puede presentar de dos maneras: Carbón activado granular (CAG) y Carbón activado en polvo (CAP), cada uno presenta ventajas sobre el otro, dependiendo de las características del proceso en el que se vean involucrados. En general, el carbón activado ha probado remover compuestos orgánicos que le confieren color, olor y sabor al agua. La remoción de estos compuestos orgánicos se lleva a cabo mediante un proceso fisicoquímico llamado adsorción.

De acuerdo con estudios anteriores se ha encontrado que la estructura fibrosa de los materiales no tejidos proporciona ventajas de estructuras tridimensionales con propiedades de superficie sintonizables, así como una alta permeabilidad al aire y al agua. (Apul, et al., 2017).

La intención de este trabajo es usar este tipo de fibras como soporte del carbón activado en polvo, mediante un proceso de termofijación. La creación de esta tecnología permitirá combinar dos características importantes tanto de la fibra como del CAP: capacidad filtrante y adsorción. Por lo que el nuevo material filtrante ofrece una mejor alternativa en el tratamiento de aguas residuales.

Objetivos

- Seleccionar el carbón activado con mejor capacidad de adsorción y evaluarlo mediante cinéticas e isothermas de adsorción.
- Identificar el mejor método de recubrimiento de fibras, así como las condiciones adecuadas (temperatura y tiempo) que permitan una mejor fijación de carbón activado.
- Llevar a cabo pruebas de cinéticas de adsorción usando como adsorbatos, fenol, azul de metileno y agua tratada, para evaluar las fibras recubiertas con carbón activado.
- Evaluar el funcionamiento del material filtrante mediante la realización de diversas pruebas analíticas al agua residual tratada.

1. Adsorción

En el ámbito industrial la adsorción se encuentra presente en procesos de naturaleza diversa, en especial en los de separación y purificación de especies químicas. La industria petroquímica, por ejemplo, emplea métodos de separación por adsorción como alternativa a los de destilación. Los procesos de separación de especies químicas por adsorción son de enorme interés en las industrias química y petroquímica y se basan en la retención selectiva de ciertos componentes de una disolución por un adsorbente que posee un sistema poroso bien desarrollado y lo suficientemente abierto para permitir una difusión rápida de la especie adsorbida (Keller, et al., 1987).

Otra aplicación importante de la adsorción es la recuperación de especies químicas volátiles utilizadas como disolventes en un gran número de procesos industriales (fabricación de pinturas, polímeros, rayón, adhesivos y explosivos, extracción de aceites de semillas, limpieza en seco y otros). El vertido a la atmósfera de esas sustancias representa problemas para la salud así como peligros de incendio y de explosión; estos problemas se evitan reteniéndolas en un adsorbente adecuado y recuperándolas posteriormente. (Derbyshire, et al., 1995).

El carbón activado, usado ampliamente como adsorbente, actúa bajo el principio de la adsorción que de manera general se puede describir como la adherencia de una sustancia a la superficie del carbón. (Dural, et al., 2011). De acuerdo con Rouquerol et al, la adsorción ocurre cuando la superficie de un sólido es expuesta a un gas o un líquido y la define como el enriquecimiento de materia o el incremento en la

densidad del fluido en los alrededores de una interfase. (Rouquerol, et al., 1999). La adsorción puede ocurrir en cualquier tipo de interfase (L-G, S-G, S-L), sin embargo las diferentes características de las interfases sólidas y líquidas hace necesario un análisis particular de cada caso.

Cabe destacar que no se debe confundir el fenómeno de adsorción con el de absorción, en el segundo existe una penetración física de una fase en la otra; sin embargo es factible que ambos sucedan simultáneamente.



El principio de adsorción se puede describir de manera general mediante 3 pasos:

1. La molécula que se adsorberá (adsorbato), se transfiere del seno de la fase líquida al adsorbente, al hacerlo, la molécula, debe de pasar a través de una delgada película que rodea a la partícula del adsorbente, a esta delgada capa se le llama Película de difusión.
 2. La molécula del adsorbato se transfiere al sitio activo dentro del poro del adsorbente. A este proceso se le conoce como Difusión en los poros.
 3. La molécula de adsorbato se une a la superficie del adsorbente en el sitio activo. Este paso es a lo que se le conoce comúnmente como adsorción.
- (Gokce & Aktas, 2014)

1.1. Tipos de adsorción.

Las reacciones superficiales, como es el caso de la adsorción, pueden ocurrir, al menos parcialmente como resultado de las fuerzas activas que existen dentro de los límites de la fase, estas fuerzas dan lugar a energías de contorno características (Weber, 2003).

De acuerdo con el tipo de fuerzas que intervengan en la adsorción, esta puede clasificarse en dos tipos: fisisorción y quimisorción. Se llama fisisorción cuando intervienen fuerzas de Van der Waals así como interacciones electrostáticas en las que se encuentran la polarización, e interacciones dipolo y cuadrípulo. La contribución de las fuerzas de van der Waals siempre está presente mientras que las otras interacciones se presentan solamente en adsorbentes que tienen una estructura iónica, este tipo de adsorción es reversible, debido a que las fuerzas que participan en el proceso son relativamente débiles.

En la quimisorción se ven involucradas reacciones químicas entre el adsorbato y el adsorbente. La quimisorción es generalmente más fuerte que la fisisorción y en la mayoría de los casos es irreversible.

A continuación se presenta un cuadro comparativo entre los dos tipos de adsorción.

Tabla 1.1 Tipos de Adsorción.

Fisorción	Quimisorción
Fuerzas predominantes de van der Waals	Fuerzas análogas al enlace químico (iónicas, coordinadas o covalentes)
$\Delta H \approx 10^1$ KJ/mol	$\Delta H \approx 10^2$ KJ/mol
Es reversible	Es irreversible
Existe desorción	No existe desorción
El adsorbato conserva su identidad	El adsorbato puede perder su identidad

1.2. Isotermas de adsorción.

Unas herramientas importantes para el diseño de los procesos industriales de adsorción de gases y líquidos son las isotermas de adsorción individuales de los componentes de la disolución.

Una isoterma de adsorción, es la relación general entre la cantidad de gas adsorbido por un sólido, a temperatura constante como función de la presión del gas. También puede definirse como la relación en el equilibrio entre la cantidad de gas adsorbido y la presión del gas a temperatura constante. Esta relación se aplica igualmente a la interacción entre fases L-S, sin embargo en este caso se establece una relación entre la relación de soluto adsorbido en función de la concentración y la cantidad de adsorbente usado. (Lawrence, et al., 2006)

Existen 3 modelos de isothermas que son los más aceptados actualmente y llevan el nombre de sus autores: Langmuir, Freundlich y BET. El modelo de Freundlich es un modelo empírico mientras que los otros dos modelos están basados en desarrollos teóricos.

El modelo de **Langmuir** toma en cuenta que las moléculas adsorbidas forman una monocapa en la superficie del adsorbente y que la adsorción es reversible. Una premisa importante de este modelo es que el calor de adsorción es independiente del grado de recubrimiento de la superficie del adsorbente. El modelo se utiliza con frecuencia para evaluar la adsorción de soluciones diluidas. La **Ec. 1** describe el comportamiento de la adsorción en un sistema L-S.

$$\frac{x}{m} = \frac{abC}{1 + aC} \quad \mathbf{1.}$$

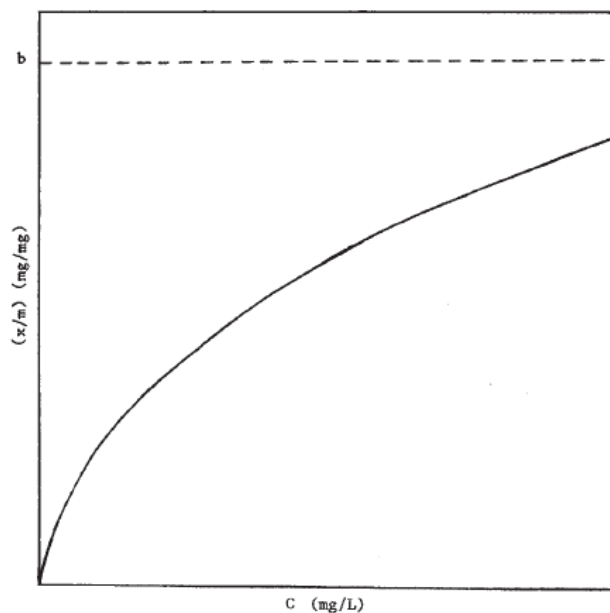


Figura 1 Forma de la isoterma de Langmuir. (Lawrence, et al., 2006)

En la Figura 1. Se muestra la forma de la isoterma de Langmuir donde x es la masa del adsorbato (mg), m es la masa del adsorbente seco (mg), C es la concentración del adsorbato al equilibrio (mg/L), a es una constante [L/(mg/L)] y b es la capacidad máxima de adsorción (mg/mg), es decir, el valor de x/m cuando la monocapa se ha completado.

$$\frac{C}{\frac{x}{m}} = C \frac{1}{b} + \frac{1}{ab} \quad \mathbf{2.}$$

Si se realiza una gráfica siguiendo el modelo lineal presentado en la **Ec.2**, es decir una gráfica $C/x/m$ vs C , el grafico resultante es una línea recta donde la pendiente es $1/b$ y la ordenada al origen es el valor de $1/ab$. La utilización de la forma lineal de las isotermas permite un mejor análisis de datos experimentales cuando se requiere determinar el modelo al que se ajustan mejor estos datos.

El modelo de Freundlich a pesar de ser una relación empírica se puede explicar teóricamente teniendo en cuenta que el calor de adsorción varía exponencialmente con el grado de recubrimiento de la superficie del adsorbente. En este modelo se propone una adsorción en multicapas, por lo que no hay un límite en la adsorción. La ecuación que describe el modelo de Freundlich es la siguiente (**Ec. 3**).

$$\frac{x}{m} = KC^{1/n} \quad \mathbf{3.}$$

Donde x es la cantidad de adsorbato adsorbido (mg), m es la cantidad de adsorbente (mg), K es una constante (L/mg), C es la concentración (mg/L) y n es otra constante que siempre es mayor a 1. De igual manera esta ecuación se puede linealizar aplicando la función logaritmo a ambos lados de la ecuación original, quedando finalmente (**Ec. 4**):

$$\log \frac{x}{m} = \frac{1}{n} \log C + \log K \quad \mathbf{4.}$$

En donde la pendiente es $1/n$ y la ordenada al origen es $\log K$.

El modelo de adsorción de **BET** parte de 3 suposiciones, i) todos los sitios de adsorción de la superficie son equivalentes ii) la capacidad de adsorción de un sitio de adsorción no depende del grado de ocupación de los sitios vecinos. iii) Sobre cada centro pueden adsorberse varias capas de moléculas, siendo la entalpía de adsorción para todas ellas equivalentes excepto para la primera. La ecuación que describe al modelo es la siguiente (**Ec. 5**):

$$\frac{x}{m} = \frac{bKC}{(C_s - C)[1 + (K - 1)(C/C_s)]}$$

5.

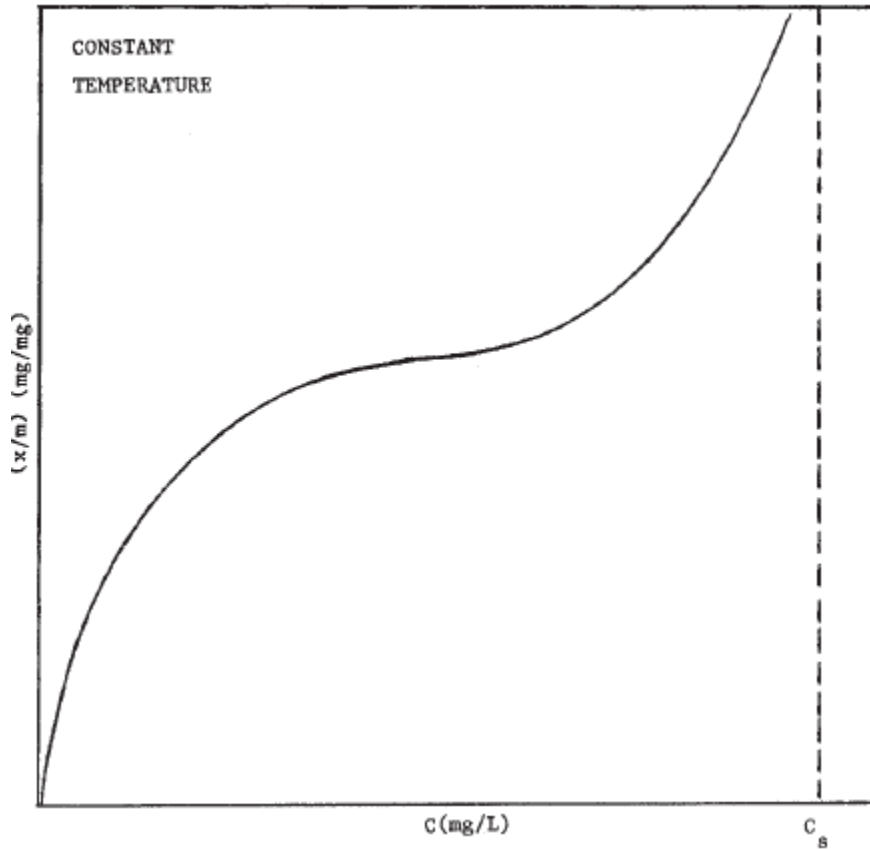


Figura 1.1 Forma no lineal del modelo de adsorción de BET

Donde **b** es el valor de x/m cuando la monocapa se ha completado (mg/mg); **C_s** es la concentración del adsorbato en la saturación de todas las capas, y **K** es la constante relacionada a la energía de interacción entre el adsorbente y el adsorbato.

La ecuación de BET, puede ser linealizada como sigue (**Ec. 6**):

$$\frac{C}{(C_s - C)\left(\frac{x}{m}\right)} = \frac{(K - 1)}{Kb} \left(\frac{C}{C_s}\right) + \frac{1}{Kb}$$

6.

Si el término $C/(C_s-C)(x/m)$ se grafica frente a C/C_s , el resultado es una línea recta con pendiente $(K-1)/Kb$ y ordenada al origen $1/Kb$.

1.3. Cinéticas de adsorción

El estudio de la cinética de adsorción en el tratamiento de aguas residuales es significativo ya que proporciona información valiosa sobre las vías de reacción y sobre el mecanismo de las reacciones de adsorción. La cinética describe la rapidez de adsorción de solutos que a su vez controla el tiempo de residencia de la adsorción del adsorbato en la interfase L-S. Por lo tanto, es importante poder predecir la velocidad a la que se elimina el contaminante de las soluciones acuosas para diseñar plantas de tratamiento por adsorción apropiadas.

En sistemas de adsorción por lotes, se han desarrollado varios modelos que describen la difusión de solutos en la superficie y en los poros del adsorbente (modelo de difusión de películas, modelo de difusión intra-particular, modelo de difusión extra-particular, modelo de difusión de poros, etc.) para explicar la cinética de adsorción. Sin embargo, los modelos de Pseudo primer-orden y Pseudo segundo-orden se han utilizado ampliamente para describir la rapidez de adsorción en las interacciones líquido-sólido. Las expresiones de esos dos modelos se obtuvieron al integrar la ecuación general (**Ec. 7**):

$$\frac{dq_t}{dt} = k_n(q_e - q_t)^n \quad 7.$$

Donde q_e y q_t son las cantidades de adsorbato adsorbido por masa de adsorbente en el equilibrio y en cualquier momento t (min), respectivamente, también llamados coeficientes de adsorción; mientras, k_n (min^{-1}) es la constante de rapidez del modelo cinético de Pseudo orden- n .

Lagergren presentó la expresión del modelo de adsorción de Pseudo primer orden para $n=1$ siguiente manera (**Ec. 8**):

$$\frac{dq_t}{dt} = k_1(q_e - q_t) \quad \mathbf{8.}$$

Donde q_e y q_t son las cantidades de adsorbato adsorbido por masa de adsorbente en equilibrio y en cualquier momento t (min), respectivamente, y k_1 (min^{-1}) es la constante de rapidez de adsorción de Pseudo primer-orden. Esta ecuación corresponde a un proceso de difusión intra-particular (Jean-Pierre, 2016).

La integración de la (**Ec.8**) para las condiciones de contorno ($t=0$, $q_t=0$ y $t=t$, $q_e=q_t$) conduce a la siguiente ecuación lineal (**Ec.9**):

$$\ln(q_e - q_t) = \ln q_e - k_1 t \quad \mathbf{9.}$$

Que se puede reorganizar de forma no linealizada (**Ec.10**):

$$q_t = q_e(1 - e^{-k_1 t}) \quad \mathbf{10.}$$

La expresión del modelo de reacción de adsorción de Pseudo segundo-orden (**Ec.11**) propuesta por (Ho & Mckay, 1999) se obtuvo de la (**Ec.7**) para n=2:

$$\frac{dq_t}{dt} = k_2(q_e - q_t)^2 \quad \mathbf{11.}$$

La integración de esta ecuación para las condiciones de contorno ($t=0$, $q_t=0$ y $t=t$, $q_e=q_t$) da la siguiente ecuación (**Ec. 12**):

$$q_t = \frac{q_e^2 k_2 t}{q_e k_2 t + 1} \quad \mathbf{12.}$$

Donde q_e (mg/g) y q_t (mg/g) son la cantidad de adsorbato adsorbida en el equilibrio y en cualquier t (min), respectivamente, y k_2 (g/mg min) es la constante de rapidez de la ecuación de Pseudo segundo-orden. Esta ecuación considera que el proceso es controlado por la reacción de adsorción en la interfase líquido-sólido de la superficie del adsorbente (Jean-Pierre, 2016).

La (**Ec.12**) se puede reorganizar para obtener la forma lineal (**Ec.13**):

$$\frac{t}{q_t} = \frac{1}{k_2 q_e^2} + \frac{1}{q_e} t \quad \mathbf{13.}$$

Además de las ecuaciones lineales dadas aquí, varias otras formas linealizadas se han utilizado en la interpretación de los datos experimentales (Hamou, et al., 2018).

2. Carbón activado

2.1. Antecedentes históricos

Históricamente, ha sido uno de los primeros adsorbentes utilizados por el hombre, usado por egipcios y sumerios como reductor de menas metálicas desde aproximadamente 3750 a.C. Su empleo como adsorbente, en el antiguo Egipto, aparece documentado en un papiro de 1550 a.C. (Rodríguez, 2002). Se sabe que en 460 a.C. Hipócrates y Plinio empleaban carbón vegetal para tratar una amplia variedad de afecciones, incluyendo epilepsia, clorosis y ántrax. Y que en esa misma época los fenicios utilizaban filtros de carbón vegetal para la purificación de aguas destinadas a consumo humano (Dabrowsky, 2001). A principios del siglo XVIII se conocía el fenómeno de la adsorción de gases en carbón, que se utilizaba en la industria azucarera como agente clarificante y decolorante. A principios de siglo XX, se obtuvieron dos patentes para el desarrollo de carbón activo moderno, que se aplicó tanto en la industria azucarera, desplazando a los materiales anteriores, como en otro tipo de aplicaciones, por ejemplo filtros de gases para máscaras protectoras. En las últimas décadas del siglo XX y hasta la actualidad, la demanda de carbón activo se ha incrementado notablemente, debido a las aplicaciones que se le han dado como soporte para catalizadores heterogéneos. (Valenzuela, 2005)

2.2. Propiedades

El nombre de carbón activado se aplica a una serie de carbones porosos preparados artificialmente, a través de un proceso de carbonización, para que exhiban un elevado grado de porosidad y una alta superficie interna. El carbón activado es un adsorbente muy versátil ya que el tamaño y la distribución de sus poros en la

estructura carbonosa pueden ser controlados para satisfacer las necesidades de tecnología actual y futura (Luna, et al., 2007).

En la actualidad el carbón activado se ha convertido en uno de los materiales más usados en el tratamiento de aguas, específicamente para remover contaminantes que causan olor, color y sabor indeseables en el agua (Ul & Abdulah, 2008). El uso del carbón activado es el método más favorable para la remoción de contaminantes, debido a que provee una gran área superficial, una estructura bien desarrollada de poros internos y grupos funcionales localizados tanto en la superficie interna como externa (Nowicki, et al., 2015)

El carbón activado está formado por microcristales acomodados de manera aleatoria y se produce mediante la descomposición térmica de varios materiales carbonáceos seguido de un proceso de activación. Los carbones activados comerciales son preparados a partir de materiales precursores con un alto contenido en carbono, especialmente, materiales orgánicos como, madera, huesos, cáscaras de semillas de frutos, como también, carbón mineral, breas, turba y coque. La elección del precursor es fundamentalmente una función de su disponibilidad, precio y pureza, pero el proceso de fabricación y la posible aplicación del producto final deben ser igualmente tomados en cuenta (Luna, et al., 2007).

2.3. Proceso de fabricación

La activación del carbón es esencialmente un proceso a dos fases, que incluye la combustión productos de descomposición y el agrandamiento de poros en el material carbonizado. La fase de carbonización involucra el secado del carbón a

una temperatura aproximada de 170°C, posteriormente se calienta el material a una temperatura entre 270-280°C, provocando la conversión de monóxido de carbono en dióxido de carbono al igual que la descomposición del ácido acético. Finalmente para completar el proceso de carbonización, el material se eleva a una temperatura de 400-600°C. Este proceso de carbonización, presenta un rendimiento del 80%. El material resultante es activado usando dióxido de carbono o vapor a una temperatura de 750-950°C, esto se hace con el objetivo de tener una combustión completa de los productos de descomposición, además de expandir y abrir los poros para el desarrollo de la estructura de los macroporos (Lawrence, et al., 2006).

Dos características importantes del carbón activado son la superficie específica y las dimensiones de los poros, éstas dependen del precursor y de las condiciones de los procesos de carbonización y activación utilizados. Los tamaños de poros varían en tamaños, desde los llamados microporos ($\approx 2,0$ nm) hasta los mesoporos (entre 2.0 y 50.0 nm) y macroporos ($> 50,0$ nm).

2.4. Aplicaciones

La aplicación puede requerir de carbón activado bajo diferentes presentaciones: en polvo (CAP) o granular (CAG). Otras formas en las que se puede presentar en carbón activado son: fibras, telas, membranas, y monolitos. La selección en el tipo de presentación se basa según el grado de purificación que se requiera (Reinoso, 2005). El carbón para aplicaciones en fase gas requiere de poros más pequeños mientras que el carbón para aplicaciones en fase líquida tiende a tener diámetros de poros más grandes, del orden de 3 nm, además el carbón debe de contar con

superficies apropiadas para un alto grado de mojabilidad (Thomas W. J., 1998). También se ha mostrado que el carbón activado tiene un potencial uso para la remoción de contaminantes tales como hidrocarburos aromáticos, ácidos húmicos y iones de metales pesados, además de también ser usado para el tratamiento de desechos radioactivos (Rouquerol F., 1999).

2.5. Ventajas y desventajas

Los procesos usuales de tratamiento de agua potable que involucran filtración de arena, sedimentación y coagulación, generalmente pueden eliminar entre 20 y 50% de las sustancias húmicas del agua, lo que implica altos costos operativos y contaminación secundaria tóxica (UI & Abdulah, 2008), también se ha recurrido a otros materiales que se han probado como alternativas al carbón activado, tales como la turba, flyash y la bentonita, para estos casos se ha encontrado que su capacidad de adsorción es mucho menor y aunque en los últimos 30 años los usos del carbón activado se han limitado al tratamiento de agua potable, recientemente se han explorado otros potenciales usos; uno de los principales, en el tratamiento de aguas residuales, ya que el carbón activado representa una opción sin efectos tóxicos posteriores. Además se ha encontrado que la adsorción de un amplio rango de contaminantes usando CAG es bastante completa, ya que se usa normalmente en filtros de lecho empacado (Benstoem & Pinnekamp, 2017), sin embargo el uso de esta tecnología va acompañado de un incremento en el capital y en los costos de operación. Una alternativa al CAG es el uso de CAP en esquemas ya existentes de tratamiento de aguas, por ejemplo, el CAP se agrega en los tanques de aireación para después ser separado junto con los lodos activados que se producen en el

proceso, aun así el uso de CAP representa menores costos de operación con respecto al CAG (Lawrence, et al., 2006).

2.6. Adsorción de fenol y azul de metileno

Una característica importante de los carbones activados es la capacidad de adsorción, de acuerdo con diversas fuentes la adsorción de fenol y azul de metileno en el carbón activado son las técnicas más efectivas y utilizadas con mayor frecuencia como indicador del grado de adsorción de un material adsorbente (Dabrowsky, et al., 2005).

2.6.1. Fenol

Para la adsorción en fase líquida, la capacidad de adsorción del carbón activado para compuestos aromáticos, depende de ciertos factores (Haghseresht, et al., 2002):

- La naturaleza física del adsorbente (estructura de poro, contenido de ceniza, grupos funcionales).
- La naturaleza del adsorbato, (pKa, grupos funcionales presentes, polaridad, peso molecular, tamaño).
- Condiciones de la disolución como pH, fuerza iónica, y concentración del adsorbato.

Somnath ha reportado datos en los que para una concentración inicial de 50 mg/L de fenol, se ha eliminado el 99% de fenol dentro de la primera hora adsorción (Somnath & al, 2007). En las aguas residuales de industrias químicas,

farmacéuticas, papeleras, etc., las concentraciones típicas de fenoles varían entre 35 y 400 mg/L, por lo que el uso del carbón activado en el tratamiento de este tipo de aguas permite acercarse de manera significativa a los valores límites de fenol en agua, dados por la Agencia de Protección Ambiental (EPA), ésta ha establecido un límite de 0.1 mg/L de fenol en aguas residuales. La Organización Mundial de la Salud (OMS) es más estricta en la regulación del fenol, ya que establece 0.001 mg/L como el límite de concentración de fenol en el agua potable.

2.6.2. Azul de metileno

El azul de metileno es un colorante catiónico con dimensiones estimadas de 1.43 nm x 0.61 nm x 0.4 nm, y su adsorción sobre carbón activado es muy susceptible al cambio en el pH de la disolución (Gokce & Aktas, 2014), ya que afecta la carga superficial del adsorbente y el grado de ionización del adsorbato (Somnath & al, 2007). A valores de pH bajos, la rapidez de adsorción disminuye debido a que la superficie del carbón activado adquiere carga positiva por efecto de los iones H^+ y estos compiten con los cationes de azul de metileno, por los sitios activos. Ocurre lo contrario cuando el pH de la disolución aumenta, debido a que la carga positiva en la interfase de la disolución disminuye y aparece una carga negativa sobre la superficie del carbón activado, lo que da como resultado un aumento en la adsorción de azul de metileno, por efecto del aumento en la atracción electrostática entre el adsorbato cargado positivamente y el adsorbente cargado negativamente (Senthilkumaar, et al., 2005).

3. Tecnologías de adsorción con materiales compuestos.

3.1. Fibras de Carbón activado con poliestireno (Electrospun)

En los últimos años se han desarrollado tecnologías similares, que buscan el mismo objetivo de este trabajo, como la elaboración de fibras de electro hilado (electrospun de poliestireno con carbón activado súper fino (CASF)).

Esta tecnología consiste en la incorporación de partículas CASF porosas en matrices poliméricas electro-hiladas en un solo paso sin tratamiento posterior, al tiempo que se preserva el acceso a la red de poro interno de CASF. Este material ha demostrado eliminar los contaminantes orgánicos del agua cuando se incrusta en una fibra polimérica. Las partículas de CASF se producen a partir de carbono activado en polvo mediante molienda húmeda y luego se incorporara a poliestireno mediante electro-hilado (Apul, et al., 2017).

3.2. Biochar

Otra tecnología actual en el tratamiento de aguas es el biochar. El biochar (BC) derivado de madera granular se ha comparado con el carbón activado granular (CAG) para el tratamiento y la recuperación de nutrientes de aguas residuales reales en estudios de lotes y columnas. El BC ha mostrado una menor capacidad de adsorción para todas concentraciones de demanda química de oxígeno disuelto (DQO) y bajas concentraciones de PO_4 . Existen datos de tratamiento favorables para aguas residuales de, junto con beneficios adicionales del ciclo de vida, estos ayudan a respaldar el uso de BC en filtros de columna de lecho empacado para

mejorar el tratamiento de aguas residuales y la recuperación de nutrientes. (Yang, et al., 2018)

3.3. Fibras de carbón activado (Meltblown)

Las telas de fibras de carbón activado tienen un costo bajo y un alto rendimiento de adsorción, se fabrican a partir de brea isotrópica mediante un proceso de soplado en fusión (meltblown), posteriormente se estabilizan en aire y se carbonizan en una atmósfera de N₂, para finalmente activarse por CO₂/H₂O. Tienen un área de superficie específica de 1000 a 2000 m²/g.

Estas fibras se han usado actualmente con éxito en las áreas de adsorción y separación química y bioquímica, purificación de aire y agua, catalizadores, máscaras con fines de atención médica, etc. (Yue, et al., 2017).

4. Sección experimental.

4.1. Especificaciones técnicas y materias primas

Determinación de la concentración de fenol y azul de metileno.

- Para medir las concentraciones de Fenol y Azul de metileno se realizaron las curvas patrón correspondientes, estas curvas patrón abarcaron un rango de 0 a 10 mg/L. Las disoluciones para realizar la curva patrón se prepararon a partir de soluciones madre de concentración 1 g/L.
- Las lecturas de absorbancia de las disoluciones de fenol y azul de metileno se llevaron a cabo en un espectrofotómetro UV-Vis de la marca *VARIAN* modelo *Cary50*, se leyeron a una longitud de onda de 269 nm y 665 nm respectivamente.

Características de las Fibras.

- Las dos materias primas utilizadas para fabricar el material filtrante fueron fibras no tejidas de poliéster y carbón activado, las imágenes correspondientes se muestran en las figuras 3 y 3.1. respectivamente.



Figura 4. Fibra no tejida de poliéster.



Figura 4.1. Carbón activado en polvo.

- La masa de las fibras se determinó usando una balanza analítica marca *OHAUS* modelo *PA214C* con incertidumbre de (± 0.00005 g)
- Se utilizaron fibras no tejidas tuvieron dimensiones diferentes dependiendo del experimento que se realizó. Adicionalmente usaron fibras blanco, las cuales se sometieron a todo el proceso de termofijación a excepción del paso de recubrimiento. Esto se hizo ya que en los primeros experimentos se observó que había una pérdida de masa en las fibras, (debido a la descomposición térmica de esta) que se debía considerar.
- A continuación se presenta una relación de la cantidad, dimensiones de las fibras y los experimentos llevados a cabo.

Tabla 4. Relación de medidas y número de fibras que se usaron en cada sección experimental.

Sección experimental	# de fibras a recubrir	# de fibras blanco	Medidas de las fibras (cm)
Recubrimiento en seco	5	5	5 x 7.5
Recubrimiento por dispersión	5		5 x 7.5
Pruebas de temperatura			
180°C	5	3	2 x 2
190°C	5	3	
200°C	5	3	
Pruebas de tiempo			
10 min	5	3	2 x 2
20 min	5	3	
30 min	5	3	
Cinéticas con azul de metileno	5	3	10 x 22
Cinéticas con fenol	5	3	10 x 22
Cinéticas con agua residual	5	3	10 x 22
Evaluación de fibra recubierta con agua residual	5	3	10 x 22

- El secado de fibras y el termofijado se llevó a cabo usando una estufa marca *Thermo-Scientific* modelo *Heratherm OMS180*.

4.2. Selección de CAP

En primera instancia fue necesario seleccionar un carbón activado (CA) con las características más adecuadas para llevar a cabo este trabajo. Para esto se compararon 3 diferentes marcas de carbón activado en polvo (CAP) y mediante una prueba de adsorción de fenol se determinó cuál marca de carbón se utilizaría para el resto de la experimentación. Las marcas de CAP que se sometieron a esta selección fueron las siguientes:

Tabla 4.1 Marcas de carbón activado usadas para la selección del CAP de trabajo.

MARCA	ORIGEN
Carbotecnia	Lignita
Hycel	Vegetal
E-Nature	Vegetal

4.2.1. Prueba rápida de adsorción con fenol.

Para llevar a cabo esta y otras pruebas de adsorción, se elaboró una disolución patrón de fenol de concentración 1 g/L. Esta disolución patrón se valoró siguiendo el método que se indica en el Anexo A.

A partir de la disolución patrón valorada se elaboró una disolución de trabajo de 5 mg/L, en 3 matraces de 250 mL se colocaron 200 mL de esta disolución y se

agregaron 30 mg de cada una de las marcas pre-seleccionadas de CAP a su correspondiente matraz.

Los matraces se mantuvieron en agitación constante durante 2 horas a 700 rpm. Después de 2 horas de agitación, se tomaron muestras de 10 mL de cada matraz y se filtraron para remover el CAP. De las muestras previamente filtradas se midió en el espectrofotómetro la concentración de las disoluciones. El CAP seleccionado fue aquel que después de 2 horas de experimentación tuvo una mayor remoción de fenol, es decir la disolución presentó una menor concentración de fenol. Este procedimiento se llevó a cabo con dos valores de pH diferentes; 2.5 y 8.2. Esto se hizo acidificando o alcalinizando las disoluciones con H_2SO_4 0.1 M y NaOH 0.1M respectivamente.

4.3. Isotermas de adsorción (solo CAP)

Una vez que se seleccionó en CAP de trabajo, este se sometió a pruebas de adsorción (isotermas y cinéticas).

Se llevaron a cabo isotermas de adsorción para describir de una mejor manera este proceso. Para realizar las isotermas se usaron 7 matraces en los que se agregaron 200 mL de una disolución de concentración 10 mg/L de Fenol. A cada matraz se le agregó una cantidad diferente de CAP, y se mantuvieron en agitación constante de 200 rpm durante 24 horas a una temperatura de 25°C. A continuación se presenta una tabla con las relaciones de las cantidades de CAP agregadas a cada matraz.

Tabla 4.2. Relación de cantidades de CAP agregado a cada matraz para la prueba de isotermas.

N° de Matraz	Masa de CAP (mg)
1	0
2	5
3	10
4	20
5	50
6	80
7	100

El tiempo de experimentación fue de 24 horas para garantizar que se alcanzó el equilibrio en la adsorción. Después de transcurridas las 24 horas, se tomaron muestras de 10 mL y se filtraron para remover el CAP. De las muestras previamente filtradas se midió la concentración de las disoluciones para determinar la concentración al equilibrio. El procedimiento se realizó de la misma manera para disoluciones de Azul de metileno.

4.4. Cinéticas de adsorción (sólo CAP)

Estas pruebas se llevaron a cabo usando Fenol y Azul de metileno como adsorbentes. A partir de su correspondiente disolución patrón (1 g/L), se prepararon 500 mL de una disolución de Fenol y 500 mL de una disolución de Azul de Metileno, ambas disoluciones tuvieron una concentración inicial de 10 mg/L.

En vasos de precipitado de 600 mL, se colocaron las disoluciones preparadas, posteriormente se agregaron 30 mg de CAP a la disolución de azul de metileno y 100 mg de CAP a la disolución de Fenol. Ambos sistemas se mantuvieron en agitación constante de 700 rpm. Se tomaron muestras de 10 mL y se filtraron para remover el CAP, las muestras filtradas se leyeron en el espectrofotómetro para determinar su concentración. Se tomaron muestras hasta que 3 concentraciones consecutivas tuvieron el mismo valor, es decir hasta que se alcanzó el equilibrio.

4.5. Metodología de termofijación

El proceso de termofijación es necesario para lograr que el CAP se fusione a las fibras de poliéster aprovechando el punto de fusión de este material, que de acuerdo con algunos autores se encuentra entre 160 y 210°C. Un tratamiento insuficiente, excesivo o no uniforme puede producir irregularidades en el material. Por esta razón es tan importante el conocimiento objetivo de la temperatura efectiva de termofijado (Cayuela, et al., 2004).

Para el proceso de termofijación se siguió esta metodología:

4.5.1. Lavado inicial de las fibras.

Este lavado inicial tiene el objetivo de remover impurezas de las fibras, ya sea tierra, polvo o materia ajena que puedan afectar las experimentaciones posteriores. El lavado se llevó a cabo usando agua de la llave.

4.5.2. Secado inicial.

Posterior al lavado inicial, las fibras se sometieron a un secado en la estufa, esto con el fin de eliminar el exceso de humedad de las fibras, ya que el agua en las fibras puede afectar la adsorción del CAP. El secado se llevó a cabo a una temperatura de 105°C durante 24 h. Al finalizar el secado, se registró la masa inicial de las fibras.

4.5.3. Recubrimiento con CAP

El recubrimiento de las fibras con CAP se llevó a cabo de 2 maneras diferentes: en seco y por dispersión, con el fin de evaluar el mejor método, para ello se determinaron las masas de las fibras sin recubrir y las fibras recubiertas, por diferencia de masas se calculó la cantidad de CAP fijado a la fibra. A continuación se describen los 2 métodos que se siguieron para el recubrimiento.

4.5.4. Recubrimiento en seco

El recubrimiento en seco se llevó a cabo de la siguiente manera:

Se tomó una fibra previamente limpia y seca y se introdujo en un recipiente de vidrio con tapa, se adicionaron 10g del CAP seleccionado. Mediante agitación se saturó la fibra dentro del recipiente de vidrio durante 3 minutos. Una vez concluido el proceso de recubrimiento se extrajo la fibra, para continuar con el paso de termofijación.

4.5.5. Recubrimiento por dispersión

Para el recubrimiento mediante dispersión, se elaboró una suspensión de CAP en agua, manteniendo una relación de 5g de carbón activado por cada 50 mL de agua desionizada. Una vez teniendo la suspensión se sumergió la fibra en ella, cuidando que la fibra se impregnara de una manera homogénea, finalmente al retirar la fibra de la suspensión se exprimó para eliminar el exceso de suspensión.

4.5.6. Termofijación

Para evaluar qué método de recubrimiento ofreció mejores resultados, las fibras recubiertas por ambos métodos se termofijaron a una temperatura de 190 °C durante 10 minutos en la estufa.

Una vez que se seleccionó el método de recubrimiento con mejores resultados, es decir, el que presentó una mayor cantidad de CAP fijado a la fibra, se procedió a evaluar diferentes temperaturas y tiempos de horneado para encontrar las condiciones óptimas de termofijación.

4.5.7. Temperatura de termofijación

Se probaron con tres temperaturas diferentes de impregnado en la estufa: 190, 200 y 210°C, manteniendo el tiempo en la estufa en 15 minutos para todas las temperaturas. La mejor temperatura se eligió con base en la mayor cantidad de CAP fijado a la fibra, esto determinando las masas iniciales y finales de las fibras para después calcular por diferencia la cantidad de CAP fijado a la fibra.

4.5.8. Tiempo de termofijación

Por otro lado se realizaron pruebas con diferentes tiempos de horneado manteniendo constante la temperatura óptima encontrada. Los tiempos con los que se hicieron las pruebas fueron 10, 15 y 25 minutos en la estufa. Al igual que con el parámetro anterior se eligió el mejor tiempo de termofijación con base en la mayor cantidad de CAP fijado a la fibra, siguiendo el procedimiento de determinación de masas iniciales y finales.

4.5.9. Lavado final

Posterior al termofijado las fibras se lavaron nuevamente con agua de la llave, para remover el CAP no fijado de la fibra y así evitar el desprendimiento de este en las experimentaciones posteriores.

4.5.10. Secado final

Finalmente después del lavado las fibras se secaron en estufa a una temperatura de 105 °C durante 24 horas y se registró la masa final de las fibras.

4.6. Cinéticas de adsorción (fibra-CAP)

Una vez que fueron encontradas las condiciones adecuadas de termofijado de las fibras, estas se evaluaron mediante cinéticas de adsorción usando Fenol y Azul de metileno como adsorbatos. Estas cinéticas se llevaron a cabo por duplicado, usando una fibra recubierta con CAP y una fibra no recubierta, de esta manera se pudo

comparar la capacidad de adsorción del nuevo material recubierto y el material sin recubrir.

4.6.1. Azul de Metileno

Se prepararon 500 mL de una disolución de azul de metileno con concentración inicial de 10 mg/L, se colocó esta disolución en un vaso de precipitado de 600 mL y se sumergió una fibra de manera que esta cubriera la pared interna del vaso. El sistema se mantuvo en agitación constante de 1200 rpm a una temperatura de 25°C. Se tomaron muestras de 10 mL cada determinado tiempo y se leyeron en espectrofotómetro para determinar su concentración. Las muestras se tomaron hasta que la concentración de 3 muestras consecutivas tuviera el mismo valor, es decir, hasta alcanzar el equilibrio.

A continuación se presenta una relación de los tiempos de toma de muestra del sistema.

Tabla 4.3. Relación de tiempos para la toma de muestra en la prueba de cinéticas de adsorción de azul de metileno.

#Muestra	Tiempo (min)
1	0
2	5
3	15
4	35
5	45
6	55
7	65
8	75
9	85

4.6.2. Fenol

Se prepararon 500 mL de una disolución de fenol con concentración inicial de 10 mg/L, se colocó esta disolución en un vaso de precipitado de 600 mL y se sumergió una fibra de manera que esta cubriera la pared interna del vaso. El sistema se mantuvo en agitación constante de 1200 rpm a una temperatura de 25°C. Se tomaron muestras de 10 mL cada determinado tiempo y se leyeron en espectrofotómetro para determinar su concentración. Las muestras se tomaron hasta que la concentración de 3 muestras consecutivas tuviera el mismo valor, es decir, hasta alcanzar el equilibrio.

A continuación se presenta una relación de los tiempos de toma de muestra del sistema.

Tabla 4.4. Relación de tiempos para la toma de muestra en la prueba de cinéticas de adsorción de fenol.

#Muestra	Tiempo (min)
1	0
2	5
3	10
4	15
5	20
6	30
7	60
8	90
9	120
10	150
11	180
12	210
13	240
14	270
15	300

4.7. Agua residual

El agua residual tratada que se usó en este trabajo, provino de la planta de tratamiento de aguas ubicada a un costado de la Facultad de Ciencias Políticas y Sociales.

Adicionalmente también se realizaron cinéticas de adsorción usando agua residual como adsorbato. Esto se llevó a cabo sumergiendo una fibra recubierta de CAP en 500 mL de agua residual. El sistema se mantuvo en agitación constante de 1200 rpm a una temperatura de 25 °C. Se tomaron muestras de 10 mL cada determinado tiempo. En este caso no se midió concentración de una sustancia en específico, debido a la variabilidad en la composición de las aguas residuales, de tal manera se realizó un barrido en el espectrofotómetro de 800 a 300 nm y se registró el cambio en la absorbancia. La toma de muestras se detuvo cuando la diferencia en las absorbancias fue menor a 5%. En la tabla 4.5 se presentan las relaciones de los tiempos de toma de muestra.

Tabla 4.5. Relación de tiempos para la toma de muestra en el barrido para agua residual.

# Muestra	Tiempo (min)
1	0
2	60
3	120
4	180
5	240
6	300
7	360
8	420
9	480
10	540
11	600

4.8. Evaluación Final

La evaluación final de las fibras consistió en tratar 500 mL de agua residual tratada, con el material recubierto, de la misma manera en que se procedió anteriormente con las cinéticas de adsorción. Con base en la cinética de adsorción usando agua residual se determinó que el tiempo de tratamiento sería de 10 horas.

Anterior y posterior al tratamiento se efectuó la medición de diversos parámetros como: N amoniacal, SST, turbidez y grasas y aceites. Para esto se siguió el procedimiento marcado en las técnicas analíticas correspondientes mostradas en la tabla 4.6.

Tabla 4.6. Relación de parámetros medidos en el agua residual y sus respectivas Normas Mexicanas.

Parámetro a determinar	Norma mexicana correspondiente
Nitrógeno amoniacal	NMX-AA-026-SCFI-2010
SST	NMX-AA-034-SCFI-2015
turbidez	NMX-AA-038-SCFI-2001
Grasas y aceites	NMX-AA-005-SCFI-2013

Previo a la experimentación, se llevó a cabo la normalización de las técnicas analíticas, para así garantizar la certeza de los resultados provenientes del análisis de las muestras que se obtuvieron en las diferentes experimentaciones. Para asegurar la fiabilidad de cada medición, fue necesario realizarla por triplicado.

5. Resultados, análisis y discusión.

5.1. Curvas Patrón (fenol y azul de metileno)

A continuación se presentan los datos y la curva patrón de azul de metileno, se usaron 4 patrones para concentraciones entre 2 y 10 mg/L, como blanco se usó agua destilada y todos los patrones se leyeron a 665 nm. El coeficiente de correlación de los datos fue de 0.9989, lo que representa una alta confiabilidad en las lecturas de concentración posteriores.

Tabla 5.1. Correlación de datos concentración-absorbancia de Azul de Metileno para la elaboración de la curva patrón.

Concentración	Abs (665 nm)
0	0.0621
2	0.369
5	0.889
7.5	1.366
10	1.75

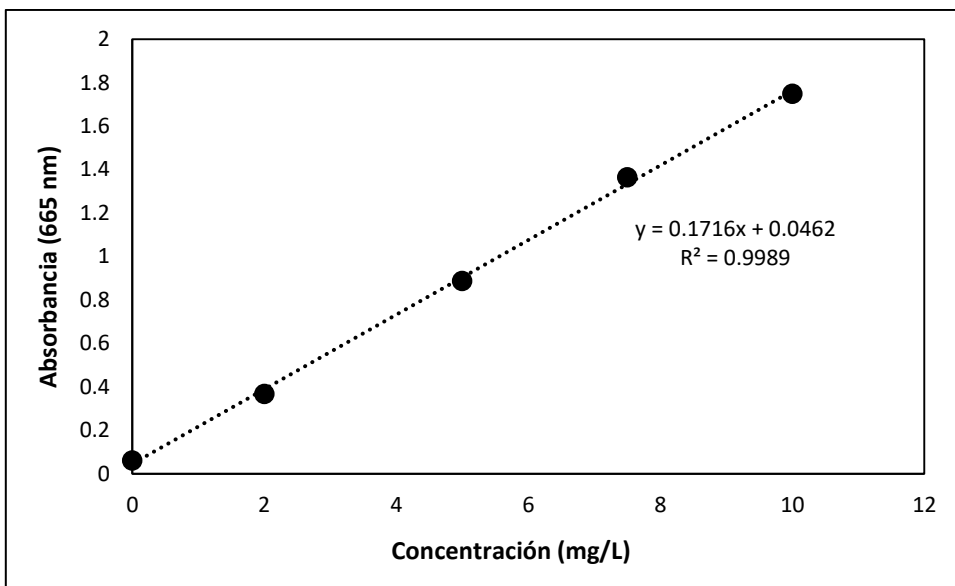


Figura 5.1. Curva patrón de Azul de Metileno.

En la tabla 5.2 se presentan los datos y la curva patrón de fenol, se usaron 5 patrones para concentraciones entre 2 y 10 mg/L, todos los patrones se leyeron a 296 nm. El coeficiente de correlación de los datos fue de 0.9989, lo que representa una alta confiabilidad en las lecturas de concentración posteriores.

Tabla 5.2. Correlación de datos concentración-absorbancia de fenol para la elaboración de la curva patrón.

C (mg/L)	Abs (269 nm)
2	0.0173
4	0.0496
6	0.0749
8	0.1066
10	0.1363

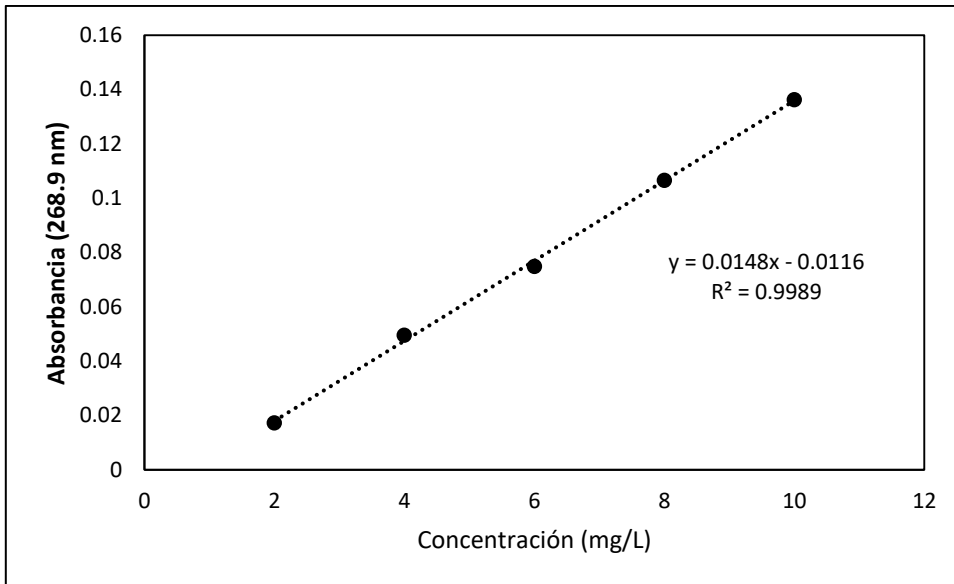


Figura 5.2. Curva patrón de Fenol.

5.2. Selección de CAP

5.2.1. Prueba rápida de adsorción de fenol.

De acuerdo con los resultados obtenidos de esta prueba, el carbón de trabajo seleccionado fue el de origen lignítico (Carbotecnia), ya que a pesar de que después de 2 horas de experimentación, tanto medio ácido como básico, alcanzó la misma remoción que el de origen vegetal (E-Nature) este último tiene un costo de \$2/g, mientras que el de origen lignítico tiene un costo de \$0.06/g, por lo que se optó por utilizar el primero. Adicionalmente cabe mencionar que en medio ácido el CAP de lignita presentó una adsorción 12% mayor que en medio básico, estos resultados se aprecian en la tabla 5.3.

Tabla 5.3. Resultados de la prueba rápida de adsorción de fenol.

Tipo de CAP (Marca)	pH=2.5		pH=8.2	
	C ₀ (mg/L)	C _{t=2h} (mg/L)	C ₀ (mg/L)	C _{t=2h} (mg/L)
Lignita (Carbotecnia)	5	0.4	5	1.0
Vegetal (Hycel)	5	2.9	5	3.8
Vegetal (E-Nature)	5	0.4	5	0.9

5.3. Isotermas de adsorción

En la tabla 5.4 se muestran parámetros calculados como: x que corresponde a la cantidad de adsorbente removido y $x/m=q_e$ que es la capacidad de adsorción al equilibrio. x se calculó mediante la siguiente ecuación, donde V es el volumen en L, C_i es la concentración inicial de la disolución en mg/L y C_{eq} es la concentración al equilibrio de la disolución en mg/L.

$$x = V (C_i - C_{eq})$$

La capacidad de adsorción al equilibrio q_e resultó al dividir x entre m que es la masa de CAP agregado a cada matraz.

A partir del tratamiento de resultados se construyeron las gráficas que se muestran en las figuras 5.3 y 5.4 correspondientes a los modelos de Langmuir y Freundlich respectivamente.

Tabla 5.4. Resultados para la construcción de la Isoterma de adsorción de fenol.

m (mg)	V (mL)	C (mg/L)	x (mg)	x/m (mg/mg)	1/x/m	C/x/m	log x/m	log C
0	200	10	0.00	-	-	-	-	-
6	200	8.2	0.34	0.057	17.65	0.46	-1.25	0.91
11.1	200	6.9	0.60	0.054	18.50	0.37	-1.27	0.84
20	200	4.8	1.02	0.051	19.61	0.24	-1.29	0.68
50.6	200	1.3	1.72	0.034	29.42	0.04	-1.47	0.11
80	200	0.9	1.80	0.023	44.44	0.02	-1.65	-0.05
100.2	200	0.7	1.84	0.018	54.46	0.01	-1.74	-0.15

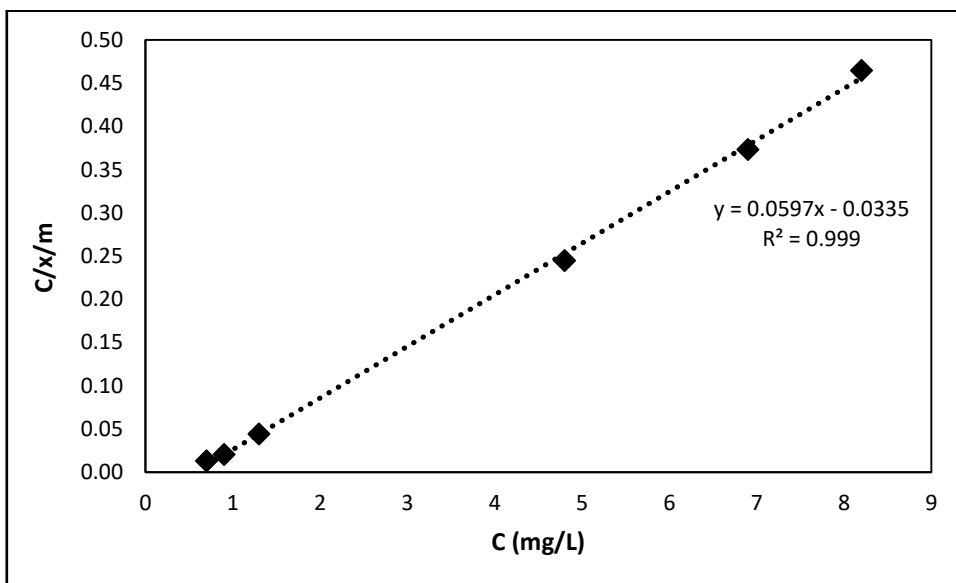


Figura 5.3. Ajuste de datos al modelo de Langmuir (Fenol)

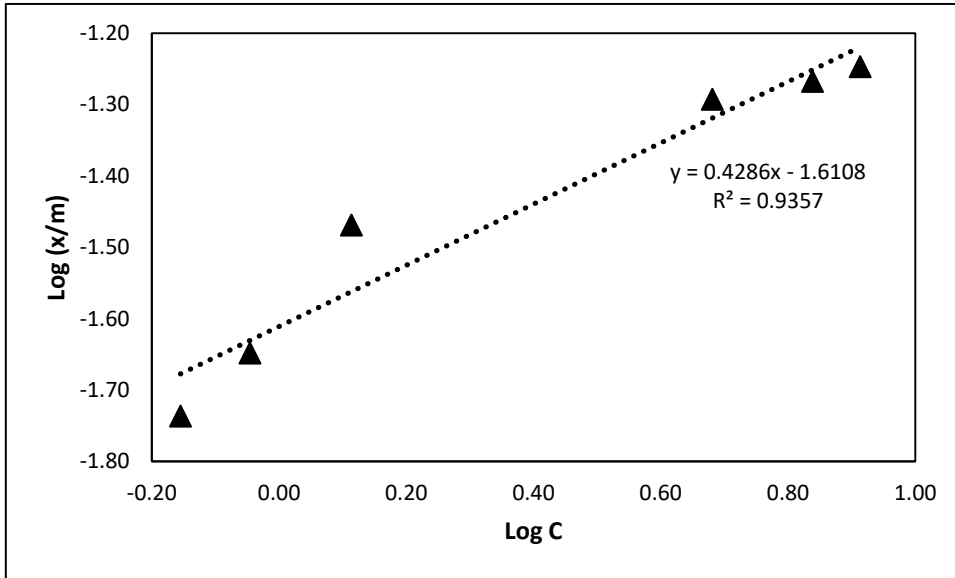


Figura 5.4. Ajuste de datos al modelo de Freundlich (Fenol)

En la figura 5.3 se muestra el ajuste de los datos con el modelo linealizado de Langmuir, en donde se graficó C/q_e vs C , como se puede observar el coeficiente de correlación es más cercano a la unidad que el presentado en la figura 5.4 correspondiente al ajuste con el modelo linealizado de Freundlich. Esto indica que la adsorción de fenol se ajusta mejor al modelo de Langmuir, en el que la principal característica es la formación de la monocapa sobre la superficie del carbón activado.

Tabla 5.4. Resultados para la construcción de la Isoterma de adsorción de azul de metileno

m (mg)	V (mL)	C (mg/L)	x (mg)	x/m	1/x/m	C/x/m	log x/(m	log C
0	200	10.7	0	-	-	-	-	-
5.2	200	4.4	1.26	0.24	4.13	1.07	-0.62	0.64
11.4	200	1.7	1.8	0.16	6.33	0.27	-0.80	0.23
20.2	200	0.5	2.04	0.10	9.90	0.05	-1.00	-0.30
50.3	200	0.1	2.12	0.04	23.73	0.00	-1.38	-1.00
80	200	0	2.14	0.03	37.38	0.00	-1.57	-

De igual manera se realizó una isoterma de adsorción esta vez usando azul de metileno como adsorbente, en la tabla 5.4 se observan los valores de **m**, cantidad de CAP agregado, **C**, la concentración de azul de metileno al equilibrio, **x**, la masa de azul de metileno removida y **x/m** o **q_e**, la capacidad de adsorción al equilibrio, así como el tratamiento posterior de estos parámetros para la construcción de las gráficas de las figuras 5.5 y 5.6. En este caso se observa que el mejor ajuste de datos ocurre en el modelo linealizado de Freundlich, comprobado por el coeficiente de correlación, ya que es más cercano a la unidad. El modelo de Freundlich describe que la adsorción se lleva a cabo en multicapas.

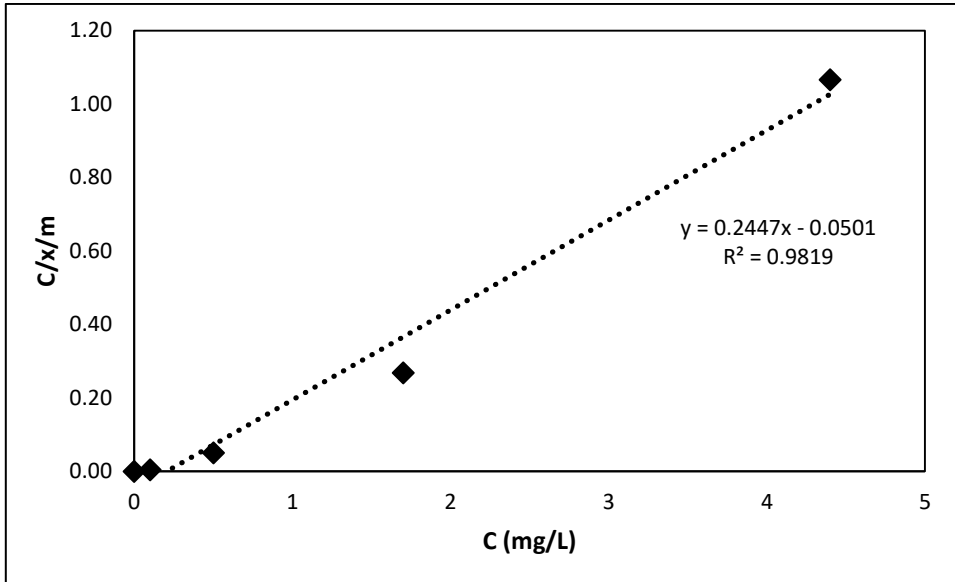


Figura 5.5. Ajuste de datos al modelo de Langmuir (Azul de Metileno)

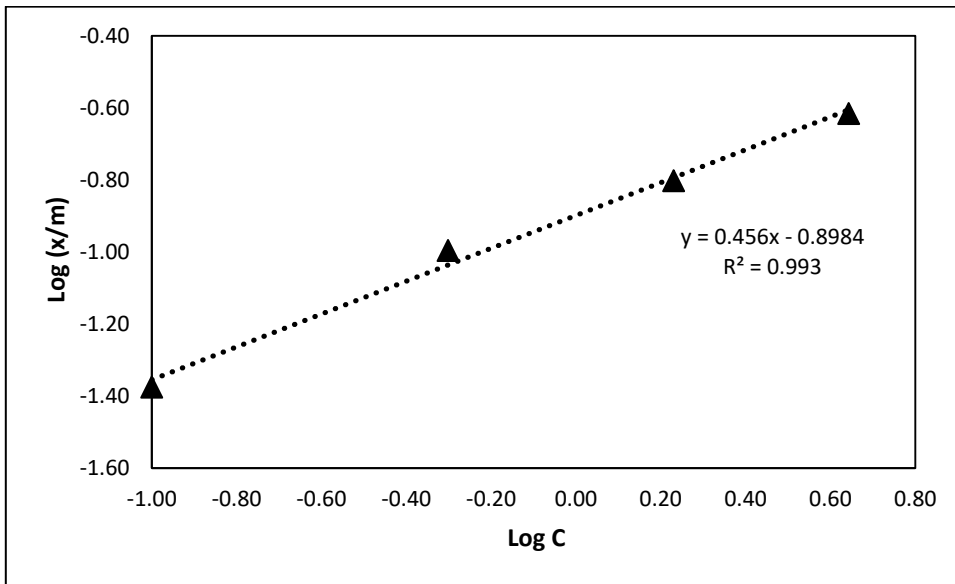


Figura 5.6. Ajuste de datos al modelo de Freundlich (Azul de Metileno)

5.4. Cinéticas de Adsorción

Tabla 5.5. Concentraciones de Fenol para la prueba de adsorción, usando CAP.

Tiempo (min)	C(mg/L)
0	10
5	4.4
10	3.7
20	3.5
30	3.3
60	2.8
90	2.5
120	2.4
150	2.4
180	2.4

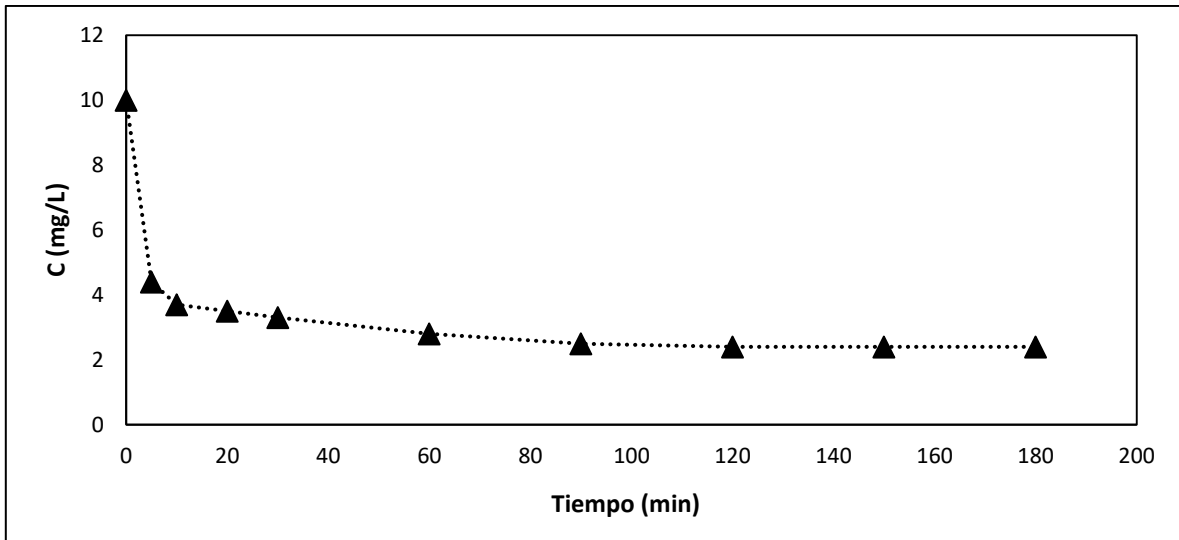


Figura 5.7. Cinética de adsorción de Fenol.

Para esta cinética se usaron 200 mg/L de CAP, la disminución en la concentración de fenol en la disolución se muestra en la tabla 5.5, en donde se alcanzó el equilibrio a los 180 minutos, con una concentración al equilibrio de 2.4 mg/L, es decir el carbón logró una remoción del 76% de fenol, el coeficiente de adsorción experimental al equilibrio fue de 40.16 mg/g, mientras que el teórico fue de 40.82 mg/g.

Tabla 5.6. Concentraciones de Azul de Metileno para la prueba de adsorción, usando CAP

Tiempo (min)	C (mg/L)
0	10.7
5	3.9
10	3.5
20	3.2
30	2.7
60	2.2
90	2.2
120	2.2

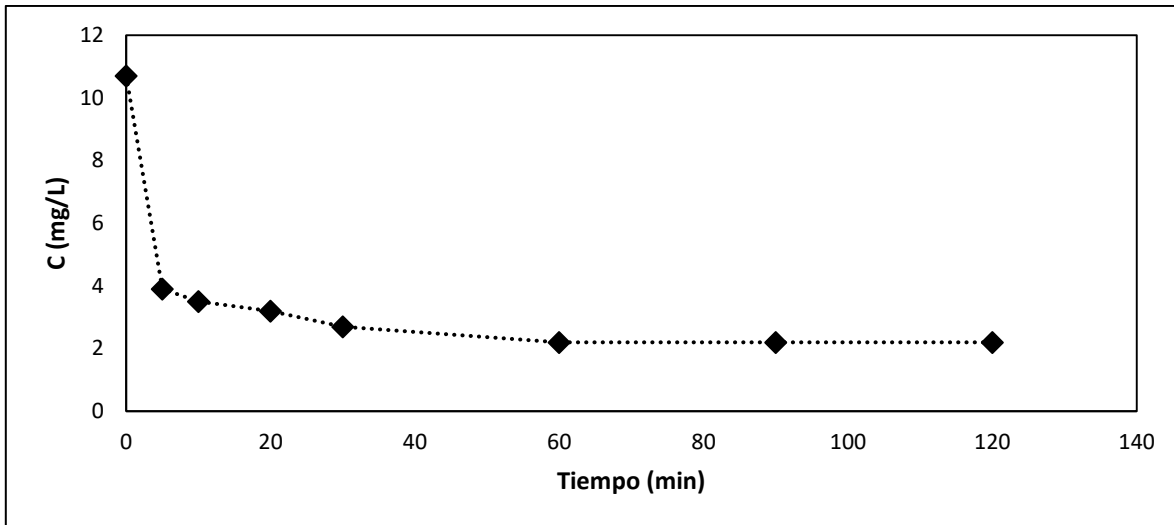


Figura 5.8. Cinética de adsorción de Azul de Metileno.

En la cinética de adsorción de azul de metileno, se observó que el equilibrio se alcanzó a los 120 minutos de experimentación y se logró una remoción del 78% usando 60mg/L de CAP, teniendo un coeficiente de adsorción experimental al equilibrio de 146.8 mg/g y un coeficiente teórico de 149.25 mg/g.

5.5. Recubrimiento en seco y por dispersión

La tabla 5.7 corresponde a los resultados de las masas de fibras recubiertas en seco y por dispersión. El promedio de las masas de recubrimiento en seco fue de 40.43 ± 3.38 mg de CAP por gramo de fibra seca, mientras que el promedio del recubrimiento por dispersión fue de 20.29 ± 15.21 , esto indica que la desviación estándar del método de dispersión es muy alta, y que es desfavorable ya que no se tendría un control sobre la cantidad de CAP fijado a la fibra. Por lo tanto el método de recubrimiento seleccionado fue el recubrimiento en seco, ya que además por este método se fija un 50% más de CAP.

Tabla 5.7. Masas de fibras recubiertas en seco y por dispersión.

	m_i (mg)	m_f (mg)	CAP fijado (mg)	CAP (mg)/m_i (g)
Impregnación En Seco	1,302	1,328.5	56.7	43.5
	1,406	1,435.8	60.0	42.7
	1,553	1,588	65.2	42.0
	1,410.3	1,434	53.9	38.2
	1,294.3	1,310.1	46.0	35.6
Impregnación Por Dispersión	1,353	1,334.1	11.3	8.4
	1,615.6	1,612.8	27.4	16.9
	1,531.8	1,520.3	18.7	12.2
	1,320.5	1,312.9	22.6	17.1
	1,287.6	1,317.5	60.1	46.7
	m_i (mg)	m_f (g)	m_i-m_f (mg)	Promedio m_i-m_f (mg)
Blancos	1,546	1,515.1	30.9	30.2
	1,545.7	1,514.8	30.9	
	1,480.7	1,451.1	29.6	
	1,602	1,570	32.0	
	1,387.6	1,359.8	27.7	

5.6. Temperatura de termofijación

Tabla 5.8. Masas de Fibras a diferentes temperaturas de termofijado.

T (°C)	m _i (mg)	m _f (mg)	CAP fijado (mg)	CAP (mg)/m _i (g)
180	149.3	148	0.533	3.572
	146.3	145.1	0.633	4.329
	151.1	150.4	1.133	7.501
	168.2	167.6	1.233	7.333
	147.8	147.1	1.133	7.668
190	161.5	160.7	1.233	7.637
	135.7	134.4	0.733	5.404
	145.4	144.4	1.033	7.107
	145.4	145.1	1.733	11.921
	161.7	160.9	1.233	7.627
200	139.3	138.4	1.533	11.007
	154.1	153.6	1.933	12.546
	139.5	138.9	1.833	13.142
	146.1	145.6	1.933	13.233
	162	160.6	1.033	6.379
	m _i (mg)	m _f (mg)	m _i -m _f (mg)	Promedio m _i -m _f (mg)
Blancos (180°C)	157.8	156.3	1.5	1.8
	169.9	167.7	2.2	
	153.4	151.6	1.8	
Blancos (190°C)	169.9	168	1.9	2.0
	157.5	154.9	2.6	
	152.2	150.6	1.6	
Blancos (200°C)	153	150.5	2.5	2.4
	164.3	162.4	1.9	
	154.1	151.2	2.9	

Al llevar a cabo la parte de experimentación correspondiente a la temperatura de termofijación se observó que había una pérdida de masa de las fibras de aproximadamente 2% de la masa total, por eso fue necesario usar fibras blanco en esta parte de la experimentación, para cuantificar de manera más precisa la cantidad de CAP que se fijaba a cada fibra. Tomando en cuenta esta consideración, el promedio de CAP fijado a la fibra fue de 6.08, 7.94 y 11.26 mg/g de fibra seca, para 180, 190 y 200°C respectivamente. Por lo tanto, la temperatura más adecuada, es decir, la que permitió una mayor cantidad de CAP fijado a la fibra, fue la de 200°C.

5.7. Tiempos de termofijación

Tabla 5.9. Masas de Fibras a diferentes tiempos de termofijado.

	m_i (mg)	m_f (mg)	CAP fijado (g)	CAP fijado (mg)	CAP (mg) / m_i (g)
10 min	127.1	125.6	0.0003	0.3	2.3
	155.3	154.8	0.0013	1.3	8.3
	160.4	159.9	0.0013	1.3	8.1
	186.4	185.9	0.0013	1.3	6.9
	161.1	161.3	0.002	2	12.4
20 min	161.7	160.2	0.0017	1.7	10.5
	161.8	160.5	0.0019	1.9	11.7
	199	198.7	0.0029	2.9	14.5
	192.1	192.2	0.0033	3.3	17.1
	141.2	139.4	0.0014	1.4	9.9
30 min	156.6	156	0.0012	1.2	7.6
	140.9	140.1	0.001	1	7.0
	146.2	146.1	0.0017	1.7	11.6
	165.8	165.8	0.0018	1.8	10.8
	187.7	188.8	0.0029	2.9	15.4
	m_i (mg)	m_f (mg)	$m_i - m_f$ (mg)	Promedio $m_i - m_f$ (mg)	
Blanco (10 min)	159.3	157.3	2	1.8	
	183.5	181.4	2.1		
	152.9	151.6	1.3		
Blanco (20 min)	139.8	138.3	1.5	1.8	
	150.9	149.3	1.6		
	183.5	181.2	2.3		
Blanco (30 min)	171.7	168.7	3	3.2	
	150.2	147.6	2.6		
	162.8	158.8	4		

De igual manera se usaron fibras blanco en esta parte de la experimentación, las fibras blanco que tuvieron un tiempo de termofijación de 10 y 20 minutos registraron en promedio la misma pérdida de masa, en cambio las fibras termofijadas durante

30 minutos registraron una pérdida de masa de casi el doble. En cuanto a la cantidad de CAP fijado a la fibra, el mejor tiempo fue de 20 minutos ya que en este tiempo se fijó la mayor cantidad de CAP. Por lo tanto las condiciones seleccionadas para la termofijación de las fibras fueron 200°C y 20 minutos.

En las figuras 5.9 y 5.10 se muestran las micrografías de la fibra sin recubrir y de la fibra recubierta respectivamente, en ellas se puede apreciar de una mejor manera el carbón fijado a la fibra, el principal cambio se observa en el oscurecimiento de la fibra recubierta, debido al CAP.



Figura 5.9. Micrografía de la fibra de poliéster sin recubrir

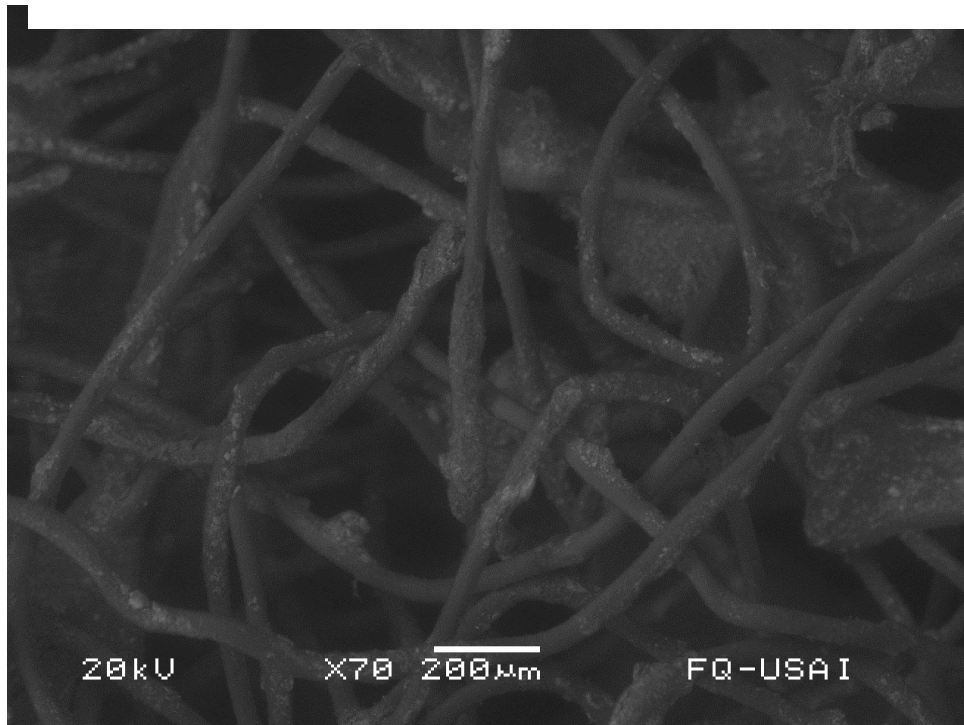


Figura 5.10. Micrografía de la fibra de poliéster recubierta con CAP.

5.8. Cinéticas de adsorción (fibra-CAP)

5.8.1. Fenol

Tabla 5.10. Cantidades de CAP fijado a las fibras usadas en la cinética de adsorción de fenol.

	m_i (g)	m_f (g)	CAP fijado (mg)	CAP (mg)/m_i (g)
Fenol	9.0337	8.946	114.8	12.71
	9.0439	9.1954	354.0	39.14
	9.2317	9.3599	330.7	35.82
	9.849	9.9295	292.0	29.68
	9.4181	9.4896	274.0	29.10
	m_i (g)	m_f (g)	m_i-m_f (g)	Promedio m_i-m_f (g)
Blancos	9.2337	8.9642	0.2695	0.2026
	9.502	9.3748	0.1272	
	9.638	9.427	0.211	

En la tabla 5.10 se muestran las masas de las fibras que se recubrieron bajo las condiciones encontradas en el apartado anterior. Se usaron fibras blanco para determinar la cantidad de CAP fijado a la fibra. El promedio de CAP fijado fue de 31.23 mg/g de fibra seca.

Para la cinética de adsorción de fenol se usó la primera fibra que contenía 114.8 mg de CAP totales.

Tabla 5.11. Resultados de concentraciones de fenol en la cinética de adsorción usando fibra recubierta (C_{FR}) y fibra no recubierta (C_{FNR}).

Tiempo (min)	C_{FR} (mg/L)	C_{FNR} (mg/L)
0	10	10
5	5.6	9.9
10	3.9	9.9
15	3.9	9.9
20	3.8	9.8
30	3.6	9.8
60	3.4	9.7
90	3.3	9.7
120	3.4	9.7
150	3.4	9.7
180	3.3	9.8
210	3	9.7
240	2.7	9.7
270	2.7	9.7
300	2.7	9.7

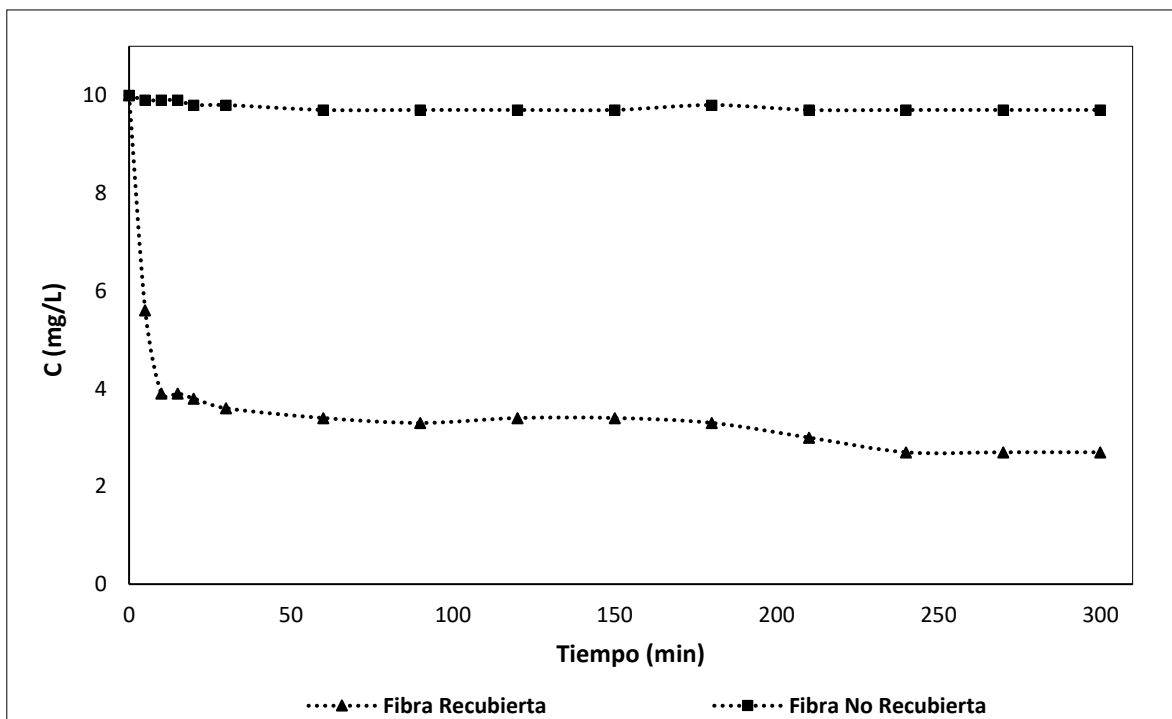


Figura 5.9. Cinética de adsorción de Fenol con fibras.

De acuerdo con la figura 5.9 se observa que gran parte del fenol total adsorbido, se adsorbió en los primeros 10 minutos de la experimentación, mientras que el equilibrio en la adsorción se alcanzó a las 4 horas de iniciada la experimentación. El tiempo en el que se alcanza el equilibrio usando la fibra recubierta es el doble que el tiempo que se necesitó usando solamente CAP, esto puede deberse a que una vez fijado el CAP a la fibra, se requiere de un mayor tiempo para que la superficie de este se moje por completo y se lleve a cabo la transferencia de masa dentro de los poros internos del CAP. A pesar de lo anterior mencionado, la remoción de fenol con la fibra recubierta fue de un 73%. El coeficiente de adsorción al equilibrio del CAP fue de 41.42 mg/g, mientras que el de la fibra recubierta fue de 9.16 mg/g. En cuanto a la fibra sin recubrir que se usó en esta parte de la

experimentación, prácticamente no removió fenol, esto indica que la fibra no tiene capacidad de adsorción sobre el fenol

5.8.2. Azul de Metileno

Tabla 5.12. Cantidades de CAP fijado a las fibras usadas en la cinética de adsorción de azul de metileno.

	m_i (mg)	m_f (mg)	CAP fijado (mg)	CAP (mg)/m_i (g)
Azul de Metileno	9,268.7	9,210.5	144.3	16.65
	8,246.7	8,368.7	324.5	39.35
	9,477.7	9,574.8	299.6	31.61
	8,564.1	8,625.3	263.7	30.79
	9,207.9	9,220.9	215.5	23.41
	m_i (g)	m_f (mg)	m_i-m_f (g)	Promedio m_i-m_f (g)
Blancos	9,233.7	8,964.2	269.5	0.2026
	9,502	9,374.8	127.2	
	9,638	9,427	211	

En la tabla 5.12 se muestran las masas de las fibras que se recubrieron a las condiciones encontradas (200°C y 20 minutos). Se usaron fibras blanco para determinar la cantidad de CAP fijado a la fibra. El promedio de CAP fijado fue de 26.21 mg/g de fibra seca.

Para la cinética de adsorción de azul de metileno se usó la primera fibra que contenía 144.33 mg de CAP totales.

Tabla 5.13. Resultados de concentraciones de azul de metileno en la cinética de adsorción usando fibra recubierta (C_{FR}) y fibra no recubierta (C_{FNR}).

Tiempo (min)	C_{FR} (mg/L)	C_{FNR} (mg/L)
0	10.8	10.4
5	4.3	6.8
15	2.9	6.4
35	1.8	6.3
45	1.1	5.9
55	0.5	5.9
65	0.2	5.8
75	0.2	5.8
85	0.199	5.8

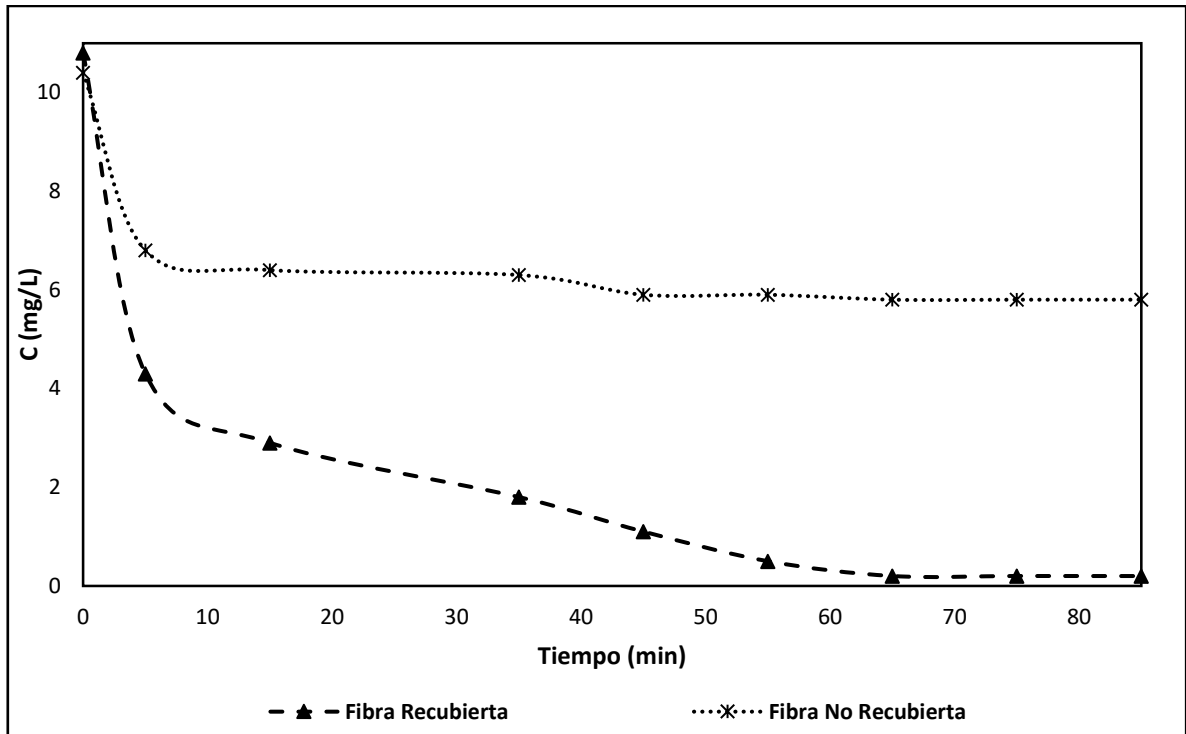


Figura 5.10. Cinética de adsorción de Azul de metileno con fibras.

De acuerdo con la figura 5.10 se observa que la mayor parte de azul de metileno, se adsorbió en los primeros 5 minutos de la experimentación, mientras que el equilibrio en la adsorción se alcanzó a los 65 minutos de iniciada la experimentación, esto puede deberse a que la fibra tiene una cierta afinidad por el azul de metileno y se comprueba observando la adsorción del colorante en una fibra no recubierta, logrando esta una remoción del 42%. La remoción de azul de metileno con la fibra

recubierta fue de un 98%. El coeficiente de adsorción experimental al equilibrio fue de 30.92 mg/g.



Figura 5.11. Disolución de azul de metileno antes del tratamiento con fibra recubierta.



Figura 5.12. Disolución de azul de metileno después del tratamiento con fibra recubierta.

5.9. Orden de reacción de cinéticas de adsorción

5.9.1. Azul de Metileno.

Tabla 5.15. Coeficientes de adsorción (q_t y q_e) para azul de metileno usando fibra recubierta.

Tiempo (min)	Concentración (mg/L)	Volumen (L)	q_t [mg g ⁻¹]	$\ln (q_e - q_t)$	$t/(q_t)$
0	10.8	0.5			
5	4.3	0.49	22.118	2.175	0.226
15	2.9	0.48	26.333	1.523	0.570
35	1.8	0.47	29.375	0.435	1.191
45	1.1	0.46	30.986	0	1.452
55	0.5	0.45	32.187	-	1.709
65	0.2	0.44	32.388	-	2.007
75	0.2	0.43	31.653	-	2.369
85	0.199	0.42	30.92	-	2.749

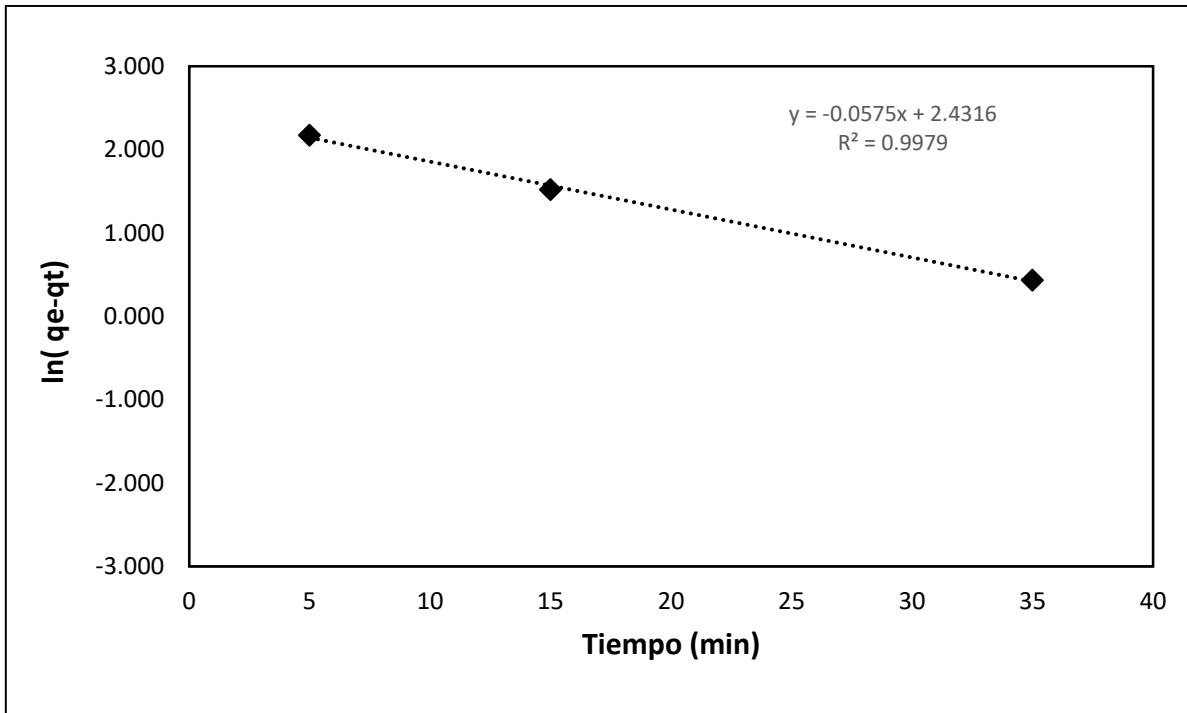


Figura 5.11. Pseudo primer orden de adsorción para Azul de metileno usando la fibra recubierta

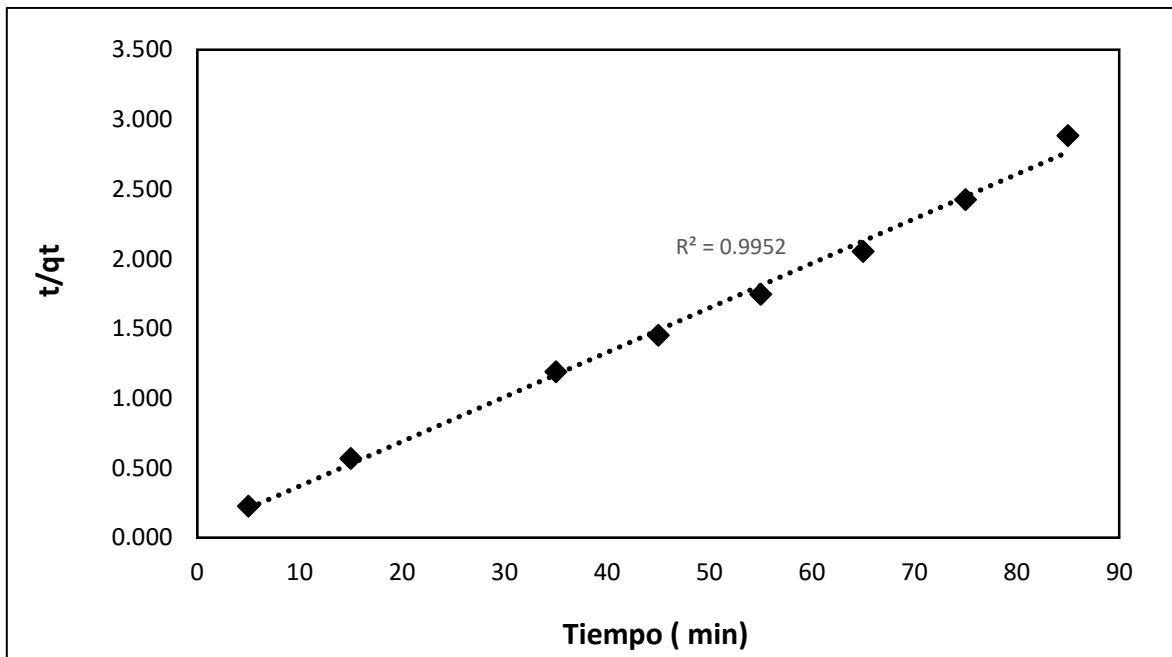


Figura 5.12. Pseudo segundo orden de adsorción para Azul de metileno usando la fibra recubierta.

En la figura 5.11 se muestra el modelo lineal de pseudo primer orden de rapidez de adsorción y en la figura 5.12 se muestra el modelo lineal de pseudo segundo orden de rapidez de adsorción de azul de metileno, usando la fibra recubierta. De acuerdo con las gráficas, la adsorción de azul de metileno se ajusta al modelo de pseudo segundo orden. El segundo supone que el proceso está controlado por la reacción de adsorción en la interfaz líquido/sólido en el adsorbente (Jean-Pierre, 2016).

5.9.2. Fenol.

Tabla 5.15 Coeficientes de adsorción (q_t y q_e) para fenol usando fibra recubierta.

Tiempo (min)	C (mg/L)	Volumen (L)	q_t [mg g ⁻¹]	ln ($q_e - q_t$)	t/ q_t
0	10	0.5			
5	5.6	0.49	7.512	0.767	0.666
10	3.9	0.48	10.202	-	0.980
15	3.9	0.47	9.990	-	1.502
20	3.8	0.46	9.937	-	2.013
30	3.6	0.45	10.035	-	2.990
60	3.4	0.44	10.118	-	5.930
90	3.3	0.43	10.038	-	8.966
120	3.4	0.42	9.659	-4.966	12.424
150	3.4	0.41	9.429	-1.440	15.909
180	3.3	0.4	9.338	-1.116	19.276
210	3	0.39	9.512	-1.875	22.077
240	2.7	0.38	9.666	-	24.831
270	2.7	0.37	9.411	-1.369	28.689
300	2.7	0.36	9.157	-0.676	32.763

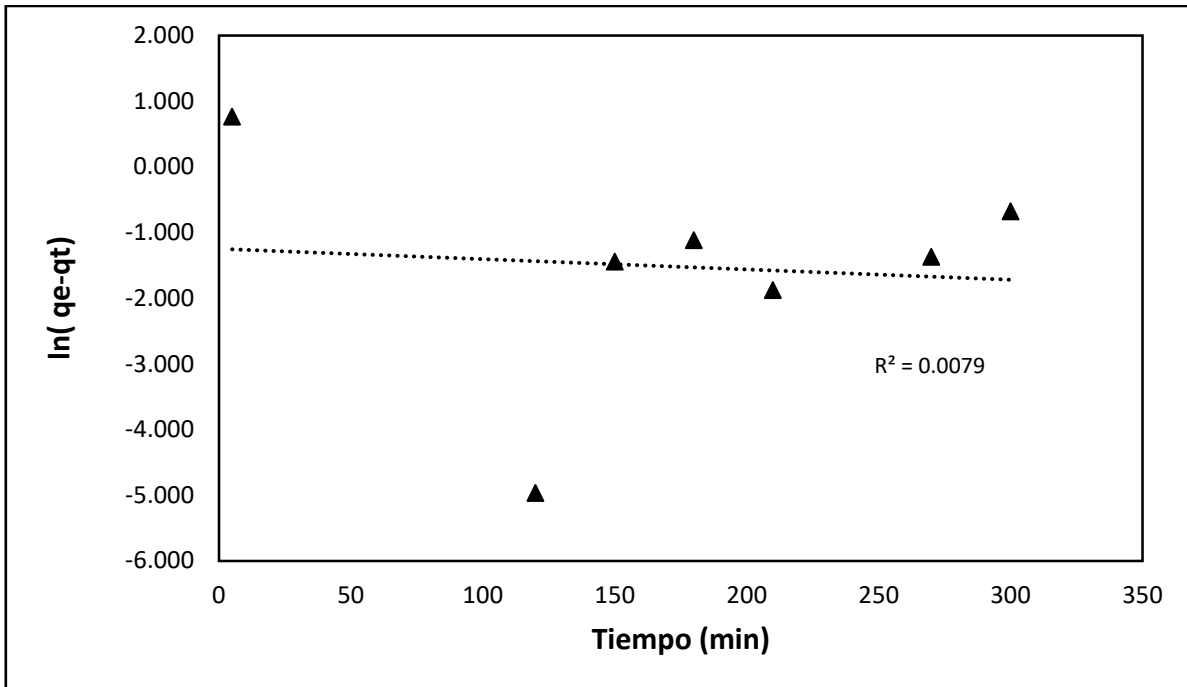


Figura 5.13. Pseudo primer orden de adsorción para Fenol usando la fibra recubierta.

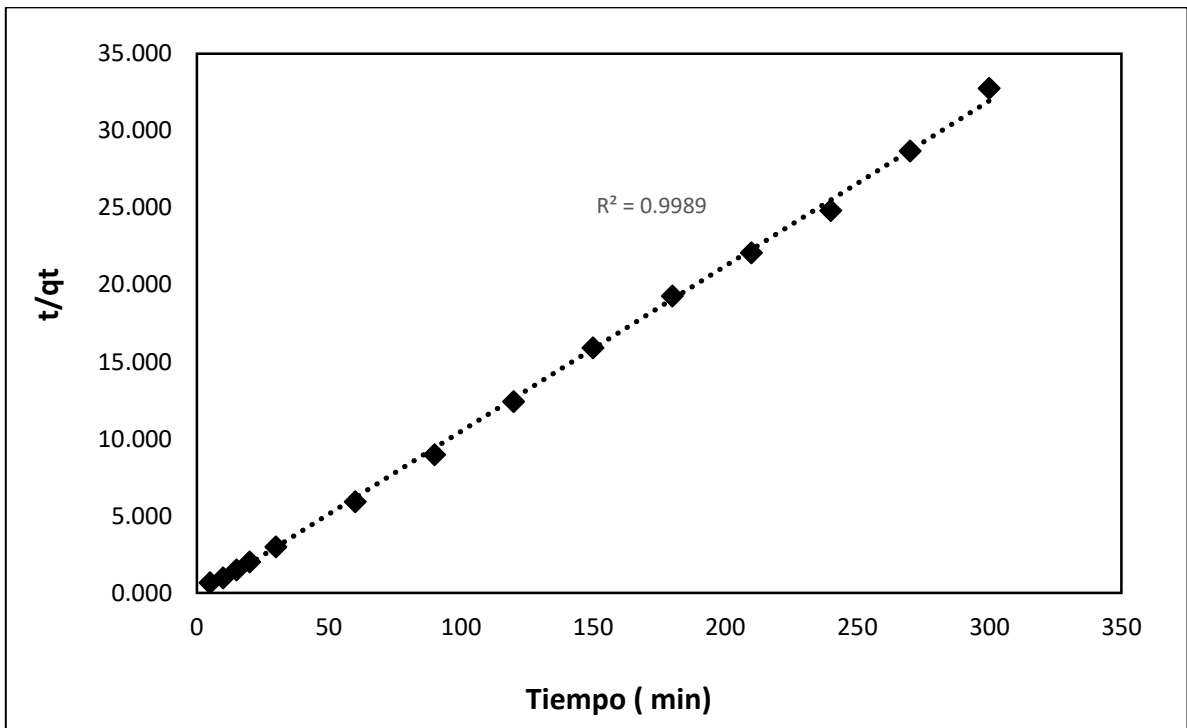


Figura 5.14. Pseudo segundo orden de adsorción para Fenol usando la fibra recubierta.

En la figura 5.13 se muestra el modelo lineal de pseudo primer orden de rapidez de adsorción y en la figura 5.14 se muestra el modelo lineal de pseudo segundo orden de rapidez de adsorción de fenol, usando la fibra recubierta. De acuerdo con las gráficas, la adsorción de fenol se ajusta al modelo de pseudo segundo orden de reacción.

A continuación se presenta la tabla 5.16 donde se muestra la relación de los coeficientes de adsorción, experimentales y teóricos, así como las constantes cinéticas de adsorción de azul de metileno y fenol usando CAP y fibras recubiertas.

Tabla 5.16. Constantes cinéticas para la adsorción de fenol y azul de metileno sobre CAP y fibras recubiertas con CAP.

		Pseudo primer orden				Pseudo segundo orden		
		$q_e \text{ exp}$ [mg g ⁻¹]	$q_e \text{ calc}$ [mg g ⁻¹]	K_1 [g (mg min) ⁻¹]	R^2	$q_e \text{ calc}$ [mg g ⁻¹]	K_2 [g (mg min) ⁻¹]	R^2
Fenol	CAP	40.16	11.78	0.0260	0.996	40.82	0.0063	0.9997
	Fibra-CAP	9.16	0.84	0.0048	0.0079	9.32	0.0478	0.9989
Azul de metileno	CAP	146.80	29.24	0.0348	0.8786	149.25	0.0028	0.9998
	Fibra-CAP	30.92	21.75	0.1589	0.9979	31.25	0.0200	0.9952

Observando los resultados de la tabla 5.16, los datos experimentales se ajustaron al modelo de pseudo segundo orden de reacción tanto para fenol como para azul

de metileno ($R^2=0.99$), en el caso de la adsorción de fenol sobre CAP el valor de R^2 fue similar para ambos pseudo ordenes, sin embargo también se muestran los valores de q_e calculados ya que estos también son un parámetro decisivo en estos casos, como se puede observar los valores de q_e experimental y calculado para pseudo segundo orden son más cercanos que para pseudo primer orden. Este mismo fenómeno ocurre en todos los casos, donde los valores de q_e experimentales son más cercanos a los valores calculados para pseudo segundo orden que para pseudo primer orden. Con respecto a los valores de K_2 , estos son mayores en el caso de fenol comparándolos contra azul de metileno, esto se ve reflejado en el tiempo en el que se alcanza el equilibrio en las cinéticas de adsorción, siendo menor el tiempo para azul de metileno.

5.10. Pruebas con agua residual tratada

Finalmente se llevaron a cabo cinéticas usando agua residual, a continuación se presentan los resultados del barrido de 800 a 300 nm a diferentes tiempos de toma de muestra.

Tabla 5.22. Valores de absorbancia en barridos de 800 a 300 nm a diferentes tiempos.

λ (nm)	t ₀	t ₁₅	t ₃₀	t ₄₀	t ₅₀	t ₆₀
800	0.055	0.03	0.027	0.025	0.024	0.024
780	0.059	0.031	0.029	0.027	0.026	0.024
760	0.06	0.032	0.03	0.028	0.027	0.026
740	0.064	0.035	0.032	0.03	0.029	0.028
720	0.069	0.036	0.033	0.031	0.03	0.029
700	0.079	0.041	0.035	0.033	0.032	0.031
680	0.121	0.069	0.047	0.048	0.046	0.044
660	0.156	0.094	0.059	0.062	0.06	0.057
640	0.138	0.081	0.055	0.058	0.055	0.053
620	0.13	0.075	0.075	0.055	0.053	0.051
600	0.127	0.072	0.072	0.055	0.054	0.051
580	0.121	0.067	0.067	0.055	0.054	0.051
560	0.122	0.068	0.068	0.057	0.056	0.053
540	0.128	0.07	0.07	0.061	0.06	0.056
520	0.138	0.075	0.075	0.066	0.064	0.061
500	0.153	0.084	0.084	0.074	0.072	0.069
480	0.165	0.091	0.091	0.08	0.079	0.075
460	0.179	0.099	0.093	0.088	0.086	0.082
440	0.195	0.108	0.102	0.097	0.095	0.091
420	0.216	0.121	0.114	0.109	0.106	0.102
400	0.246	0.139	0.131	0.125	0.122	0.117
380	0.279	0.161	0.152	0.146	0.142	0.136
360	0.323	0.19	0.181	0.173	0.169	0.162
340	0.381	0.23	0.219	0.21	0.205	0.197
320	0.459	0.289	0.275	0.265	0.259	0.249
300	0.584	0.378	0.352	0.341	0.334	0.328

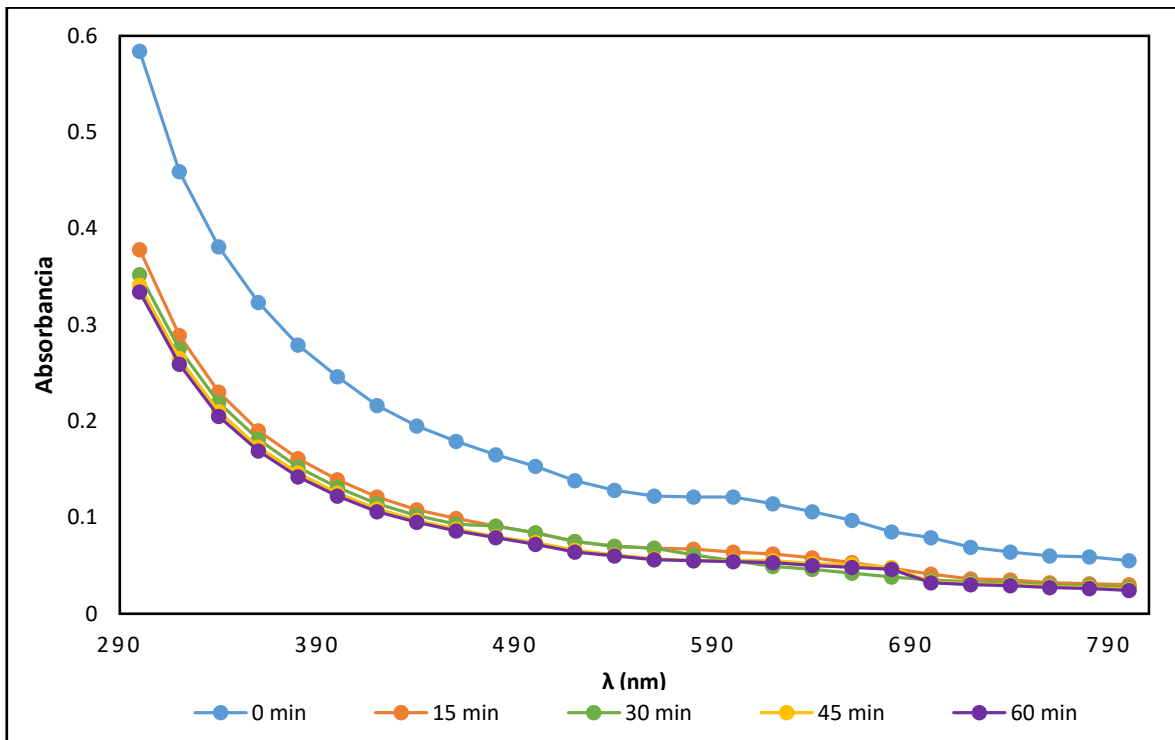


Figura 5.17. Barrido de 800 a 300 nm para agua residual tratada a diferentes tiempos.

La figura 5.17 muestra gráficamente los barridos a los que se sometió el agua residual. De manera cualitativa se observa que existe una disminución en la absorbancia con el paso del tiempo

Tabla 5.22. Valores de absorbancia a 300 nm, en agua residual tratada.

Tiempo (min)	Absorbancia (300 nm)
0	0.584
15	0.378
30	0.352
40	0.341
50	0.334
60	0.328

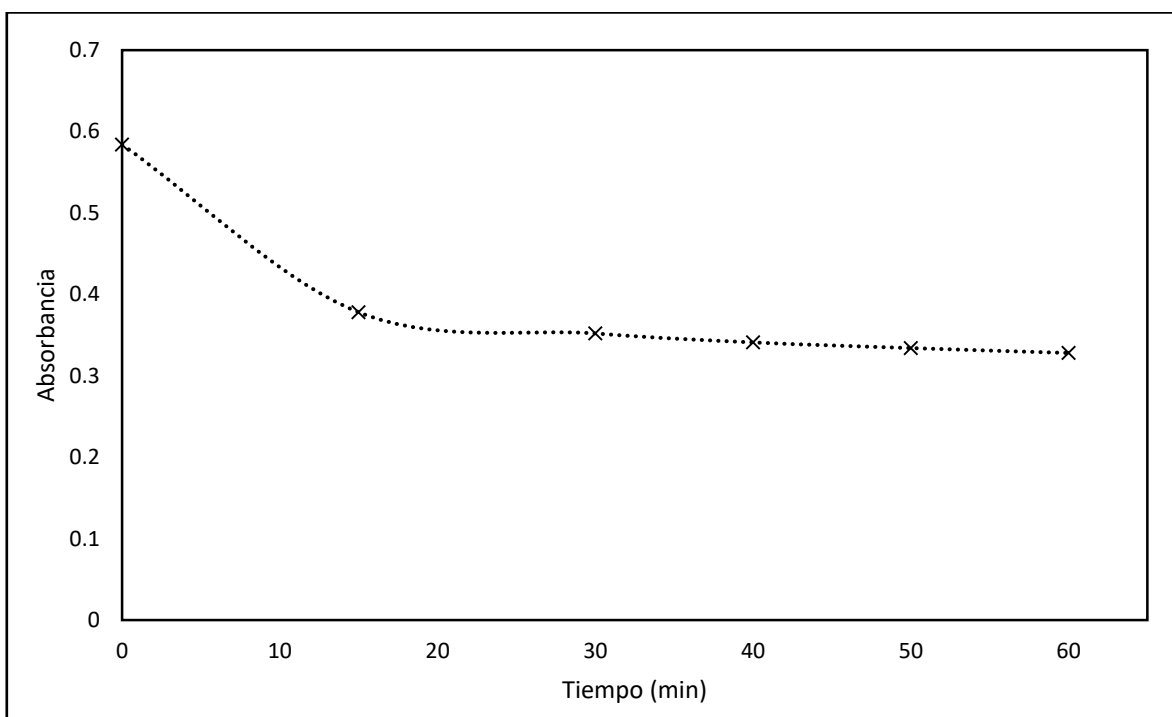


Figura 5.17. Cambio en la absorbancia con respecto al tiempo, en agua residual tratada.

Para la construcción de la gráfica mostrada en la figura 5.17 se tomaron en cuenta solamente los valores de la absorbancia registrados a 300 nm, ya que son los más altos en cada barrido. De acuerdo con la gráfica la absorbancia disminuyó un 56%,

lo que se traduce como una disminución en el color y en la turbidez del agua residual tratada.

5.11. Evaluación mediante técnicas analíticas.

Para la medición de parámetros más concretos en el agua residual, se llevaron a cabo técnicas analíticas y los resultados se muestran a continuación.

Tabla 5.23. Comparación de diferentes parámetros del agua residual antes y después del tratamiento con fibras recubiertas.

Parámetro	Agua residual	Agua residual tratada	% de remoción
Nitrógeno amoniacal (mg/L)	151.2	138.88	8.15
Grasas y aceites (mg/L)	102.2	4.8	95.30
SST (mg/L)	186	70	62.37
Turbidez (NTU)	69.9	11.8	83.12

De acuerdo con la tabla 5.23 la fibra recubierta removió un 95% de grasas y aceites, un 83% de turbidez, 62% de SST y finalmente la disminución del Nitrógeno amoniacal fue de sólo 8%.

6. Conclusiones

- El carbón activado de trabajo seleccionado fue de origen de lignita de la marca Carbotecnia, ya que presentó una mayor capacidad de adsorción de fenol que los otros carbones. De acuerdo con las isotermas que se realizaron usando como adsorbente este carbón, la adsorción de fenol se ajusta mejor al modelo de Langmuir, mientras que la adsorción de azul de metileno se ajusta al modelo de Freundlich.
- Las cinéticas de adsorción usando solamente CAP como adsorbente mostraron que la adsorción de ambas especies se ajustan a un pseudo segundo orden de rapidez de adsorción. La remoción de fenol fue de 76% usando 100 mg de CAP y se alcanzó el equilibrio a los 180 minutos, mientras que usando 30 mg de CAP se removi6 un 78% de azul de metileno y el equilibrio se alcanz6 a los 120 minutos.
- El mejor m6todo de recubrimiento de fibras fue recubrimiento en seco ya que permite que se fije un 100% m6s de CAP a la fibra que el recubrimiento por dispersi6n.
- Las condiciones m6s adecuadas de termofijaci6n encontradas fueron 200°C y 20 minutos, tomando en cuenta el par6metro de mayor cantidad de CAP fijado a la fibra. Con estas condiciones se fijan en promedio 12.8 ± 3.04 mg de CAP/g de fibra seca.
- De las cin6ticas de adsorción usando como adsorbente las fibras recubiertas con CAP se observ6 una remoci6n del 73% de fenol, usando una fibra con 114.8 mg de CAP, el equilibrio se alcanz6 a los 300 minutos, mientras que

usando una fibra con 144.3 mg de CAP se removió un 98% de azul de metileno y el equilibrio se alcanzó a los 85 minutos.

- Lo anterior demuestra que después de la termofijación del CAP a la fibra, el CAP sigue conservando sus propiedades adsorbentes, haciendo que la fibra recubierta logre remociones equivalentes a las logradas con cantidades análogas de CAP.
- Las cinéticas de adsorción usando fibras recubiertas siguen manteniendo un pseudo segundo orden de adsorción.
- La cinética de adsorción con agua residual mostró que la disminución en la absorbancia fue del 56% y el equilibrio se alcanzó a los 60 minutos de experimentación.
- Finalmente la importante disminución en parámetros como turbidez, SST y grasas y aceites, refleja que estas fibras recubiertas con CAP funcionan en el tratamiento de agua residual ya que después del tratamiento se obtiene un agua con mejor calidad y aspecto físico. Por lo que se sugiere como seguimiento de esta investigación: el montaje de módulos de filtración de agua residual basados en esta tecnología, a nivel planta piloto, para evaluar de una mejor manera el funcionamiento de fibras recubiertas con CAP, así como una caracterización hidráulica de las fibras recubiertas.

Bibliografía

Altenor, S., Carene, B., Emmanuel, E. & Lambert, J., 2009. Adsorption studies of methylene blue and phenol onto vetiver roots activated carbon prepared by chemical activation. *Journal of Hazardous Materials*, pp. 1029-1039.

Anon., s.f. NMX-AA-050-SCFI-2001.

Apul, O., Hoogensteijn, N. & Schoeopf, J., 2017. Superfine powdered activated carbon incorporated into electrospun polystyrene fibers preserve adsorption capacity. *Science of The Total Environment*, pp. 458-464.

Arvind, K. & Hara, J., 2016. Removal of methylene blue and phenol onto prepared activated carbon from fox nutshell by chemical activation in batch and fixed-bed column. *Journal of Cleaner Production*, pp. 1246-1259.

Benstoem, F. & Pinnekamp, J., 2017. Characteristic numbers of granular activated carbon for the elimination of micropollutants from effluents of municipal wastewater treatment plants. *Water Sci. Technol.*, pp. 279-285.

Budinova, T., Ekinici, E., Yardim, F. & Grimm, A., 2006. Characterization and application of activated carbon produced by H₃PO₄ and water vapor activation. *Fuel Processing Technology*, pp. 899-905.

Cayuela, D., Manich, A., Gacén, I. & Gacén, J., 2004. Determinación de la temperatura de termofijado del poliéster mediante análisis termomecánico. *Boletín Intexter*, pp. 43-47.

Dabrowsky, A., 2001. Adsorption-from theory to practice. *Advance in colloid and interface science*, pp. 135-224.

- Dabrowsky, A., Podkoscielny, P., Hubicki, Z. & Barczak, M., 2005. Adsorption of phenolic compounds by activated carbon-a critical review. *Chemosphere*, pp. 1049-1070.
- Derbyshire, F., Jagtoyen, M. & Thwaikes, M., 1995. Porosity in Carbons. En: London: s.n.
- Dural, M., Cavas, L., Papageorgiu, S. & Katsaros, F., 2011. Methylene blue adsorption on activated carbon prepared from *Posidonia oceanica* (L.) dead leaves:kinetic and equilibrium studies. *Chem. Eng. J.* , pp. 77-85.
- Gokce, Y. & Aktas, Z., 2014. Nitric acid modification of activated carbon produced from waste tea and adsorption of methylene blue and phenol. *Applied Surface Science*, pp. 352-359.
- Gómez, A. A. & Díaz, B., 2011. ANÁLISIS DE LA PROBLEMÁTICA DE AGUAS RESIDUALES EN LA REGIÓN DE TEXCOCO, ESTADO DE MÉXICO. *TECSISTECATL*.
- Haghseresht, F., Nouri, S., Finnerty, J. & IU, G., 2002. Effects of surface chemistry on aromatic compounds adsorption from dilute aqueous solutions by activated carbon. *J. Phys. Chem.*, pp. 1297-1303.
- Hamou, M., Hammou, A., Mustapha, A. & Hamid, M., 2018. Critical of linear and nonlinear equations of pseudo-first order and pseudo second-order kinetic models. *Karbala International Journal of Modern Science*, pp. 244-254.
- Ho, Y. & Mckay, G., 1999. Pseudo-second order model for sorption processes. *Process Biochemistry*, pp. 451-465.

Jean-Pierre, S., 2016. On the comparison of pseudo-first order and pseudo-second order rate laws in the modeling of adsorption kinetics. *Chemical Engineering Journal*, pp. 254-263.

Keller, G., Aderson, R. & Yon, C., 1987. Adsorption. En: *Handbook of Separation Process and Technology*. New York: Jhon Wiley and Sons, p. Ch 12.

Lawrence, K., Yung-Tse, H. & Nazih, K., 2006. *Advanced Physicochemical Treatment Processes*. New Jersey: Humana Press.

Li, W., Yu, H. & Rittmann, B., 2015. Chemistry: reuse water pollutants. *Nature*, pp. 29-31.

Luna, D., Gonzalez, A., Gordon, M. & Martín, N., 2007. Obtención de carbón activado a partir de la cáscara de coco. *ContactoS*, pp. 39-48.

Nowicki, K., Das, D. & Biswas, M., 2015. Adsorption of phenol from aqueous solutions using activated carbons prepared from *Tectona grandis* sawdust by ZnCl₂ activation. *Chem. Eng.*, pp. 581-586.

Reinoso, F., 2005. Carbón activado: estructura, preparación y aplicaciones. *Revista Uniandes*, pp. 66-669.

Rodriguez, F., 2002. *Handbook of Porous Solids*. New York: Wiley-VCH Publisher.

Rouquerol F., R. J. a. S. K., 1999. *Adsorption by powders and porous solids*. Marsella, Francia: Academic Press.

Rouquerol, F., Rouquerol, J. & Sing, K., 1999. *Adsorption by powders and porous solids*. Marseille: Academic Press.

Rusell, S., 2007. *Handbook of nonwovens*. Cambridge: Woodhead Publishing Limited.

- Senthilkumaar, S., Varadarajan, P., Porkodi, K. & Subbhuraam, C., 2005. Adsorption of methylene blue onto jute fiber carbon: kinetics and equilibrium studies. *J. Colloid Interface Sci.*, pp. 78-82.
- Somnath, M. & al, e., 2007. Removal of phenols from water environment by activated carbon, bagasse ash and wood charcoal. *Chemical Engineering Journal*, pp. 133-142.
- Thomas W. J., C. B., 1998. *Adsorption technology and design*. s.l.:Elsevier Science & Technology books.
- Ul, G. & Abdulah, A., 2008. Heterogeneous photocatalytic degradation of organic contaminants over titanium dioxide: A review of fundamentals, progress and problems. *Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews*, pp. 1-12.
- Valenzuela, C., 2005. *Adsorción*, Granada: s.n.
- Weber, W. J., 2003. *Control de la calidad del agua. Procesos fisicoquímicos*. Barcelona: Editorial Reverté.
- Yang, Y. y otros, 2018. Effect of minerals on the stability of biochar. *Chemosphere*, pp. 310-317.
- Yue, Z., Vakili, A. & Wang, J., 2017. Activated carbon fibers from meltblown isotropic pitch fiber webs for vapor phase adsorption of volatile organic compounds. *Chemical Engineering Journal*, pp. 183-190.

Anexo A

Normalización de la disolución patrón de Fenol

- I. Se preparó una disolución de bromato-bromuro, disolviendo 2.784g de bromato de potasio y 10 g de bromuro de potasio en 1L de agua.
- II. Se añadieron 50 mL de la disolución patrón de fenol y 10 mL de la disolución bromato-bromuro a 100 mL de agua en un matraz de 500 mL.
- III. Inmediatamente se añadieron 5 mL de ácido clorhídrico concentrado y se agitó suavemente.
- IV. En el caso cuando el color marrón (bromo libre) no permaneció, se agregaron porciones de 10 mL de la disolución bromato-bromuro hasta que el color permaneció.
- V. Se tapó el matraz y se dejó reposar en oscuridad durante 10 minutos; posteriormente se añadió 1 g de yoduro de potasio.
- VI. La mezcla se valoró con una disolución de tiosulfato de sodio 0.025M, se usó como indicador una disolución de almidón 2% p/v.
- VII. Se preparó un blanco exactamente de la misma manera usando agua y 10 mL de la disolución bromato-bromuro. El blanco se valoró con tiosulfato 0.025M usando como indicador la disolución de almidón.
- VIII. Se utilizó la siguiente ecuación para el cálculo de la concentración de la disolución patrón de fenol.

$$\frac{mg}{L} \text{ de fenol} = 7.842 [(Ax B) - C]$$

Donde:

A son los mL de la disolución de tiosulfato de sodio usado para el blanco

B son los mL de la disolución de bromato-bromuro utilizada por la muestra dividida entre 10

C son los mL de la disolución de tiosulfato de sodio usado para la muestra.