



**UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN
NICOLÁS DE HIDALGO**

**FACULTAD DE INGENIERÍA EN TECNOLOGÍA
DE LA MADERA**

**OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE
CARBÓN ACTIVADO A PARTIR DE
MADERA Y CORTEZA DE *Eucalyptus
cinerea***

TESIS

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE INGENIERO EN
TECNOLOGÍA DE LA MADERA**

P R E S E N T A:

DIEGO VILLASEÑOR MARTÍNEZ

DIRECTORA DE TESIS: M.C. LUZ ELENA A. ÁVILA CALDERÓN

CODIRECTOR: M.C. MARCO ANTONIO HERRERA FERREYRA



Morelia, Michoacán, Septiembre 2020.

ÍNDICE

ÍNDICE DE FIGURAS

ÍNDICE DE CUADROS

1. RESUMEN.....	04
1.1 SUMMARY.....	05
2. INTRODUCCIÓN.....	06
3. MARCO TEÓRICO.....	08
3.1 Definición de carbón vegetal.....	08
3.2 Definición de carbón activado.....	08
3.3 Obtención del carbón activado.....	08
3.4 Características de los carbones activados.....	09
3.5 Materia prima.....	10
3.6 Tipos de activación.....	10
3.6.1 Activación física.....	10
3.6.2 Activación química.....	11
3.7 Caracterización y propiedades de los carbones activados.....	11
3.7.1 Número de yodo y área superficial.....	12
3.7.2 Contenido de humedad.....	12
3.7.3 Contenido de cenizas.....	12
3.7.4 pH de los carbones activados.....	13
3.7.5 Microscopía electrónica de barrido (MEB)	13
3.8 Usos del carbón activado.....	13
3.9 Mercado del carbón activado.....	14
4. ANTECEDENTES.....	15
5. OBJETIVOS.....	19
5.1 Objetivo general.....	19
5.2 Objetivos particulares.....	19

6. MATERIALES Y MÉTODOS	20
6.1 Datos de colecta de las muestras.....	20
6.2 Generalidades de la especie de acuerdo al sistema APG.....	20
6.3 Obtención y preparación de la materia prima.....	21
6.4 Cálculo del contenido de humedad de las harinas de madera y corteza de <i>Eucalyptus cinerea</i>	23
6.5 Determinación del pH de las harinas de madera y corteza de <i>Eucalyptus cinerea</i>	24
6.6 Obtención de los carbones activados.....	24
6.7 Caracterización de los carbones activados.....	25
6.8 Cálculo del contenido de humedad de los carbones activados ASTM: D2867-14.....	25
6.9 Cálculo del contenido de cenizas de los carbones activados ASTM: D2866-11.....	26
6.10 Determinación del pH de los carbones activados.....	26
6.11 Cálculo del número de yodo de los carbones activados mediante la norma ASTM: D4607-14.....	27
6.12 Microscopía electrónica de barrido (MEB).....	29
7. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS	30
7.1 Cálculo del contenido de humedad de las harinas de madera y corteza de <i>Eucalyptus cinerea</i> bajo la norma ASTM: D2867 – 09 (2014).....	30
7.2 Cálculo del pH de las harinas de madera y corteza de <i>Eucalyptus cinerea</i>	30
7.3 Contenido de humedad en los carbones activados madera, corteza y testigo Norma ASTM: D2867 – 14.....	31
7.4 Contenido de cenizas de los carbones activados de madera corteza y testigo Norma ASTM: D2866- 11.....	32
7.5 Determinación del pH de los carbones activados.....	33

7.6 Cálculo del número de yodo de los carbones activados madera corteza y testigo ASTM: D4607-14.....	34
7.7 Microscopia electrónica de barrido (MEB).....	35
7.7.1 Microanálisis del carbón activado obtenido a partir de madera <i>Eucalyptus cinerea</i>.....	36
7.7.2 Microanálisis carbón activado obtenido a partir de corteza <i>Eucalyptus cinerea</i>.....	38
7.7.3 Microanálisis carbón activado comercial obtenido a partir de cascara de coco.....	40
7.7.4 Microanálisis de cenizas de carbón activado obtenido a partir de madera <i>Eucalyptus cinerea</i>.....	42
7.7.5 Microanálisis de cenizas de carbón activado obtenido a partir de corteza <i>Eucalyptus cinerea</i>.....	44
7.7.6 Microanálisis de cenizas de carbón activado comercial obtenido a partir de cascara de coco.....	46
8. CONCLUSIONES.....	48
9. BIBLIOGRAFÍA	
10. ANEXOS	

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Formación de grupos funcionales en la carbonización y activación.....	09
Figura 2. Villa Victoria, Estado de México	20
Figura 3. Fragmentos de troncos <i>E. cinerea</i>	21
Figura 4. Secciones de los troncos.....	21
Figura 5. Astillas de madera <i>E. cinerea</i>	22
Figura 6. Detalle de astillas de madera <i>E. cinerea</i>	22
Figura 7. Molienda de las astillas.....	22
Figura 8. Tamices Fisherbrand.....	23
Figura 9. Clasificación de las harinas.....	23
Figura 10. Harinas de corteza y madera <i>E. cinerea</i> , número 40.....	23
Figura 11. Elementos presentes en la muestra de carbón activado obtenido a partir de madera de <i>Eucalyptus cinerea</i>	36
Figura 12. Microfotografía a 500x de una sección del carbón activado de madera de <i>Eucalyptus cinerea</i>	37
Figura 13. Microfotografía a 1000x de una sección del carbón activado de madera de <i>Eucalyptus cinerea</i>	37
Figura 14. Microfotografía a 1500x de una sección del carbón activado de madera de <i>Eucalyptus cinerea</i>	37
Figura 15. Elementos presentes en la muestra de carbón activado obtenido a partir de corteza de <i>Eucalyptus cinerea</i>	38
Figura 16. Microfotografía a 500x de una sección del carbón activado de corteza de <i>Eucalyptus cinerea</i>	39
Figura 17. Microfotografía a 1000x de una sección del carbón activado de corteza de <i>Eucalyptus cinerea</i>	39
Figura 18. Microfotografía a 500x de una sección del carbón activado de corteza de <i>Eucalyptus cinerea</i>	39
Figura 19. Microfotografía a 1500x de una sección del carbón activado de corteza de <i>Eucalyptus cinerea</i>	39

Figura 20. Elementos presentes en la muestra de carbón activado comercial obtenido a partir de cáscara de coco.	40
Figura 21. Microfotografía a 500x de una sección del carbón activado comercial de coco.....	41
Figura 22. Microfotografía a 1000x de una sección del carbón activado comercial de coco.....	41
Figura 23. Microfotografía a 1500x de una sección del carbón activado comercial de coco.....	41
Figura 24. Elementos presentes en la muestra de cenizas de carbón activado obtenido a partir de madera de <i>Eucalyptus cinerea</i>.....	42
Figura 25. Microfotografía a 200x de una sección de las cenizas de carbón activado de madera de <i>Eucalyptus cinerea</i>.....	43
Figura 26. Microfotografía a 500x de una sección de las cenizas de carbón activado de madera de <i>Eucalyptus cinerea</i>.....	43
Figura 27. Microfotografía a 1000x de una sección de las cenizas de carbón activado de madera de <i>Eucalyptus cinerea</i>.....	43
Figura 28. Elementos presentes en la muestra de cenizas de carbón activado obtenido a partir de corteza de <i>Eucalyptus cinerea</i>.....	44
Figura 29. Microfotografía a 200x de una sección de las cenizas de carbón activado de corteza de <i>Eucalyptus cinerea</i>.....	45
Imagen 30. Microfotografía a 500x de una sección de las cenizas de carbón activado de corteza de <i>Eucalyptus cinerea</i>.....	45
Figura 31. Elementos presentes en la muestra de cenizas de carbón activado comercial obtenido a partir de coco.....	46
Figura 32. Microfotografía a 200x de una sección de las cenizas de carbón activado de coco.....	47
Figura 33. Microfotografía a 500x de una sección de las cenizas de carbón activado de coco.....	47

ÍNDICE DE CUADROS

Cuadro 1. Contenido de humedad de las harinas de madera y corteza <i>E. cinerea</i>	30
Cuadro 2. pH harina de madera <i>E. cinerea</i>	30
Cuadro 3. pH harina de corteza <i>E. cinerea</i>	31
Cuadro 4. Contenido de humedad de los carbones activados testigo, madera y corteza <i>E. cinerea</i>	31
Cuadro 5. Contenido de cenizas de los carbones activados testigo, madera y corteza <i>E. cinerea</i>	32
Cuadro 6. Porcentaje máximo de contenido de cenizas en carbones activados en diferentes procesos industriales.....	32
Cuadro 7. pH del carbón activado de madera de <i>E. cinerea</i>	33
Cuadro 8. pH del carbón activado de corteza de <i>E. cinerea</i>	33
Cuadro 9. pH del carbón activado testigo grado comercial.....	33
Cuadro 10. pH en carbones activados en diferentes procesos industriales.....	34
Cuadro 11. Número de yodo de los carbones activados testigo, madera y corteza <i>E. cinerea</i>	34
Cuadro 12. Números de yodo en carbones activados en diferentes procesos industriales.....	35
Cuadro 13. Porcentaje de elementos presentes en la muestra de carbón activado obtenido a partir de madera de <i>Eucalyptus cinerea</i>	36
Cuadro 14. Porcentaje de elementos presentes en la muestra de carbón activado obtenido a partir de corteza de <i>Eucalyptus cinerea</i>	38
Cuadro 15. Porcentaje de elementos presentes en la muestra de carbón activado comercial obtenido a partir de coco.....	40
Cuadro 16. Porcentaje de elementos presentes en la muestra de cenizas de carbón activado obtenido a partir de madera de <i>Eucalyptus cinerea</i>	42
Cuadro 17. Porcentaje de elementos presentes en la muestra de cenizas de carbón activado obtenido a partir de corteza de <i>Eucalyptus cinerea</i>	44
Cuadro 18. Porcentaje de elementos presentes en la muestra de cenizas de carbón activado comercial obtenido a partir de coco.....	46

1. RESUMEN.

El presente estudio se realizó con la finalidad de caracterizar el carbón activado obtenido a partir de madera y corteza de *Eucalyptus cinerea*. Este material es importante debido a la gran cantidad de aplicaciones que tiene en diferentes procesos químicos y físicos. Por un lado, hay una creciente necesidad de obtener un material descontaminante en diferentes procesos industriales; por otro lado, el carbón activado se puede obtener a partir del aprovechamiento de todos los residuos de la industria del aserrío como son el aserrín y la corteza. En el presente trabajo tanto la madera como la corteza de *Eucalyptus cinerea* se pulverizan hasta la obtención de harinas con tamaños de partículas de 425 μm aproximadamente, posteriormente son sometidas a un tratamiento con ácido fosfórico H_3PO_4 al 30% de concentración, y a un radio de impregnación de 1.5 (gramos H_3PO_4 / gramos de precursor), durante 15 horas a temperatura ambiente. Estas mezclas fueron sometidas primero a una deshidratación a 103 ± 2 $^\circ\text{C}$ por 3 horas, después a una carbonización y activación en un solo paso a 500 $^\circ\text{C}$ durante 2 horas. Una vez que material lignocelulósico fue tratado, se procede a realizar la caracterización del mismo para saber su potencial adsorbente, por lo que se comparó con un carbón testigo de grado comercial mediante diferentes técnicas como son determinación de contenido de humedad, contenido de cenizas, medición de pH, determinación de número de yodo y análisis por microscopía electrónica de barrido.

1.1 SUMMARY.

The present study was made to characterize the activated carbon obtained from wood and bark of *Eucalyptus cinerea*. This material is important due to the large number of applications it has in different chemical and physical processes. On the one hand, there is an increasing need to obtain a decontaminating material in different industrial processes; on the other hand, activated carbon can be obtained from the use of all the residues of the sawmill industry such as sawdust and bark. In the present work, both the wood and the bark of *Eucalyptus cinerea* are pulverized until obtaining sawdust with particle sizes of approximately 425 μm , afterwards they are submitted treated with phosphoric acid H_3PO_4 at 30% concentration, and at a ratio of impregnation of 1.5 (grams H_3PO_4 / grams de precursor), for 15 hours at room temperature. These mixtures were submitted first dehydrated at 103 ± 2 $^\circ\text{C}$ for 3 hours, after this to a carbonization and activation in one step at 500 $^\circ\text{C}$ for 2 hours. Once the lignocellulosic material was treated, proceed to characterize it to know the adsorbent potential, so it was compared to a control commercial grade carbon activated using different techniques such as a determination of moisture content, ash content, pH measurement, iodine number and scanning electron microscopy analysis.

2. INTRODUCCIÓN.

El carbón activado es una forma de carbón que ha sido procesado para crear poros, dando como resultado un área superficial incrementada. El área superficial del carbón activado lo hace un material muy importante para llevar a cabo muchos procesos: para la extracción de metal en el tratamiento de aguas residuales industriales, purificación de agua, filtros para aire acondicionado, en la fabricación de máscaras antigás, etc. (Grima y col., 2016).

El carbón activado puede obtenerse de una gran cantidad de materiales carbonosos como pueden ser madera de diferentes especies, entre ellas eucaliptos, residuos de la industria del aserrío, licor negro de la industria del papel kraft, desperdicios agrícolas, cáscara de granos o semillas, entre muchos otros (Grima y col., 2016).

El proceso para la obtención del carbón activado comienza con la combustión y posterior activación, ya sea en un mismo paso o en etapas, en ausencia de oxígeno para evitar la combustión del precursor carbonoso. En esta etapa se comienza el desarrollo de una estructura porosa interna en el material, baja en comparación con la desarrollada durante el proceso de activación. La activación del material puede llevarse a cabo mediante un proceso físico o químico, cuya elección debe tomar en cuenta los recursos que estén a disposición (Grima y col., 2016).

La activación física del carbón comúnmente se realiza en dos pasos. Primero, se realiza la carbonización de la materia, y posteriormente, la activación del mismo. De los posibles tratamientos físicos de activación, los más comunes son el uso de vapor de agua o dióxido de carbono CO_2 como gas activante, o una mezcla de ambos (Ngernyen y col., 2006).

La activación química normalmente se lleva a cabo en un solo paso y por lo general requiere de temperaturas y tiempos menores de activación que los procedimientos físicos, además la obtención de carbón activado por activación química es mayor que por procedimientos físicos. Un inconveniente de este procedimiento es que el material obtenido requiere un tratamiento para la recuperación de los agentes químicos usados para su activación (Martínez, 2012).

En la presente investigación, la producción de los carbones activados de madera y de corteza de *Eucalyptus cinerea*, se lleva a cabo mediante el método químico de activación con ácido fosfórico. En la activación química, la carbonización y la activación son llevadas a cabo en un solo paso, realizando la descomposición térmica de la materia prima al impregnarla con el agente activante ácido fosfórico que es también conocido por ser un ácido fuerte, ya que actúa como un

catalizador ácido para promover reacciones de escisión (Binti, 2007). El carbón activado obtenido se sometió a diversos ensayos: obtención del número de yodo, análisis por microscopia electrónica de barrido (MEB), determinación del contenido total de cenizas, determinación de contenido de humedad y medición de pH, esto con la finalidad de conocer el potencial que tiene dicha especie en el mercado del carbón activado y sus potenciales aplicaciones en los procesos industriales.

3. MARCO TEÓRICO.

La optimización en el uso de los recursos naturales, con fines de desarrollo tecnológico e industrial y la disminución de los efectos nocivos sobre el ambiente ocasionados por emisiones y desechos como consecuencia de la explotación de los recursos naturales, son de gran importancia en la investigación y desarrollo de tecnología en la actualidad (Wolfgang y col. 2010).

3.1 Definición de carbón vegetal.

El carbón vegetal es un material combustible sólido negro, frágil y poroso con un alto contenido en carbono, posee una estructura irregular de capas, con espacios que constituyen la porosidad. Este ordenamiento al azar y el entrecruzamiento entre las capas impiden el ordenamiento de la estructura para resultar en grafito (Luna y col., 2007).

3.2 Definición de carbón activado.

El carbón activado es un adsorbente preparado a partir de materiales carbonosos que se caracteriza por poseer una alta superficie interna, variedad de grupos funcionales y una buena distribución de poros, propiedades que le permiten atrapar una gran diversidad de moléculas. Generalmente, las materias primas para la producción de carbón activado son las que tienen alto contenido de carbono, pero bajos contenidos inorgánicos tales como madera, lignito, turba y hulla. La preparación de este tipo de material se lleva a cabo a través de procesos físicos o químicos, mediante la interacción con gases o la adición de químicos, respectivamente ya que el tamaño y la distribución de sus poros en la estructura carbonosa pueden ser controlados al variar las condiciones como temperatura y tiempo de activación así como el agente activante utilizado (Bastidas y col., 2010).

3.3 Obtención del carbón activado.

Para la producción de carbón activado se debe partir de una materia prima con propiedades bien definidas tales como abundancia, dureza, estructura inherente de poros, alto contenido de carbono, bajo contenido de ceniza y alto rendimiento en masa durante el proceso de carbonización. Se ha demostrado que materias primas como la madera, el carbón, el lignito, los endocarpios y los huesos de algunas frutas presentan buenas propiedades para su obtención. La elección del precursor está en función de su disponibilidad, precio y pureza, pero el proceso de fabricación y la posible aplicación del producto final deben ser considerados (Velázquez y col., 2010).

3.4 Características de los carbones activados.

Las principales características de los carbones activados están determinadas por sus propiedades físicas y químicas, entre las que son de importancia destacar su estructura porosa y su potencial de adsorción. En referencia a la porosidad es importante mencionar que las dimensiones de los poros dependen del precursor y de las condiciones de los procesos de carbonización y activación utilizados. Los tamaños de poros van desde los más pequeños, llamados microporos ($\approx 2,0$ nm) hasta los mesoporos (entre 2.0 y 50.0 nm) y macroporos ($> 50,0$ nm). Sin embargo, las propiedades adsorbentes de un carbón activado no solo están definidas por su estructura porosa, sino también por su naturaleza química (Luna y col., 2007).

El carbón activado presenta en su estructura átomos de carbono con valencia insaturada y además, componentes inorgánicos provenientes de las cenizas y grupos funcionales (principalmente de oxígeno y nitrógeno) estos grupos funcionales se forman durante el proceso de activación haciendo que la superficie del carbón se haga químicamente reactiva y es la razón por la que afectan las propiedades adsorbentes, especialmente para moléculas de cierto carácter polar (Luna y col., 2007).

La oxidación de un carbón, produce la formación de grupos hidroxilo (OH^-), carbonilo (RCHO), carboxilo (RCOOH), etc. (Figura 1), que le dan al carbón un carácter anfótero, esto es, carácter ácido y básico, a la vez (Luna y col., 2007).

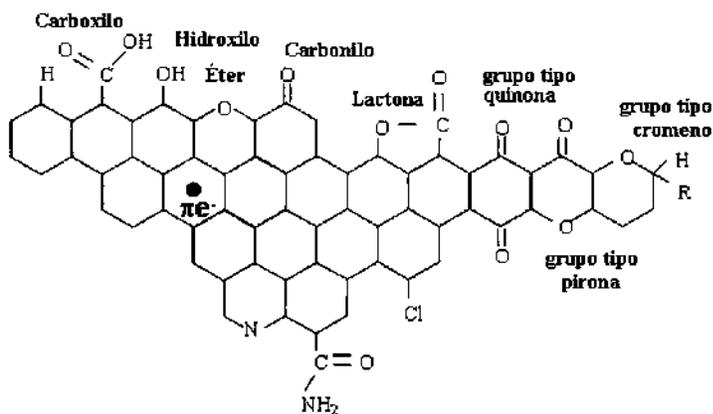


Figura 1. Formación de grupos funcionales en la carbonización y activación (Acevedo S., 2014).

El potencial de adsorción queda entonces determinado por la propia estructura, forma y distribución de la porosidad y por otras condiciones relacionadas con la química de las superficies de los carbones activados (Wolfgang y col., 2010).

La producción de carbones activados se realiza principalmente a través de dos rutas: por medio del uso de gases de reacción para el carbón, proceso que se conoce también como activación térmica o física, y por medio de la activación química. El proceso estándar a nivel industrial para la producción de carbón activado está comprendido por dos etapas: una etapa inicial de carbonización de la materia prima en atmósfera inerte, seguida de la gasificación parcial del carbonizado. Estas etapas del proceso se realizan comúnmente en reactores como son hornos rotatorios u hornos verticales de múltiples etapas (Wolfgang y col., 2010).

3.5 Materia prima.

La obtención de carbón activado a partir de los residuos de la industria maderera, es una fuente con un potencial muy amplio, dada la gran cantidad de productos que se obtienen de ésta, ya que se puede emplear el residuo de cualquier tipo de madera para la obtención de este (Tancredi y col., 1996).

Los *Eucalyptus* (familia Myrtaceae) es uno de los géneros de las plantas más importante y extenso del mundo. Este incluye más de 700 especies. Muchas de las especies del género *Eucalyptus* tienen usos medicinales como analgésicos, antiinflamatorios y antipiréticos, además también se emplea como remedios para infecciones respiratorias (Saber y col., 2015).

Eucalyptus cinerea F. Muell. Ex Benth. es un árbol de tamaño chico a mediano, pudiendo alcanzar los 15 metros de altura, presenta la corteza áspera, ancha, fibrosa, surcada longitudinalmente, café rojizo, las flores son blancas, además presenta una amplia distribución, ya que se adapta muy bien a diferentes tipos de climas (Saber y col., 2015).

Es comúnmente conocido como eucalipto dólar o eucalipto plateado. Esta especie es comúnmente usada para arreglos florales, también es usado con fines de ornamentación en jardines (Saber y col., 2015).

3.6 Tipos de activación.

3.6.1 Activación física.

La porosidad de los carbones preparados mediante activación física es el resultado de la gasificación del material carbonizado a temperaturas elevadas. En la carbonización se eliminan elementos como el hidrógeno y el oxígeno del precursor, para dar lugar a un esqueleto carbonoso con una estructura porosa rudimentaria. Durante la gasificación, el carbonizado se expone a una atmósfera oxidante (vapor de agua, dióxido de carbono, o una mezcla de ambos) que elimina

los productos volátiles y átomos de carbono, aumentando el volumen de poros y el área específica (Gonzales y col., 2004).

3.6.2 Activación química.

Los procedimientos químicos de activación son obtenidos por impregnación empleándose sustancias deshidratantes como el cloruro de zinc, ácido fosfórico, ácido sulfúrico, ácido bórico, ácido nítrico, sulfuro de potasio, sulfatos de magnesio y sodio, etc. Al igual que el cloruro de zinc, el ácido fosfórico actúa sobre la materia prima, deshidratándola y combinándose con los compuestos oxigenados e hidrogenados, para dar agua como subproducto. Esta reacción favorece la activación, pues habrá menor cantidad de material volátil incorporado en la estructura del carbón. Los reactivos se mezclan con la materia prima, teniendo en cuenta un tiempo y temperatura de reacción apropiados (McDougall, 1991).

Al inicio del tratamiento se produce la carbonización y consecutivamente la activación, produciéndose gases oxidantes y la degradación de las moléculas orgánicas por deshidratación, restringiéndose así la formación de brea. El ácido fosfórico actúa como un fuerte deshidratante y permite la combinación del hidrógeno con el oxígeno de la célula para formar vestigios de agua, con lo cual sólo pueden formarse cantidades muy pequeñas de alquitrán mientras que la mayor parte de este compuesto se transforma en compuestos de carbono. De esta manera los poros del carbón quedan libres y en consecuencia, el resultado es un producto con una gran superficie específica (McDougall, 1991).

De acuerdo al principio de activación, los carbones activados químicamente presentan un área superficial considerablemente mayor a la del carbón activado por procedimiento físico. Luego de la activación, el carbón es lavado con agua y ácido hasta regular el pH del producto. El método químico tiene la ventaja de desarrollarse por la modalidad de auto ignición o auto térmico, lo que baja los costos por consumo energético (McDougall, 1991).

3.7 Caracterización y propiedades de los carbones activados.

La caracterización del carbón activado es de suma importancia ya que puede ser clasificado para usos específicos. Básicamente la caracterización puede hacerse por medios físicos o químicos teniendo en cuenta que las características del carbón activado dependen de las propiedades físicas y químicas que presente la materia prima, así como el método de activación utilizado (Binti, 2007).

Algunas propiedades físicas de los carbones activados, como son el contenido de humedad y contenido de cenizas pueden tener efectos en el uso que se le dé al carbón. Además, la estructura porosa del carbón activado puede ser caracterizada

mediante varias técnicas de adsorción como son la adsorción de yodo (Binti, 2007).

3.7.1 Número de yodo y área superficial.

El número de yodo es un índice del área superficial de un carbón activado. Esto se debe a que el yodo se adsorbe con mucha eficiencia en una capa molecular y su tamaño le permite alojarse hasta en los poros más pequeños en los que se lleva a cabo la adsorción. Por lo tanto, la cantidad de yodo adsorbido es proporcional al área del carbón. Cabe mencionar que una coincidencia afortunada consiste en que el número de yodo, que se expresa en mg/g – miligramos de yodo adsorbidos por gramo de carbón-, tiene un valor aproximadamente igual al del área superficial obtenida por el método BET de adsorción de N₂, expresada en m²/g (Cecen, 2014).

La ejecución del método BET (S. Braunauer, P. Emmet Y E. Tellereller) requiere de tiempo así como de equipos y materiales caros. En cambio, el análisis del número de yodo es rápido y barato. Por lo tanto, suele utilizarse como la principal herramienta de control de calidad en la producción de carbón activado y como método de evaluación que puede realizar el comprador (McDougall, 1991).

Por otro lado, el número de yodo disminuye en proporción al grado de saturación del carbón activado. En general, el carbón requiere cambiarse cuando el número de yodo llega al 50 % de su valor original; por lo tanto, este parámetro puede utilizarse para estimar el tiempo de vida útil que resta a un carbón en uso (Cecen, 2014).

3.7.2 Contenido de humedad.

Generalmente el carbón activado es comercializado con una humedad base seca, a pesar de que ocasionalmente es estipulado algún contenido de humedad (ejemplo 3, 8,10 %). Algunos carbones activados son almacenados en condiciones húmedas, lo cual hace que puedan adsorber humedad hasta 25 o 30% y aparentar estar secos. Para muchos propósitos este contenido de humedad no afecta las capacidades adsorptivas del carbón, sin embargo debe especificarse el contenido de humedad y las condiciones en las cuales es empacado para fines específicos (Binti, 2007).

3.7.3 Contenido de cenizas.

El contenido de cenizas en el carbón activado es el residuo que resulta cuando el material carbonoso es quemado completamente. Debido a que el carbón activado

contiene constituyentes inorgánicos derivados de la naturaleza de la materia prima así como de los agentes activantes adicionados durante la activación, la cantidad total de constituyentes inorgánicos va a variar de un carbón a otro (Binti, 2007).

El contenido de cenizas puede dirigir un incremento en la hidrofiliidad y tener efectos catalíticos. El contenido de material inorgánico en carbones activados es conocido como contenido de cenizas y generalmente se encuentra en el rango de 2 a 10 % (Binti, 2007).

3.7.4 PH en el carbón activado.

El pH es de mucha importancia en los procesos de adsorción en fase líquida, tiene influencia sobre la química de la superficie y sobre la carga superficial. A pH bajo la superficie está cargada positivamente, entonces la adsorción de cationes es menor debido a la repulsión electrostática. Es recomendable neutralizar el pH del adsorbente después de su obtención para tener un mejor control sobre las condiciones de los procesos posteriores (Béjar, 2000).

3.7.5 Microscopía electrónica de barrido (MEB).

Es el mejor método adaptado al estudio de la morfología de las superficies, este principalmente consta de componentes como son, el sistema de lentes, el cañón de electrones, el detector de electrones, el tubo de rayos visuales y el detector de rayos catódicos. En la microscopía electrónica de barrido, las señales de interés son los electrones secundarios y retrodispersados, ya que estos son los que varían como resultado de las diferencias en la topografía superficial, a medida que se bombardea la muestra con el haz de luz. La apariencia tridimensional de las imágenes se debe a la gran profundidad de campo del microscopio electrónico que hace que los electrones secundarios muestren relieves por defecto de contraste de las sombras producidas a partir de la muestra. Por último, una vez adquirido el espectro, con la ayuda de patrones o sin ellos y mediante el software adecuado se puede realizar de forma automática el análisis cualitativo, es decir, la identificación de picos y el análisis cuantitativo o cálculo de la concentración de los diferentes elementos presentes en la muestra (Béjar, 2000).

3.8 Usos del carbón activado.

Los carbones activados contribuyen en las labores de disminución de emisiones al permitir la limpieza y separación de componentes en los flujos líquidos y gaseosos. Las aplicaciones de los carbones activados se han extendido en la actualidad a muchos campos de la tecnología. Son utilizados generalmente en procesos de descontaminación de aguas, recuperación de solventes, control de

emisiones, decoloración de líquidos, eliminación de olores, soportes catalíticos, recuperación de oro en la minería, entre otros procesos (Bastidas y col., 2009).

Sus aplicaciones en medio líquido abarcan la decoloración de licores de azúcar, potabilización de aguas (eliminación de olor, color, sustancias químicas, bacterias, tratamientos de aguas residuales, decoloración de aguas para su uso en la fabricación de bebidas refrescantes, decoloración y mejora de bebidas alcohólicas (vinos, ron), purificación de grasas y aceites comestibles, purificación de proteínas, como medicamento en la desintoxicación de personas, purificación de plasma sanguíneo, separación de elementos metálicos (oro, plata), entre otras. Por su parte, en medio gaseoso encuentra sus aplicaciones en el almacenamiento y separación de gases, en máscaras antigás, protección antirradiativa en plantas nucleares, desodorizante de productos alimenticios. Además hoy tiene amplias perspectivas de aplicación como soporte catalítico y como catalizador. Entre otras aplicaciones, de forma general, se pueden mencionar su utilización en filtros de cigarrillos y plantillas de calzados. En general, el carbón pulverizado se aplica en medio líquido mientras el granulado puede ser aplicado en ambos medios (Sevilla, 2009).

3.9 Mercado del carbón activado.

Las exportaciones de carbón activado en México en el año 2018 fueron de 9,514.823 toneladas, siendo Estados Unidos, Brasil y Argentina los principales países y representando un total de 15,429,993 dólares, en cuanto a las importaciones en el mismo año fueron de 17,504.892 toneladas, siendo Estados Unidos, Sri Lanka y China los principales abastecedores, además representando un total de 94,542,962 dólares (Secretaría de Economía 2019).

El crecimiento del mercado de carbón activado probablemente continuará en un futuro próximo a medida que más zonas en desarrollo del mundo se den cuenta de la importancia de controlar la contaminación del agua y el aire. Esta demanda se puede satisfacer teniendo en cuenta el gran número de materias primas disponibles para la producción de carbón activado. Por lo tanto, las investigaciones futuras tendrán que desarrollar una alta calidad de carbón activado para usos específicos (Binti, 2007).

4. ANTECEDENTES.

Los problemas de la contaminación ambiental son todo un reto en la actualidad para las diferentes disciplinas de la investigación, ya que todo ello conlleva repercusiones negativas en la salud de la población. En la investigación presentada por Gonzales y col. (2004), "Estudio de proceso de carbón activado: obtención por método químico" expone la forma en que se obtiene carbón activado de forma semi-industrial, a partir de aserrín de la industria de pisos de madera. Para ello hicieron una selección de la materia prima por especie, estas fueron: Quinilla colorada (*Manilkara surinamensis*), shihuahuaco (*Dipteryx odorata*), capirona (*Calycophyllum spruceanum*) y una mezcla a partes iguales de las tres mencionadas anteriormente. El método de activación fue químico, por medio de ácido fosfórico a una concentración del 85 %. La metodología llevada a cabo fue de la siguiente manera: primero se calculó el contenido de humedad de los diferentes aserrines, posterior a esto se llevó a una tina de mezclado en la cual se agregó el ácido fosfórico a una concentración del 85 %, hasta obtener una mezcla homogénea, se dejó reposar durante 25-30 minutos a temperatura ambiente y después se colocó en un horno rotatorio cilíndrico de metal, el tiempo de carbonización y activación fue de 5 a 6 horas a una temperatura máxima de 900 °C aproximadamente para las diferentes cargas de aserrín. Los resultados obtenidos fueron pH desde 3 hasta 9, contenido de cenizas de 12 hasta 32% y números de yodo desde 20 hasta 70.

Otro trabajo de investigación en el que el carbón activado es obtenido a partir de la cáscara de coco y la semilla de palma, es el presentado por Binti (2007), "Producción y caracterización de carbón activado usando desperdicios agrícolas, activación por proceso químico". Se obtuvieron muestras de cada material precursor, una de cada una fue impregnada con cloruro de zinc a tres diferentes concentraciones 1 M, 3 M y 5 M y las muestras restantes con ácido fosfórico a una concentración de 10, 20, 30 y 40%. Los tiempos de carbonización y activación fueron de 60, 120 y 180 minutos y las temperaturas de 300, 400 y 500 °C; mostrándose los resultados óptimos para ambos precursores a 120 minutos y a 500 °C. Los resultados de los ensayos realizados a los carbones activados fueron los siguientes. Para el contenido de humedad se obtuvieron resultados menores a 10 % y respecto al contenido de cenizas de las muestras fue del 2 %. La capacidad de adsorción de los carbones activados se llevó a cabo por medio del número de yodo, resultando para los carbones impregnados con cloruro de zinc un valor máximo de 966 y para los carbones impregnados con ácido fosfórico un valor máximo de 959.

Como constante en los trabajos de investigación se denota una estrecha relación la cual es el uso de "desperdicios" de otras industrias o aprovechamiento integral de los recursos que proporcionen precursores carbonosos para la obtención del carbón activado; por citar otro ejemplo, está el trabajo realizado por Bastidas y col. (2010) "Producción de carbón activado a partir de precursores carbonosos del departamento del Cesar, Colombia", en este el carbón activado se obtuvo a partir de carbón bituminoso, endocarpio de coco y endocarpio de palma (*Elaeis guineensis*), todos ellos provenientes del departamento del Cesar, en Colombia. Para las muestras de endocarpio de coco la carbonización y posterior activación fue la siguiente: con vapor de agua (600 °C por 2.5 horas y después a 800 °C por 3 horas), con CO₂ (600 °C por 2.5 horas y después a 900 °C por 1.5 horas) y con ácido fosfórico (H₃PO₄) (Las muestras se impregnaron con una solución al 50% V/V de H₃PO₄ durante 15 horas a temperatura ambiente y se secaron a 100°C durante 3 horas, posteriormente se llevó a 500 °C por 2 horas para la carbonización y activación). Para las muestras de endocarpio de palma africana la carbonización y activación fue de igual manera que para las del endocarpio de coco. Finalmente las muestras activadas se lavaron con agua destilada caliente hasta obtener un pH entre 6 y 7, con el objetivo de remover el agente químico impregnado. Los resultados de los carbones obtenidos mediante activación química fueron los siguientes: para el carbón activado de endocarpio de coco e impregnado con el ácido fosfórico se tuvo un área superficial de 701.98 m²/g; mientras que para el endocarpio de palma el área superficial obtenida fue de 391.71 m²/g.

Hoseinzadeh y col. (2013) llevaron a cabo un trabajo de investigación que también sigue la línea de aprovechamiento integral de los recursos titulado "Preparación y caracterización de carbón activado obtenido de desperdicios de manzana por microondas asistido y activación con ácido fosfórico: con aplicación en adsorción de azul de metileno". El objetivo del estudio se centró en la preparación del carbón activado a partir del desperdicio de manzana usando ácido fosfórico como agente activante por medio de la radiación de microondas, para identificar los efectos del procedimiento y compara las propiedades del carbón activado obtenido, con respecto a métodos de carbonización convencional. Para el desarrollo de la investigación se necesitaron aproximadamente 6 g de cada precursor los cuales se impregnaron con ácido fosfórico (85% wt), a un radio de impregnación de 1.5 y se colocaron las muestras en la estufa de secado por 4 horas a 110 °C. Después las muestras impregnadas y secas se colocaron contenedores de cuarzo y fueron expuestas en un horno modificado de microondas a 2.5 GHz, a diferentes potencias (550, 700 y 1000 W) y tiempos de radiación de 10, 12.5 y 15 minutos para la pulpa y 5, 7.5 y 10 minutos para la cáscara de manzana. Encontraron que en los carbones activados obtenidos mediante este método se obtuvieron áreas

superficiales de 1552 m²/g, para la cáscara de manzana y para la pulpa de 1103 m²/g, con tiempos de duración de los ensayos de aproximadamente 10 a 13 minutos.

Aajish y Thirumal (2014) realizaron la investigación titulada "Preparación y caracterización de carbón activado derivado de materiales de desecho y su aplicación en la remoción de fluoruros en agua subterránea", en esta investigación se utilizaron materiales de desperdicio diferentes como vainas de moringa (*Moringa oleifera*), plumas de aves y frutos de mangostán (*Garcinia mangostana*). Ellos utilizaron el método de activación química y como agentes precursores los tres materiales fueron impregnadas con ácido fosfórico, cloruro de zinc e hidróxido de potasio, cada uno por separado, las temperaturas de carbonización y activación fueron desde 300 °C hasta los 700 °C, los tiempos desde 30 minutos hasta 180 minutos y los radios de impregnación de 20 hasta 60. Para la caracterización se basaron en pruebas de capacidad de adsorción de los carbones activados por medio de la decoloración de soluciones como: azul de metileno, rojo de metileno y permanganato de potasio. El carbón activado obtenido de las vainas de moringa a un pH 6 fue el que obtuvo los valores más altos de adsorción, siendo el impregnado con ácido fosfórico el que mejor propiedades de adsorción presentó, de acuerdo a los resultados expuestos.

En la investigación efectuada por Moreno y col. (2018), titulada Actuación de carbón activado obtenido a partir de madera de pino y determinación de sus capacidades adsorptivas de amoníaco y vapores de gasolina, emplearon dos tipos de madera de pino, *Pinus pseudostrobus* y *Pinus leiophylla* para la producción del carbón activado mediante activación química con ácido fosfórico al 30 % con radios de impregnación de 1:1, 1:2 y 1:3 (R = masa de madera/masa de la disolución), dejando reposar la mezcla por 24 horas en el desecador, llevando posteriormente a carbonización a temperaturas de 400 y 500°C por 2 horas. Posteriormente las muestras de carbón activado se lavaron con agua destilada caliente hasta pH neutro y llevadas a una estufa de secado a 100 °C por 12 horas. Los resultados de la caracterización de los carbones activados se llevaron a cabo mediante el método BET, demostrando que los mejores rendimientos de radios de impregnación son 1:1 a 400 y 500°C, de los carbones activados obtenidos de madera de *Pinus pseudostrobus*, con superficies de área de 801 y 790 m²·g⁻¹ respectivamente, y para la determinación de volumen de poro total los mejores resultados fueron a radios de impregnación 1:2 a 500 °C con valores de 0.312 y 0.316 cm³·g⁻¹ para el carbón activado de *Pinus pseudostrobus* y *Pinus leiophylla* respectivamente.

Como pudo constatarse en los trabajos antes mencionados, es de destacar que todos tienen en común carbonización y activación por medio químico, y como

agente activante el ácido fosfórico; lo cual corrobora que este método no solo es uno de los más utilizados, sino que también es el que mejor propiedades adsorptivas desarrolla en los carbones activados, independientemente del material precursor.

5. OBJETIVOS.

5.1 Objetivo general.

Obtener carbones activados a partir de madera y corteza de *Eucalyptus cinerea* F. Muell. ex Benth. con base en el incremento de temperatura y con activación química (H_3PO_4 al 30 % de concentración), así como la caracterización posterior de los mismos y la comparación con un carbón activado de grado comercial.

5.2 Objetivos particulares.

Estudiar los efectos de la activación química con ácido fosfórico, en el desarrollo de la estructura porosa de los carbones activados obtenidos.

Determinar las características de los carbones activados (índice de yodo, contenido de humedad, contenido de cenizas, pH y estudio mediante microscopia electrónica de barrido MEB).

Analizar el potencial de aplicación de los carbones activados de corteza y madera y comparar con un carbón activado comercial.

- Orden: Myrtales
- Familia: Myrtaceae
- Género: *Eucalyptus*
- Especie: *Eucalyptus cinerea* F. Muell. ex Benth.

6.3 Obtención y preparación de la materia prima.



Figura 3. Fragmentos de troncos *E. cinerea*.

El material de estudio se obtuvo a partir de tres piezas de troncos, las cuales tenían diámetros medios desde 4.5 cm hasta 6.5 cm y longitudes de 78 cm hasta 83.5 cm (Figura 3).

De éstos se obtuvieron tres rodajas, de 5 cm de largo de cada tronco, tomadas de los extremos y del centro para una muestra representativa (Figura 4).



Figura 4. Secciones de los troncos.

Con un formón y un martillo se retiró la corteza de las rodajas, después se procedió a obtener las astillas de madera y corteza (Figura 5 y 6), para su procesamiento posterior, procurando que tanto las astillas como la corteza no se mezclaran.



Figura 5. Astillas de madera *E. cinerea*.



Figura 6. Detalle de astillas de madera *E. cinerea*.



Figura 7. Molienda de las astillas.

Tanto las astillas como la corteza se procesaron en un molino Wiley por separado, para la obtención de las harinas de madera y corteza (Figura 7).

Posterior a la molienda, se procedió a la clasificación de las harinas, estas se pasaron a través de unos tamices marca Fisherbrand del número 20 (850 μm), 40 (425 μm) y 60 (250 μm) (Figura 8); siendo las harinas que pasaron por el tamiz del número 40 y retenidas en el número 60 las elegidas por ser el tamaño necesario referido en las diferentes normas (Figura 9).



Figura 8. Tamices Fisherbrand.



Figura 9. Clasificación de las harinas.

Las harinas, tanto de corteza como de madera clasificadas se empacaron en bolsas plásticas y se rotularon con los datos correspondientes (Figura 10).



Figura 10. Harinas de corteza y madera *E. cinerea*, número 40.

6.4 Cálculo del contenido de humedad de las harinas de madera y corteza de *Eucalyptus cinerea* bajo la norma ASTM: D2867 – 09 (Reaprobada 2014).

Para obtener el contenido de humedad presente en las harinas tanto de madera como de corteza, se procedió a su determinación mediante el siguiente procedimiento:

Se tomaron aproximadamente 2 gramos de cada harina y se colocaron en contenedores, los cuales habían sido previamente puestos en la estufa de secado por 45 minutos aproximadamente y cuyo peso había sido registrado. Se colocó la harina en los contenedores y se registró el peso, después se colocaron con las

harinas en la estufa de secado por 2 horas a 103 ± 2 °C, transcurrido este tiempo se pasaron al desecador para enfriarlos y se registró el peso, hecho esto se regresaron las muestras a la estufa de secado por 1 hora más y se colocaron nuevamente en el desecador y se pesaron posteriormente. Este procedimiento se realizó dos veces más, hasta que se obtuvo peso constante.

El porcentaje de contenido de humedad se obtuvo mediante la siguiente ecuación:

$$\% \text{ En peso de humedad} = [(C - D)/(C - B)] \times 100$$

Dónde:

B = Peso de la cápsula con tapa en g

C = peso de la cápsula con tapa además muestra original en g y

D = peso de la cápsula con tapa además muestra seca en g.

6.5 Cálculo del pH de las harinas de madera y corteza de *Eucalyptus cinerea*.

Para la obtención del pH de las harinas tanto de madera como de corteza se llevó a cabo la siguiente técnica (Sandermann y Rothkamm, 1959):

Se tomaron tres muestras de 2 gramos de harina de madera y corteza y se colocaron en vasos de precipitados, después se agregaron 20 mL de agua destilada a cada vaso y se agitaron los contenidos, se procedió a tomar la primera lectura de pH con el potenciómetro, se dejó reposar 5 minutos y se tomó la segunda lectura, la tercera lectura fue pasadas 4 horas, después 24 horas y finalmente a las 48 horas fue tomada la última lectura del pH.

6.6 Obtención de los carbones activados.

Una vez que las harinas tanto de corteza como de madera estuvieron listas, y previamente clasificadas, se procede a realizar una impregnación con ácido fosfórico H_3PO_4 al 30% de concentración, y a un radio de impregnación de 1.5 (g H_3PO_4 /g de precursor), durante 15 horas a temperatura ambiente. Transcurrido el tiempo la harina impregnada se colocó en un contenedor extendido y se introduce en la estufa de secado a 103 ± 2 °C por 3 horas. Después, la harina deshidratada se colocó dentro del reactor, en el cual se llevó a cabo la carbonización y activación a una temperatura de 500 °C durante 2 horas dentro de la mufla.

Una vez obtenido el material carbonizado se retiró del reactor y se dejó enfriar a temperatura ambiente.

Los carbones activados obtenidos tanto de madera como de corteza, presentaron un pH fuertemente ácido debido a la naturaleza del agente activante, por lo cual se procedió a realizar lavados con agua destilada caliente (60 °C), hasta obtener carbones activos con pH 5 para ser utilizados en los ensayos posteriores.

El carbón activado testigo de grado comercial utilizado fue marca sigma, en polvo malla número 50 de origen vegetal (coco).

6.7 Caracterización de los carbones activados.

Las normas de la American Society for Testing and Materials (ASTM) establecen pruebas estándar necesarias para determinar la calidad del carbón obtenido, entre ellas están: el porcentaje de humedad (**ASTM: D2867 – 14** Anexo 2), contenido de cenizas (**ASTM: D2866- 11** Anexo 3), pH del carbón, entre otras. Para la caracterización de la estructura porosa del carbón activado, se suelen utilizar algunas técnicas como el Índice de yodo (**ASTM: D4607-14** Anexo 1) y la microscopia electrónica de barrido (MEB).

6.8 Cálculo del contenido de humedad en los carbones activados ASTM: D2867 – 14

Se toman 2 gramos de carbón activado y se colocan en una cápsula con tapa seca y previamente tarada, se coloca el carbón extendido en la cápsula procurando que la altura no exceda 1.25 cm.

Las muestras se llevan a un horno de circulación forzada precalentado a 145- 155 ° C. Se dejan secar, se retiran del horno cada hora y se enfrían a temperatura ambiente en un desecador hasta peso constante. Cuatro horas fueron necesarias para la obtención del peso constante.

El porcentaje de humedad se obtuvo con la siguiente fórmula:

$$\% \text{ de humedad} = [(C - D)/(C - B)] \times 100$$

Dónde:

B = Peso de la cápsula con tapa en g

C = peso de la cápsula con tapa además muestra original en g y

D = peso de la cápsula con tapa además muestra seca en g.

6.9 Cálculo del contenido de cenizas de los carbones activados ASTM: D2866- 11.

Se colocan los crisoles a ignición en la mufla a 650 ± 25 °C por 1 hora. Se retiran de la mufla y se dejan enfriar a temperatura ambiente en un desecador, una vez fríos se pesan con un margen de error no mayor a 1 mg.

Se pesaron 2.0 gramos de carbón activado seco con un margen de error no mayor a 1 miligramo, de esta forma la cantidad estimada de cenizas será de 0.1 g, en el crisol en ignición.

Se colocó el crisol con la muestra de carbón activado en la mufla a 650 ± 25 °C. La ignición se llevó a cabo durante 5 horas hasta que se logró el peso constante de las muestras.

El contenido de cenizas A_c está dado en porcentaje por la siguiente fórmula:

$$A_c = 100 \frac{F - G}{B - G}$$

Dónde:

G= Masa del crisol vacío en g.

B=Masa del crisol más la muestra seca en g.

F= Masa del crisol más las cenizas de la muestra en g.

6.10 Determinación del pH de los carbones activados.

Para la obtención del pH de los carbones activados tanto de madera como de corteza y el testigo se llevó a cabo la siguiente técnica (Sandermann y Rothkamm, 1959):

Se tomaron dos muestras de 2 gramos de carbón activado de madera, corteza y el testigo y se colocaron en vasos de precipitados, después se agregaron 20 mL de agua destilada a cada vaso y se agitaron los contenidos, se procedió a tomar la primera lectura de pH con el potenciómetro, se dejó reposar 5 minutos y se tomó la segunda lectura, la tercer lectura fue pasadas 4 horas, después 24 horas y finalmente a las 48 horas fue tomada la última lectura del pH.

6.11 Cálculo del número de yodo de los carbones activados mediante la norma ASTM: D4607-14.

Procedimiento

Este ensayo se aplica a carbón activado en polvo o granulado.

La determinación del índice de yodo requirió de una estimación de tres porciones de carbón. La dosis de carbono puede ser estimada con la siguiente fórmula:

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

Dónde:

M = Masa de carbón (g)

A = (N2 normalidad del Yodo) (12693.0),

DF = Factor de dilución

C = Yodo residual y

E = Número de yodo estimado del carbón

Tres dosis de carbón se calculan usando tres valores de C (por lo general 0.01, 0.02 y 0.03).

Después de estimar las dosis de carbón, se pesaron las tres cantidades apropiadas de carbón seco lo más exacto posible. Se transfirió cada muestra pesada de carbón a un matraz Erlenmeyer de 250 mL limpio y seco con un tapón de vidrio esmerilado.

Se midieron 10 mL de solución de ácido clorhídrico al 5% en peso en cada frasco que contenía el carbón. Se tapó cada frasco y se agitó suavemente hasta que el carbón estuvo completamente impregnado, posteriormente se aflojaron los tapones para ventilar los frascos, se colocaron en una placa caliente en una campana de humos, y el contenido se llevó a ebullición. Se dejó hervir suavemente durante 30 ± 2 s para eliminar cualquier sulfuro que pudiera interferir con los resultados de las pruebas, se retiraron los frascos de la placa caliente y se dejaron enfriar a temperatura ambiente.

Se toman con una probeta 100 mL de la solución de yodo 0.100 N en cada matraz. Es necesario estandarizar la solución de yodo justo antes del uso. Se alternó la adición de yodo a los tres frascos de modo que no se presentara ningún

retraso en el proceso. Inmediatamente después se taparon los matraces y se agitó vigorosamente el contenido durante 30 ± 1 s. Se filtró rápidamente cada mezcla por gravedad a través de una hoja de papel filtro plegado (Whatman No.2V o equivalente) en un vaso de precipitados.

Para cada filtrado se utilizaron de 20 a 30 mL de agua destilada para lavar. Se desecharon las partes del lavado. Se utilizaron vasos limpios para recoger los filtrados restantes. Se mezcló cada filtrado agitando en círculos el vaso de precipitados y se agregó con la probeta 50 mL de cada filtrado en un matraz Erlenmeyer limpio de 250 mL. Se tituló cada filtrado con solución de tiosulfato sódico 0.100 M estandarizado hasta que la solución fue amarillo pálido, se adicionó 2 mL de la solución de indicador de almidón y se continuó la titulación con tiosulfato de sodio hasta que una gota produjo una solución incolora. Se registró el volumen de tiosulfato de sodio usado.

Para la determinación de yodo absorbido por gramo de carbón, se utilizó la siguiente fórmula:

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

Dónde:

X/M = yodo absorbido por gramo de carbono, mg/g

A = (N 2 normalidad del yodo) (12693.0)

DF = factor de dilución

B = (N 1 normalidad del tiosulfato de sodio) (126.93)

S = tiosulfato de sodio (mL) y

M = carbón usado (g)

6.12 Microscopia electrónica de barrido (MEB).

Los análisis se realizaron en un microscopio electrónico de barrido marca JEOL Modelo JSM-6400 y en un micro analizador de la marca BRUKER Modelo XFLASH-4010.

Las determinaciones de cada muestra se realizaron por duplicado y en cada una se hicieron tres análisis puntuales para determinar los elementos presentes, así como la toma de microfotografías a diferentes aumentos. El total de muestras analizadas fueron 12, 6 correspondientes a los carbones activados y las restantes 6 a las cenizas obtenidas de los mismos.

Preparación de las muestras.

Las muestras analizadas deben ser representativas e idóneas. Es de importancia proteger las muestras durante todo el procedimiento para evitar la contaminación de las mismas, éstas estuvieron libres de contaminantes volátiles ya que al introducirlas en el microscopio podrían ser liberados en su interior.

La muestra se preparó fijándola en un soporte conductor, el fijador contó con una cinta adhesiva con la característica de no deformarse bajo la acción del haz.

Para hacer conductora la muestra fue necesario recubrirla con una fina capa de polvo de cobre hasta unos cuantos nanómetros de espesor para hacerlas conductoras de electrones. Las muestras fueron observadas entre 200 y 1500 aumentos y a un voltaje entre 5 y 20 kv. Adicionalmente fue posible obtener microfotografías de las superficies, gracias a que cuenta con una cámara montada.

7 ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS.

7.1 Cálculo del contenido de humedad de las harinas de madera y corteza de *Eucalyptus cinerea* bajo la norma ASTM: D2867 – 09 (2014).

Los contenidos de humedad de las harinas tanto de madera como de corteza se encuentran dentro del rango de 6.59 al 7.29 % de contenido de humedad, ya que las harinas estuvieron expuestas a la humedad presente en el ambiente.

Cuadro 1. Contenido de humedad de las harinas de madera y corteza *E. cinerea*.

Tipo de harina	Madera <i>E. cinerea</i>	Corteza <i>E. cinerea</i>
Muestra 1 %	7.29	6.76
Muestra 2 %	6.88	6.59
Muestra 3 %	6.86	6.84
Promedio %	7.01	6.73
Desviación estándar	0.19	0.10

7.2 Cálculo del pH de las harinas de madera y corteza de *Eucalyptus cinerea*.

La medición del pH por el método de suspensión acuosa de las harinas presentó valores ligeramente ácidos en los dos materiales de estudio, siendo un poco más ácidos los valores obtenidos en las muestras de corteza, pudiendo ser debido al alto contenido de extraíbles que presenta en relación con la madera.

Cuadro 2. pH harina de madera *E. cinerea*.

Madera	pH 0 min	pH 5 min	pH 4 horas	pH 24 h	pH 48 h
Muestra 1	5.24	5.22	5.25	5.22	5.21
Muestra 2	5.23	5.20	5.24	5.20	5.17
Muestra 3	5.23	5.23	5.24	5.19	5.17
Promedio	5.23	5.21	5.24	5.20	5.18
Desviación estándar	0.01	0.01	0.01	0.01	0.02

Cuadro 3. pH harina de corteza *E. cinerea*.

Corteza	pH 0 min	pH 5 min	pH 4 horas	pH 24 h	pH 48 h
Muestra 1	4.76	4.78	4.78	4.77	4.73
Muestra 2	4.84	4.84	4.86	4.76	4.74
Muestra 3	4.89	4.82	4.79	4.75	4.74
Promedio	4.83	4.81	4.81	4.76	4.73
Desviación estándar	0.06	0.03	0.04	0.01	0.01

7.3 Contenido de humedad en los carbones activados madera, corteza y testigo (Norma ASTM: D2867 – 14).

Según los resultados obtenidos, los contenidos de humedad de los carbones activados de madera y corteza de *Eucalyptus cinerea* son similares debido a que se produjeron bajo las mismas circunstancias; en cambio, el carbón activado testigo de grado comercial presenta un contenido de humedad ligeramente menor.

Cuadro 4. Contenido de humedad de los carbones activados testigo, madera y corteza *E. cinerea*.

Tipo de carbón activado	Madera <i>Eucalyptus cinérea</i>	Corteza <i>Eucalyptus cinerea</i>	Testigo
Muestra 1 %	5.58	5.34	4.89
Muestra 2 %	5.69	5.17	4.81
Promedio %	5.63	5.25	4.85
Desviación estándar	0.05	0.08	0.04

De acuerdo con los principales parámetros de calidad que debe cumplir un carbón activado para el uso en el tratamiento de aguas residuales, debe contener un porcentaje de humedad al ser empacado del 5% como máximo (Cecen, 2014).

En algunos otros procesos industriales como en la recuperación de oro, el contenido de humedad del carbón a emplear no debe exceder el 4% (McDougall, 1991).

7.4 Contenido de cenizas de los carbones activados de madera, corteza y testigo Norma ASTM: D2866- 11.

Como se puede observar en los resultados los carbones activados a partir de corteza de *Eucalyptus cinerea* mostraron porcentajes de cenizas más altos que los carbones activados de madera, esto podría suponerse debido a la composición de la corteza tanto interna como externa, la cual presenta mayor cantidad de elementos inorgánicos (Fengel y Wegener, 1998); así como el carbón activado testigo de grado comercial que también muestra cantidades mayores de inorgánicos, que puede deberse al material precursor del cual se obtuvo.

Cuadro 5. Contenido de cenizas de los carbones activados testigo, madera y corteza *E. cinerea*.

Tipo de ceniza	Madera <i>Eucalyptus cinerea</i>	Corteza <i>Eucalyptus cinerea</i>	Testigo
Muestra 1 %	1.61	3.03	5.54
Muestra 2 %	1.31	2.149	5.20
Muestra 3 %	1.59	2.515	5.20
Promedio %	1.5	2.56	5.32
Desviación estándar	0.16	0.44	0.19

A continuación (Cuadro 6), se muestra una tabla en la cual se encuentran algunos valores para el contenido de cenizas en los carbones activados a emplear en algunos procesos (Cecen, 2014). También se corrobora que los carbones activados obtenidos de corteza y madera de *Eucalyptus cinerea* cumplen con los parámetros para ser empleados en diferentes procesos industriales.

Cuadro 6. Porcentaje máximo de contenido de cenizas en carbones activados en diferentes procesos industriales (Cecen, 2014).

Proceso	Aguas residuales	Declaración en la industria farmacéutica y de alimentos	Purificación del alcohol y vodka	Purificación de reactivos químicos
Contenido de cenizas (%)	6	0.01	8	6

7.5 Determinación del pH de los carbones activados.

La determinación del pH de los carbones activados en suspensión acuosa se efectúa con la finalidad de clasificación. Debido a la naturaleza del agente activante de los carbones activados de madera y corteza de *Eucalyptus cinerea* el cual fue ácido fosfórico (H_3PO_4), se obtuvieron carbones activados con pH ligeramente ácidos, en cambio el carbón activado testigo de grado comercial presentó un pH básico que puede deberse al método de carbonización y activación con el que se produjo.

Cuadro 7. pH del carbón activado de madera de *E. cinerea*.

C.A. Madera	pH 0 min	pH 5 min	pH 4 horas	pH 24 h	pH 48 h
Muestra 1	0.96	0.96	0.97	1.02	1.18
Muestra 2	1.05	1.06	1.05	1.10	1.20
Promedio	1.00	1.01	1.01	1.06	1.19
Desviación estándar	0.06	0.07	0.05	0.05	0.01

Cuadro 8. pH del carbón activado de corteza de *E. cinerea*.

C.A. Corteza	pH 0 min	pH 5 min	pH 4 horas	pH 24 h	pH 48 h
Muestra 1	0.99	0.96	0.95	1.04	1.23
Muestra 2	1.03	0.97	0.97	1.06	1.24
Promedio	1.01	0.96	0.96	1.05	1.23
Desviación estándar	0.03	0.01	0.01	0.01	0.01

Cuadro 9. pH del carbón activado testigo grado comercial.

C.A. Testigo	pH 0 min	pH 5 min	pH 4 horas	pH 24 h	pH 48 h
Muestra 1	10.42	10.45	10.36	10.34	10.36
Muestra 2	10.41	10.45	10.41	10.42	10.40
Promedio	10.41	10.45	10.38	10.38	10.38
Desviación estándar	0.01	0.00	0.03	0.05	0.03

A continuación, se muestra una tabla con algunos valores de pH para carbones activados usados en diferentes procesos (Cuadro 10), (Cecen, 2014).

Cuadro 10. pH en carbones activados en diferentes procesos industriales.

Proceso	Declaración en la industria farmacéutica y de alimentos	Purificación del alcohol y vodka	Agua purificada	Purificación de reactivos químicos.	Remoción de partículas contaminantes en aguas residuales
Carbón activado pH	6	Alcalino	8	Alcalino	4.5

Para que la acidez de los carbones activados obtenidos no fueran un factor influyente en los análisis, se realizaron lavados con agua destilada caliente a los carbones activados obtenidos de la madera y corteza de *Eucalyptus cinerea*, hasta que se obtuvo un pH 5.

7.6 Cálculo del número de yodo de los carbones activados madera corteza y testigo ASTM: D4607-14.

Como puede apreciarse los valores de número de yodo para todas las muestras fueron del orden de los 737.26 a los 1181.82 mg/g, considerándose valores promedio dentro de los parámetros que se tienen para los carbones activados de usos industriales (Cuadro 11).

Cuadro 11. Número de yodo de los carbones activados testigo, madera y corteza *E. cinerea*.

Tipo de carbón activado	Muestra 1 mg/g	Muestra 2 mg/g	Muestra 3 mg/g	Promedio mg/g
Madera	830.78	954.17	1181.82	988.92
Corteza	737.26	803.74	929.70	823.56
Testigo	823.80	943.27	1174.93	980.66

Comparando los resultados obtenidos para el carbón activado de madera con los de otros autores puede verificarse que las propiedades adsorptivas del carbón activado de madera son incluso mejores que los obtenidos por Binti (2007), 959 mg/g para el carbón activado de coco, y por Velázquez y col. (2010), de 917 mg/g de carbón de bambú y por Herrera y col. (2004), de aserrín de pino de 800 mg/g y de aserrín de encino de 764 mg/g.

A continuación, se muestran algunos rangos de número de yodo mínimos a emplearse en diferentes procesos industriales propuestos por Cecen (2014) (Cuadro 12).

Cuadro 12. Números de yodo en carbones activados en diferentes procesos industriales.

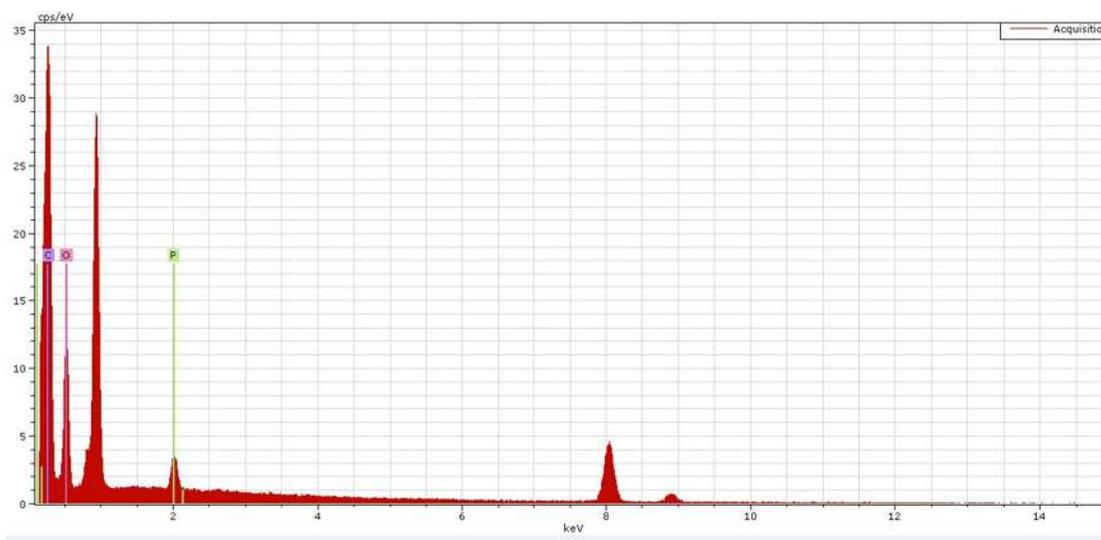
Número de yodo mg/g.	Tratamiento de aguas residuales	Declaración en la industria farmacéutica y de alimentos	Purificación del alcohol y vodka	Agua purificada	Purificación de reactivos químicos	Remoción de partículas contaminantes en aguas residuales	Remoción de disolventes orgánicos de aguas residuales industriales
	900	1000+	700	900	1050	500	1000

7.7 Microscopía electrónica de barrido (MEB).

A continuación, se muestran los resultados obtenidos de los análisis a las diferentes muestras de carbón activado de madera y corteza de *Eucalyptus cinerea*, así como de las muestras testigo del carbón activado de grado comercial.

7.7.1 Microanálisis del carbón activado obtenido a partir de madera *Eucalyptus cinerea*.

Figura 11. Elementos presentes en la muestra de carbón activado obtenido a partir de madera de *Eucalyptus cinerea*.



Cuadro 13. Porcentaje de elementos presentes en la muestra de carbón activado obtenido a partir de madera de *Eucalyptus cinerea*.

Elemento químico	Porcentaje en masa
Carbón	46.23
Oxígeno	53.19
Fósforo	0.58
Suma	100

En la figura 11 y en el cuadro 13, se puede apreciar el análisis cualitativo y cuantitativo de la muestra de carbón activado obtenido de la madera del *Eucalyptus cinerea*. Se puede concluir que los elementos presentes en éstas, además del carbono y el oxígeno por la propia naturaleza de la muestra, se pueden encontrar pequeñas cantidades de fósforo, ya que son restos del proceso de la carbonización y activación para la obtención del mismo. Las cantidades de cobre surgen como resultado de un tratamiento de metalización que se lleva a cabo durante la preparación de la muestra para el análisis en el microscopio, por lo tanto, se descarta de los resultados.

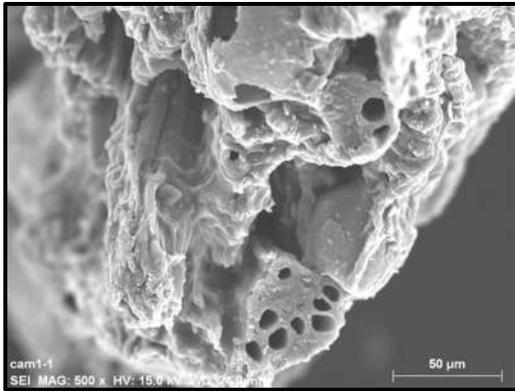


Figura 12. Microfotografía a 500x de una sección del carbón activado de madera de *Eucalyptus cinerea*.

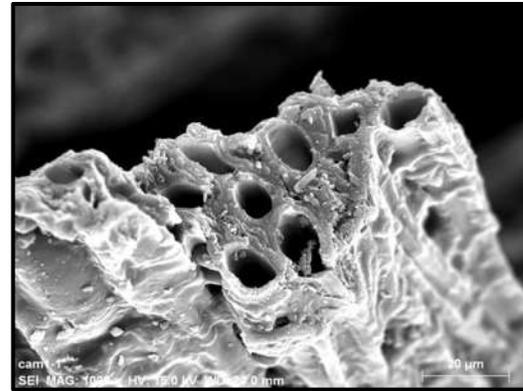


Figura 13. Microfotografía a 1000x de una sección del carbón activado de madera de *Eucalyptus cinerea*.

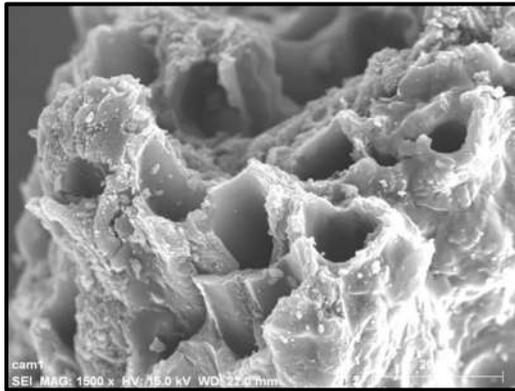
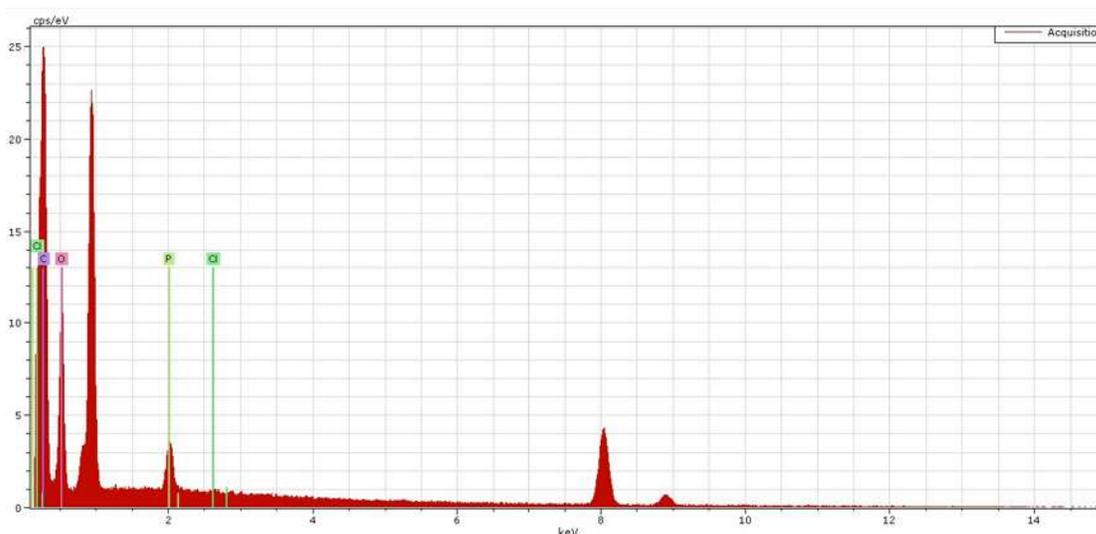


Figura 14. Microfotografía a 1500x de una sección del carbón activado de madera de *Eucalyptus cinerea*.

Analizando las figuras 12, 13 y 14 resultantes se pueden apreciar vistas transversales de las fibras carbonizadas, quedando expuesta la porosidad del material y apreciándose libre de residuos dentro de los lúmenes, además presentando poros de diferentes tamaños, lo cual es un buen indicativo de que el carbón activado obtenido tiene potencial para la adsorción de sustancias.

7.7.2 Microanálisis carbón activado obtenido a partir de corteza de *Eucalyptus cinerea*.

Figura 15. Elementos presentes en la muestra de carbón activado obtenido a partir de corteza de *Eucalyptus cinerea*.



Cuadro 14. Porcentaje de elementos presentes en la muestra de carbón activado obtenido a partir de corteza de *Eucalyptus cinerea*.

Elemento químico	Porcentaje en masa
Carbón	42.89
Oxígeno	56.39
Fósforo	0.69
Cloro	0.03
Suma	100

Al igual que en la muestra anterior se puede observar que el microanálisis del carbón activado obtenido de corteza de *Eucalyptus cinerea*, muestra mucha similitud en cuanto a elementos presentes en la muestra, pueden apreciarse pequeñas cantidades de fósforo y cloro, como residuo de la carbonización y activación y el cobre del pretratamiento realizado a las muestras para su análisis.

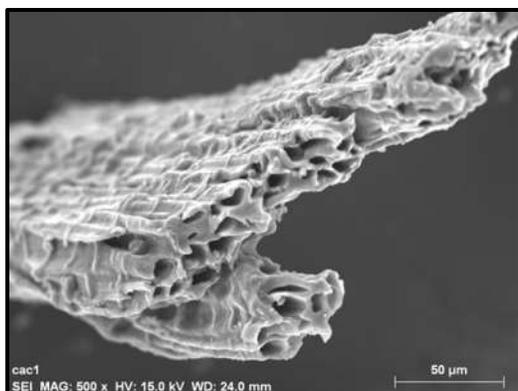


Figura 16. Microfotografía a 500x de una sección del carbón activado de corteza de *Eucalyptus cinerea*.

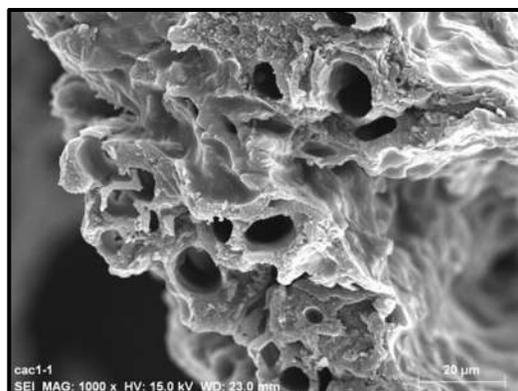


Figura 17. Microfotografía a 1000x de una sección del carbón activado de corteza de *Eucalyptus cinerea*.

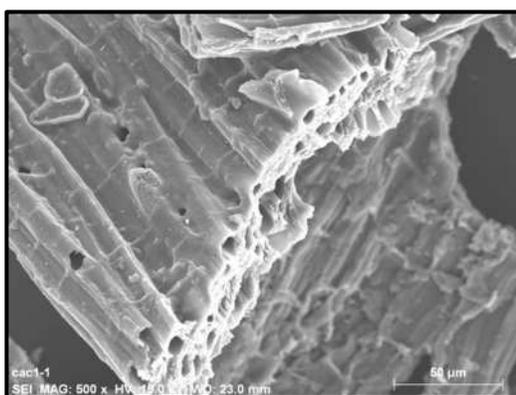


Figura 18. Microfotografía a 500x de una sección del carbón activado de corteza de *Eucalyptus cinerea*.

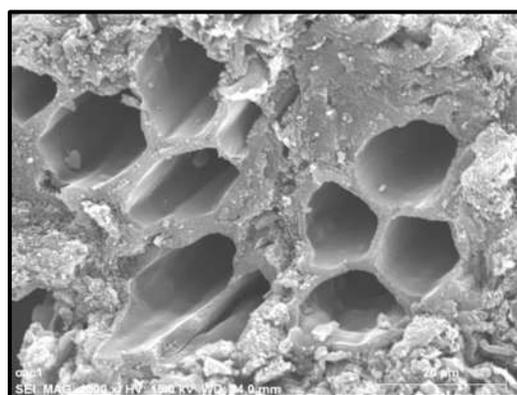
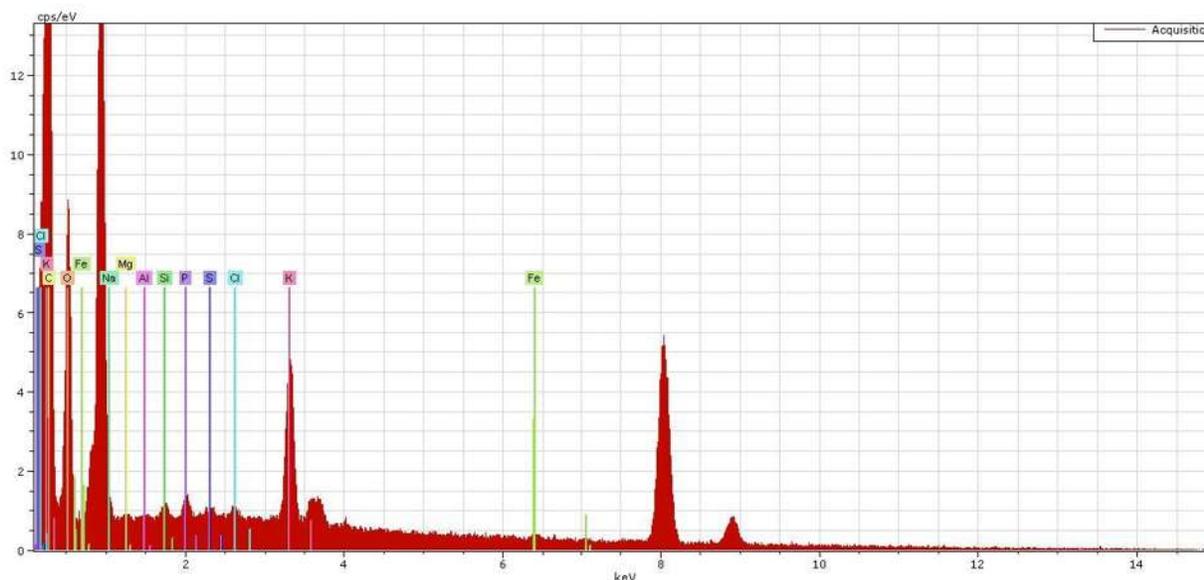


Figura 19. Microfotografía a 1500x de una sección del carbón activado de corteza de *Eucalyptus cinerea*.

En las figuras 18 y 19 obtenidas del microanálisis, se puede observar que aunque la muestra es de la corteza, hay muchas fibras carbonizadas semejantes a las que se encuentran en la madera, además de mencionar la porosidad presente en la muestra; los lúmenes de las células se ven sin residuos y de diferentes diámetros y dado que la microfotografía fue tomada en la vista transversal de las fibras, se puede suponer que la totalidad de la longitud de la fibra está libre; además también es posible observar las cavidades vacías de las punteaduras en las fibras con lo cual, el potencial de adsorción del material supone que es un carbón activado de muy buena calidad.

7.7.3 Microanálisis carbón activado comercial obtenido a partir de cáscara de coco.

Figura 20. Elementos presentes en la muestra de carbón activado comercial obtenido a partir de cáscara de coco.



Cuadro 15. Porcentaje de elementos presentes en la muestra de carbón activado comercial obtenido a partir de coco.

Elemento químico	Porcentaje en masa
Carbón	32.00
Oxígeno	60.90
Sodio	4.93
Fósforo	Trazas
Potasio	1.66
Hierro	0.51
Silicio	Trazas
Azufre	Trazas
Cloro	Trazas
Aluminio	Trazas
Magnesio	Trazas
Suma	100

En la figura 20 y el cuadro 15 se puede apreciar una gran diferencia con respecto a los microanálisis de las muestras de carbón activado de madera y corteza del *Eucalyptus cinerea*, tanto la cantidad como el porcentaje de elementos presentes es mayor debido posiblemente al precursor del cual se obtuvo el carbón activado,

así como del método de activación. Como puede constatarse, alrededor del 8% de la muestra corresponde a compuestos inorgánicos de residuo, por lo tanto, se podría suponer que el poder adsortivo disminuye ya que estos elementos presentes ocupan un lugar en el carbón activado disminuyendo el área superficial del material.

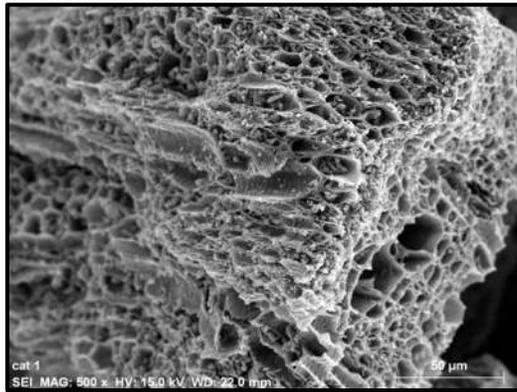


Figura 21. Microfotografía a 500x de una sección del carbón activado comercial de coco.

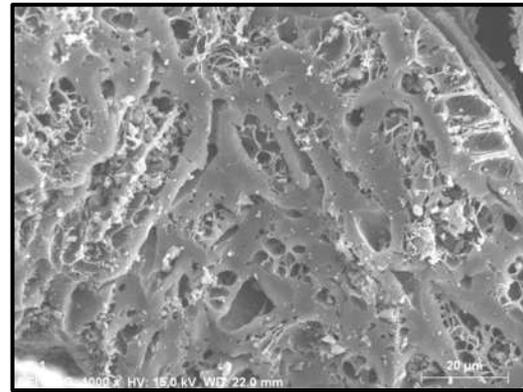


Figura 22. Microfotografía a 1000x de una sección del carbón activado comercial de coco.

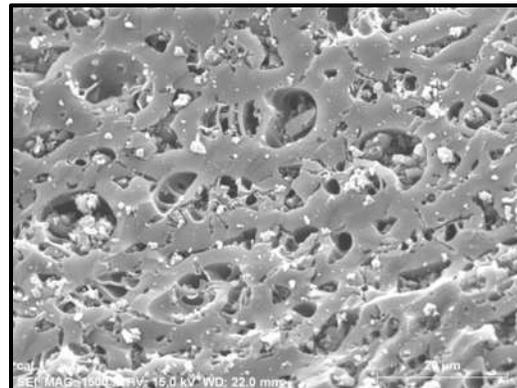


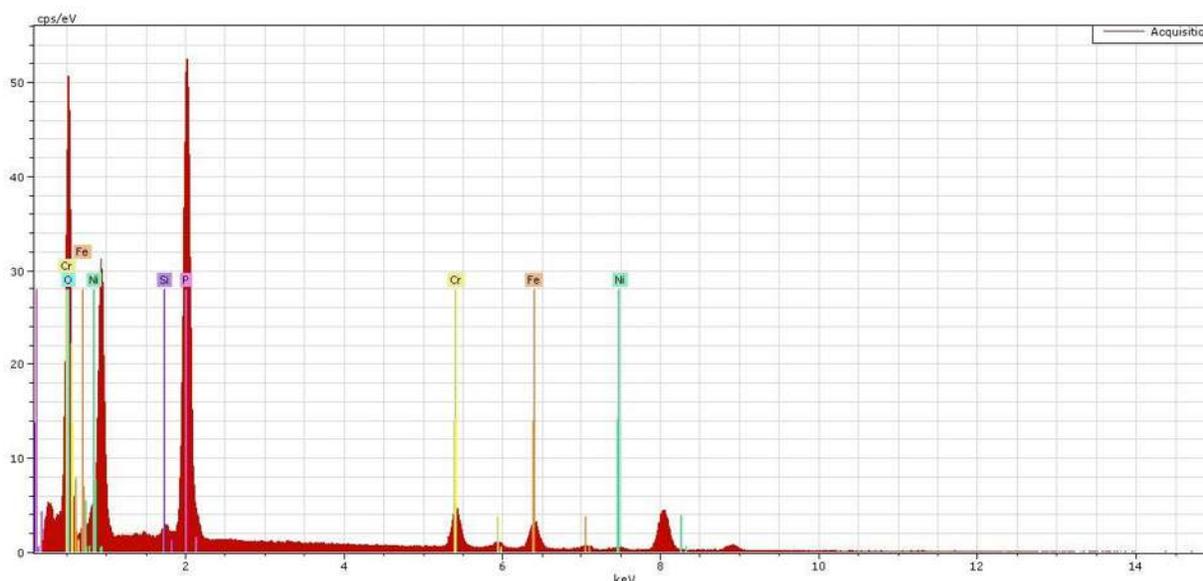
Figura 23. Microfotografía a 1500x de una sección del carbón activado comercial de coco.

En las microfotografías tomadas a la muestra (figuras 21, 22 y 23), se puede observar poros de muy variados diámetros y las superficies se muestran más homogéneas que en las microfotografías del carbón activado de madera y corteza de *Eucalyptus cinerea*. Esto supondría que el material tiene un mayor poder adsortivo ya que presenta un área superficial más alta; también pueden apreciarse partículas dentro y sobre la superficie del material, lo cual corresponde a los elementos inorgánicos que están presentes en la muestra determinados en el microanálisis, lo que explica una disminución del poder adsortivo.

7.7.4 Microanálisis de cenizas de carbón activado obtenido a partir de madera *Eucalyptus cinerea*.

A continuación, se muestran los resultados obtenidos de los análisis puntuales de las cenizas obtenidas de los carbones activados de madera, corteza y testigo.

Figura 24. Elementos presentes en la muestra de cenizas de carbón activado obtenido a partir de madera de *Eucalyptus cinerea*.



Cuadro 16. Porcentaje de elementos presentes en la muestra de cenizas de carbón activado obtenido a partir de madera de *Eucalyptus cinerea*.

Elemento químico	Porcentaje en masa
Oxígeno	41.37
Cromo	07.62
Hierro	08.98
Níquel	20.77
Silicio	0.44
Fósforo	20.82
Suma	100

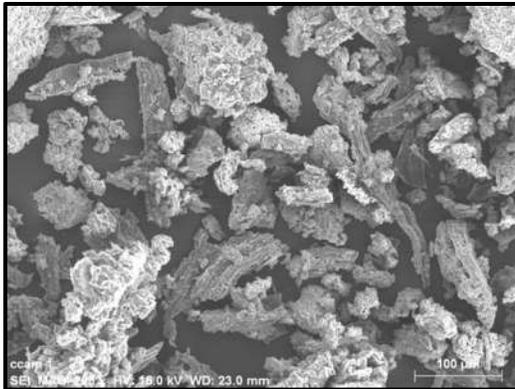


Figura 25. Microfotografía a 200x de una sección de las cenizas de carbón activado de madera de *Eucalyptus cinerea*.

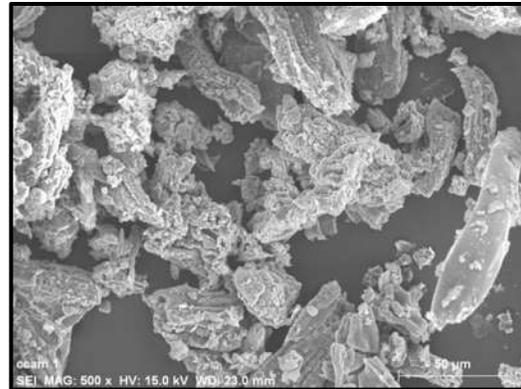


Figura 26. Microfotografía a 500x de una sección de las cenizas de carbón activado de madera de *Eucalyptus cinerea*.

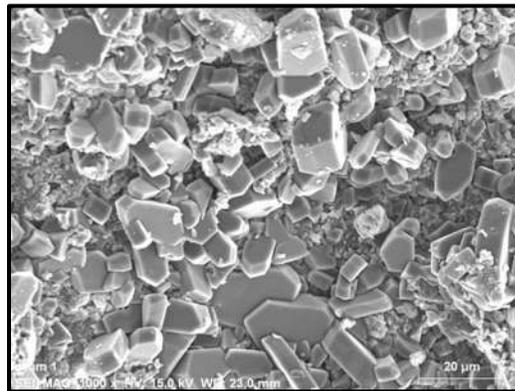
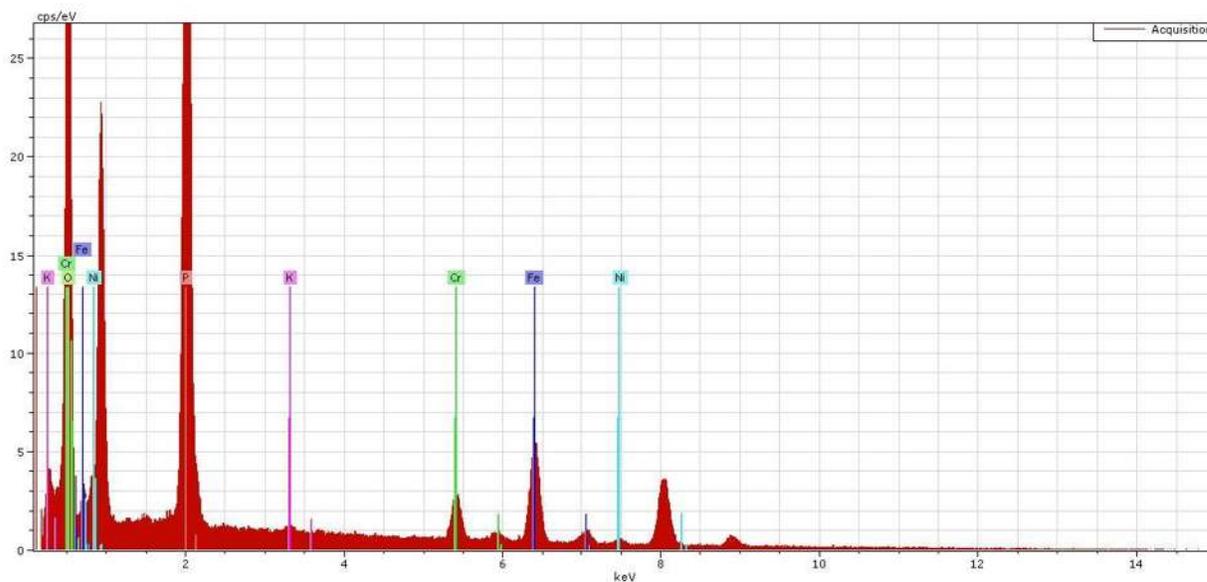


Figura 27. Microfotografía a 1000x de una sección de las cenizas de carbón activado de madera de *Eucalyptus cinerea*.

En el microanálisis de las cenizas de carbón activado obtenido a partir de la madera de *E. cinerea* figura 24 y cuadro 16, presenta los elementos que resultaron de la calcinación de la muestra los cuales corresponden principalmente a níquel, hierro y fósforo como principales elementos presentes, siendo el fósforo resultado residuo del ácido fosfórico con el cual se llevó a cabo la activación del carbón. En las microfotografías (figuras 25, 26 y 27), se puede apreciar que las cenizas son sólidos no uniformes en general, además de observarse cristales amorfos, midiendo los más grandes aproximadamente 20 µm.

7.7.5 Microanálisis de cenizas de carbón activado obtenido a partir de corteza de *Eucalyptus cinerea*.

Figura 28. Elementos presentes en la muestra de cenizas de carbón activado obtenido a partir de corteza de *Eucalyptus cinerea*.



Cuadro 17. Porcentaje de elementos presentes en la muestra de cenizas de carbón activado obtenido a partir de corteza de *Eucalyptus cinerea*.

Elemento químico	Porcentaje en masa
Oxígeno	38.74
Fósforo	20.33
Cromo	05.08
Hierro	16.73
Níquel	19.00
Potasio	0.12
Suma	100

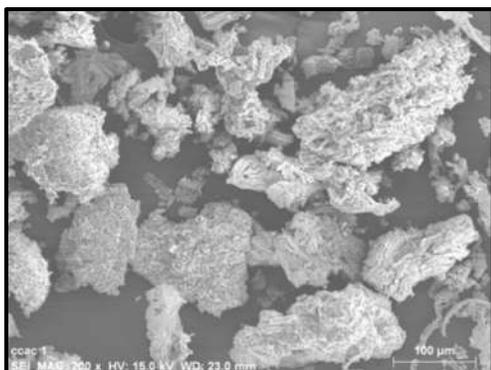


Figura 29. Microfotografía a 200x de una sección de las cenizas de carbón activado de corteza de *Eucalyptus cinerea*.

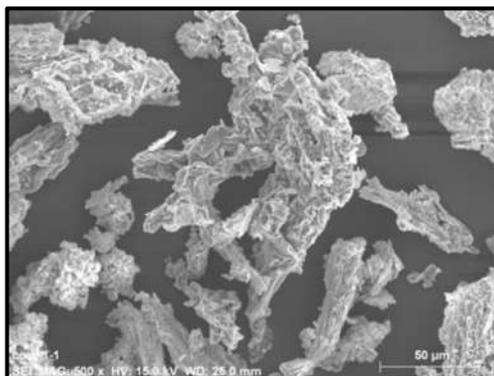
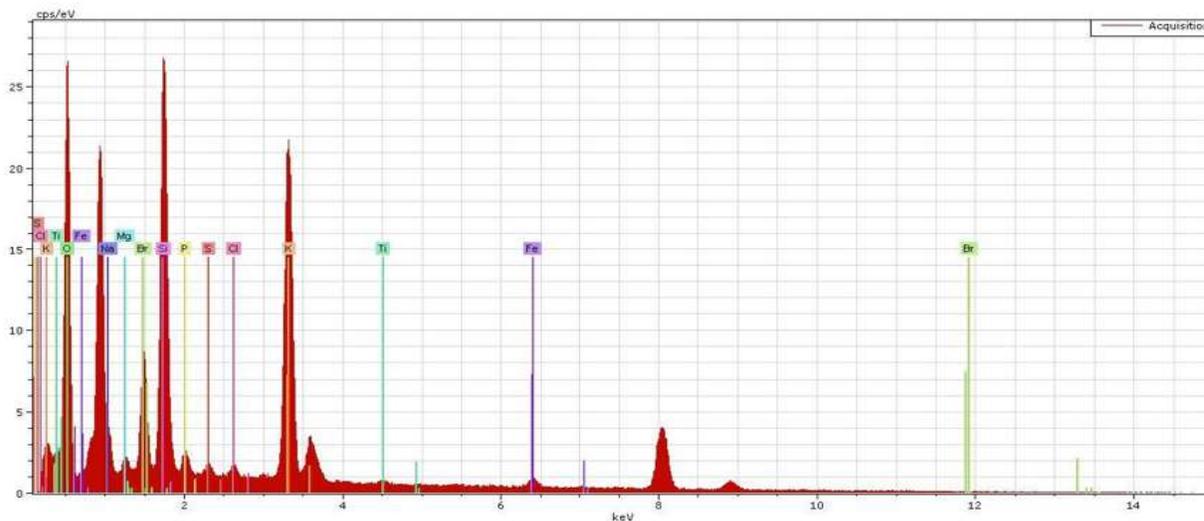


Imagen 30. Microfotografía a 500x de una sección de las cenizas de carbón activado de corteza de *Eucalyptus cinerea*.

En el microanálisis de las cenizas de carbón activado obtenido a partir de la corteza de *E. cinerea* figura 28 y cuadro 17, presenta los elementos que resultaron de la calcinación de la muestra los cuales corresponden principalmente a níquel, hierro y fósforo como principales elementos presentes, al igual que el microanálisis del carbón activado de madera presentando nuevamente al fósforo como resultado residuo del ácido fosfórico con el cual se llevó a cabo la activación del carbón. En las microfotografías (figura 29 y 30) se puede apreciar también que las cenizas son sólidos no uniformes ni homogéneos.

7.7.6 Microanálisis de cenizas de carbón activado comercial obtenido a partir de cáscara de coco.

Figura 31. Elementos presentes en la muestra de cenizas de carbón activado comercial obtenido a partir de coco.



Cuadro 18. Porcentaje de elementos presentes en la muestra de cenizas de carbón activado comercial obtenido a partir de coco.

Elemento químico	Porcentaje en masa
Oxígeno	59.36
Sodio	10.37
Magnesio	Trazas
Silicio	9.23
Fósforo	0.26
Potasio	14.77
Titanio	0.08
Hierro	2.44
Bromo	3.37
Cloro	0.08
Azufre	0.04
Suma	100

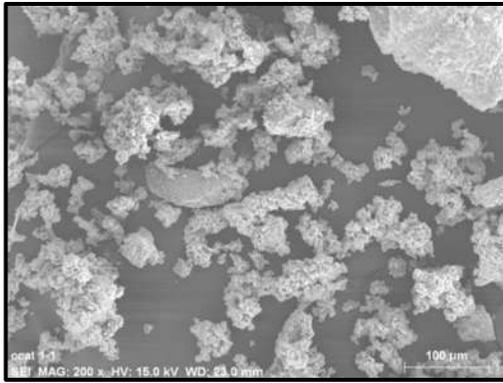


Figura 32. Microfotografía a 200x de una sección de las cenizas de carbón activado de coco.

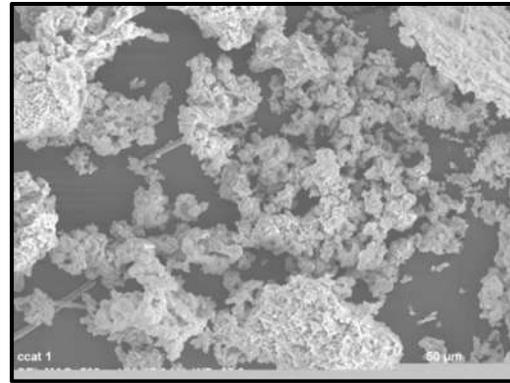


Figura 33. Microfotografía a 500x de una sección de las cenizas de carbón activado de coco.

El microanálisis de las cenizas de carbón activado comercial a partir de cáscara de coco (figura 31 y cuadro 18), presenta los elementos que resultaron de la calcinación de la muestra los cuales como puede constatarse son más que en las muestras de los carbones de *E. cinérea*, debido a la naturaleza del precursor del cual se obtuvo el carbón. Dichos elementos corresponden principalmente a sodio, silicio, potasio, hierro y bromo como principales elementos presentes. En las microfotografías (figuras 32 y 33), se puede apreciar también que las cenizas son sólidos no uniformes ni homogéneos.

8 CONCLUSIONES.

1. Los carbones activados de corteza y madera de *Eucalyptus cinerea*, obtenidos mediante el uso de H_3PO_4 al 30% de concentración y a un ratio de impregnación de 1.5 (gramos H_3PO_4 / gramos de precursor), poseen características adsorptivas de buena calidad que pueden ser utilizados en los diferentes procesos como el tratamiento de aguas residuales, purificación de alcohol y vodka, remoción de disolventes orgánicos, entre otros procesos ya que los resultados demuestran que pueden competir con los carbones activados comerciales.
2. Como pudo constatarse en los resultados, se obtuvieron carbones activados ligeramente ácidos. Fue necesario su lavado con agua caliente en los cuales es posible recuperar parte del ácido fosfórico (H_3PO_4) para su reutilización.
3. Los carbones activados de corteza y de madera de *Eucalyptus cinerea*, son muy parecidos tanto en porcentajes como en cantidades de elementos presentes, siendo el carbón activado de corteza el que presenta contenidos de inorgánicos mayores debido a la constitución de la corteza.
4. En cuanto al análisis de las cenizas, se demuestra que el carbón activado de grado comercial es el que presenta mayor variabilidad, tanto en porcentaje como en número de elementos.
5. Las tres muestras de carbón activado (madera, corteza y testigo) presentan superficies porosas bien definidas, suponiendo una capacidad adsorptiva muy buena.
6. Es de importancia mencionar el gran potencial que presenta esta especie de *Eucalyptus* para la obtención de carbón activado por este método, además de que es integral ya que se puede obtener el carbón activado tanto de la madera como de la corteza y pudiéndose recuperar el agente activante de los lavados posteriores, disminuyendo la existencia de residuos y haciendo un aprovechamiento integral de la materia prima.

9. BIBLIOGRAFÍA.

Aajish L.G. & J. Thirumal J. (2014). Preparation and characterization of activated carbon derived from waste materials and its application in the removal of fluoride from ground water. *Journal of Environmental Science, Toxicology and Food Technology (IOSR-JESTFT)* Volume 8, Issue 5 Ver. III 28-33.

Acevedo C. S. A. (2014). Preparación y caracterización de carbón activado granular obtenido a partir de cuesco de palma africana (*Elaeis Guineensis*) para la adsorción de CO₂. (Tesis de maestría). Universidad Nacional de Colombia Facultad de Ciencias, Departamento de Química, Bogotá, Colombia.

ASTM (American Society for Testing and Materials). 2011. Standard test method for total ash content of activated carbon. D2866 – 11. Annual book of ASTM standards. Section 3: Activated carbon. Volume 15.01. Conshohocken.

ASTM (American Society for Testing and Materials). 2014. Standard test methods for moisture in activated carbon. D2867 – 09 (Reproved 2014). Annual book of ASTM standards. Section 3: Activated carbon. Volume 15.01. Conshohocken.

ASTM (American Society for Testing and Materials). 2014. Standard test method for determination of iodine number of activated carbon. D4607-14. Annual book of ASTM standards. Section 3: Activated carbon. Volume 15.01. Conshohocken.

Béjar U. M. A. (2000). Caracterización de carbón activado obtenido a partir de aserrín. (Tesis de maestría). Facultad de ingeniería química, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Morelia Michoacán, México.

Bastidas M., Buelvas L. M., Márquez M. I. y Rodríguez K. (2010). Producción de carbón activado a partir de precursores carbonosos del Departamento del Cesar, Colombia. *Información Tecnológica* Vol. 21 N° 3, 87-96. doi: 10.1612/inf.tecnol.4289it.09

Binti Jabit N. A. (2007). The production and characterization of activated carbon using local agricultural waste through chemical activation process (Tesis de maestría). Universidad Sains Malaysia. Malasia.

Cecen F. Activated carbon. In Seidel A, Bickford M, editors. *Kirk-Othmer encyclopedia of chemical technology*. Hoboken, NJ: Wiley, 2014: 1-34. doi: 10.1002/0471238961.0103200902011105.a01.pub3

Fengel D. & Wegener G. (1998), *Wood chemistry, ultrastructure, reactions*, Walter de Gruyter, Berlin, Germany.

Gonzales M. H. E., Teruya R. y Herrera N. (2004). Estudio de proceso de carbón activado: obtención por método químico. Perú: Universidad Nacional Agraria La Molina.

Grima O. C., Ramírez G. Á, Gómez Limón D. & Clemente J. C. (2016). Activated carbon from flash pyrolysis of eucalyptus residue. ELSEVIER, doi: 10.1016/j.heliyon.2016.e00155

Herrera B. J. H., Morales Y. W. A., Pérez S. J. D. (2004). Selección de un método para producir carbón activado utilizando cuatro especies forestales. Revista Facultad Nacional de Agronomía Medellín. Universidad nacional de Colombia.

Hoseinzadeh H. R., Arami N. A., Ashri W. D. W. M. & Sahu J. N. (2013). Preparation and characterization of activated carbon from apple waste by microwave-assisted phosphoric acid activation: application in methylene blue adsorption. BioResources 8 (2), 2950-2966.

Instituto Nacional de Estadística, Geografía e Informática. (1997). Cuaderno estadístico municipal, Villa Victoria, Estado de México.

Luna D., González A., Gordon M. y Martín N. (2007). Obtención de carbón activado a partir de la cáscara de coco. UAM Azcapotzalco, Área Termofluidos, Depto. Química, D.F., México.

Martínez F. M. C. (2012). Preparación y caracterización de carbón activo a partir de lignina para su aplicación en procesos de descontaminación de aguas (Tesis inédita de doctorado). Universidad Autónoma de Madrid Facultad de Ciencias Sección de Ingeniería Química, España.

McDougall, J. G. (1991). The physical nature and manufacture of activated carbon. journal of the South African Institute of mining and metallurgy, Vol. 91 no. 4, 114-115.

Ngernyen Y., Tangsathitkulchai C. & Tangsathitkulcha M. (2006). Porous properties of activated carbon produced from *Eucalyptus* and Wattle wood by carbon dioxide activation. Korean Journal of Chemical Engineering, Vol. 23 (6), 1046-1054.

Saber F. R., Salama M. M., Fathy M. M & Soliman F. M. (2015). Botanical Study of *Eucalyptus cinerea* F. Muell. Ex Benth. cultivated in Egypt. World journal of pharmacy and pharmaceutical sciences, Vol. 4, Issue 10, 310-328.

Sandermann, W.; Rothkamm, M. (1959): Über die Bestimmung der pH-Werte von Handelshölzern und deren Bedeutung für die Praxis. Holz Roh-Werkst.17: S.433–440

Secretaría de Economía (2019). Servicio geológico mexicano, Anuario estadístico de la minería mexicana 2018, 408-412.

Sevilla U. (2009). Manual del carbón activo. Aula.aguapedia.org, 1-89. doi: http://aula.aguapedia.org/pluginfile.php/10339/mod_resource/content/1/CARBoN ACTIVO DEFINITIVO tar.pdf.

Tancredi N., Cordero T., Rodríguez-Mirasol J. & Rodríguez J. J. (1996). Activated carbons from Uruguayan *Eucalyptus* wood, Elsevier, Vol. 75, No. 15, 1701-1706.

Velázquez T. A., Bolaños R. E. & Pliego B. Y. S. (2010). Optimización de la producción de carbón activado a partir de bambú, revista mexicana de ingeniería química, Vol. 9 no. 3, 359-366.

Wolfgang K., Rincón S. y Gómez A., (2010). Carbón activado de cuesco de palma estudio de termogravimetría y estructura. Alemania: Kassel University Press.

10 ANEXOS.

Anexo 1.

1. Designación ASTM: D4607-14

Método De Prueba Estándar Para: La Determinación Del Índice De Yodo En Carbón Activado.

Alcance

Este método de ensayo cubre la determinación del nivel de activación relativa disponible o carbonos activados por adsorción de yodo en solución acuosa. La cantidad adsorbida de yodo (en miligramos) por 1 g de carbono utilizando, las condiciones de ensayo enumeradas en el presente documento se denomina el índice de yodo.

Esta norma no pretende considerar todos los problemas de seguridad, si los hay, asociados con su uso. Es responsabilidad del usuario de esta norma establecer las prácticas de seguridad y cuidado adecuadas y determinar la aplicabilidad de las limitaciones reglamentarias antes de su uso. Peligros específicos, declaraciones se dan en la Sección 7.

Documentos de referencia

Norma ASTM:

C819 Método de prueba para el área superficial específica del carbón o grafito.

D1193 Especificación estándar para el Agua de calidad reactiva

D2652 Terminología relativa al carbón activado

D2867 Método de prueba para determinación de humedad en carbón activado

D3860 Prácticas de determinación de la capacidad de adsorción del carbón por técnicas isotérmicas

E11 Especificación para tamices de tela metálica para propósitos de

E177 Prácticas para el Uso de los Términos de precisión y sesgo en los Métodos de Ensayo ASTM

E287 Especificaciones para las buretas graduada del laboratorio

E288 Especificaciones para los frascos volumétricos del laboratorio

E300 Metodología para el muestreo de químicos industriales

2.2 Publicación NIST:

Circular 602--- Ensayos de los aparatos volumétricos de vidrio

Resumen Del Método

Este método de ensayo se basa en una isoterma de adsorción de tres puntos (ver practica 3860) Una solución estándar de yodo se trata con tres pesos diferentes de carbón activado, en condiciones específicas. Las soluciones tratadas de carbono se filtran para separar el carbono de la solución de yodo (filtrado). El yodo que queda en el filtrado se mide por titulación. La cantidad de yodo eliminado por gramo de carbono se determina para cada dosis de carbón y los datos resultantes se utilizan para trazar una isoterma de adsorción. La cantidad de yodo absorbido (en miligramos) por gramo de carbono a una concentración de yodo residual de 0,02 N se expresa como el número de yodo.

La concentración de yodo en la solución estándar afecta la capacidad del carbón activado para la adsorción de yodo. Por lo tanto, la normalidad de la solución de yodo estándar debe ser mantenida a un valor constante ($0,100 \pm 0,001N$) para todas las mediciones de número de yodo.

Los aparatos requeridos constan de diversos artículos de vidrio del laboratorio utilizados para la preparación de soluciones en contacto con la solución estándar de yodo y el carbón. Los equipos de filtración y de valoración también son necesarios.

Significado Y Uso.

El número de yodo es un indicador relativo de la porosidad en el carbón activado. Necesariamente no proporciona una medida de la capacidad del carbono para adsorber en otras especies. El índice de yodo se puede utilizar como una aproximación del área superficial de algunos tipos de carbones activados (véase el método de prueba C819). Sin embargo, debe tenerse en cuenta que cualquier relación entre la superficie y el número de yodo no se puede generalizar. Esto varía dependiendo de la materia prima de carbono, las condiciones de procesamiento y la distribución de volumen de poros (ver Definiciones D2652).

La presencia de volátiles adsorbibles, azufre y los extraíbles acuosos puede afectar el índice de yodo que se mide en el carbón activado.

Aparatos.

Nota- Todo el equipamiento de medición debe cumplir o superar los requisitos de la Circular 602 del NIST. El equipo volumétrico de cristal comúnmente se designa como "cristal A". Ver también Especificaciones E287 y E288.

Balanza analítica, precisión + -0.0001g.

Bureta, capacidad de 10 ml o 5 ml bureta de precisión.

Matraces Erlenmeyer, capacidad de 250 ml con tapones de vidrio esmerilado.

Matraz, Erlenmeyer de boca ancha, capacidad de 250 ml.

Probetas graduadas, de varios tamaños.

Botellas color ámbar, para el almacenamiento de soluciones de yodo y tiosulfato.

Embudos, la parte superior de 100 mm de diámetro interior.

Papel filtro, 18.5-cm papel doblado previo, Whatman N° 2V o equivalente.

Pipetas, tipo volumétrico, 5,0, 10,0, 25,0, 50,0 y 100,0 ml de capacidad.

Matraces aforados, 1L.

Cilindros graduados 100 ml y 500 ml.

Reactivos.

Pureza de los reactivos---Reactivos grado analítico pueden ser utilizados en todas las pruebas. A menos que se indique lo contrario, se pretende que todos los reactivos deberán ser conformes con las especificaciones del Comité de Reactivos Analíticos de la Sociedad Química Americana, cuando dichas especificaciones estén disponibles. Otros grados pueden ser utilizados siempre que se comprueba primero que el reactivo es de pureza suficientemente alta para permitir su uso sin disminuir la exactitud de la determinación.

Pureza del agua---Las referencias al agua se entiende que significa agua grado reactivo conforme a la especificación D1193 Tipo II para agua grado reactivo.

Ácido clorhídrico concentrado.

Tiosulfato de sodio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$).

Yodo.

Yoduro de potasio.

Yodato de potasio, patrón primario.

Almidón soluble de papa o arroz.

Carbonato de sodio.

Peligros.

Peligros potenciales asociados con la realización de este procedimiento de ensayo. No es el propósito de esta norma hacer frente a todos los posibles riesgos de salud y seguridad que se planteen con su uso. El usuario es responsable de establecer las prácticas de cuidado y de seguridad apropiadas antes de este procedimiento de ensayo. Determinar la aplicabilidad de las regulaciones federales y estatales antes de intentar utilizar este método de ensayo.

El personal que realice el procedimiento índice de yodo debe ser consciente de los posibles riesgos para la seguridad y la salud asociados con los productos químicos utilizados en este procedimiento. La "Hoja de datos de seguridad del material" (MSDS) para cada reactivo que figuran en la sección 6 debe ser leído y entendido. Precauciones especiales que deben tomarse durante el uso de cada reactivo se incluyen en la "Hoja de Seguridad" (MSDS). Procedimientos de primeros auxilios para el contacto con una sustancia química también se enumeran en su "Hoja de Seguridad". Una "Hoja de datos de seguridad" para cada reactivo se puede obtener del fabricante. Otra información de seguridad y peligro para la salud de los reactivos utilizados en este procedimiento están disponibles.

El manejo cuidadoso y una buena técnica de laboratorio se deben utilizar siempre cuando se trabaja con productos químicos. Se debe evitar el contacto con el ácido clorhídrico o el vapor del ácido. También se debe tener cuidado para evitar quemaduras durante el calentamiento de las diferentes soluciones en el procedimiento de ensayo.

El usuario de este método de ensayo debe cumplir con las regulaciones federales, estatales y locales para la eliminación segura de todas las muestras y reactivos utilizados.

Preparación De Las Soluciones.

Solución de ácido clorhídrico (5% en peso) --- Añadir 70 ml de ácido clorhídrico concentrado para 550 ml de agua destilada y mezclar bien. Una probeta graduada se puede utilizar para la medición de volumen.

Tiosulfato de sodio (0.100N) --- Disolver 24.820g de tiosulfato de sodio en aproximadamente 75 + -2.5mL de agua destilada. Añadir 0.10 + -0.01 g de carbonato de sodio para minimizar la descomposición bacteriana de la solución de tiosulfato. Transferir cuantitativamente la mezcla a un matraz aforado de 1 litro y diluir hasta la marca. Deje reposar la solución por lo menos 4 días antes de la utilización. La solución se debe almacenar en una botella ámbar.

Solución de yodo (0,100 + -0.001N) --- Pesar 12.700 g de yodo y 19.100 g de yoduro de potasio (KI) en un vaso de precipitados. Mezclar el yodo y yoduro de potasio seco. Añadir 2 a 5 ml de agua en el vaso y mezclar bien. Continuar añadiendo pequeños incrementos de agua (aproximadamente 5 ml) mientras se agita hasta que el volumen total sea de 50 a 60 ml. Permitir que la solución repose un mínimo de 4 horas para asegurar que todos los cristales se disuelven completamente. Realizar agitación ocasional durante este período de 4 horas. Transferir cuantitativamente a un matraz aforado de 1 litro y aforar hasta la marca con agua destilada. Es importante que la solución de yodo estándar tenga una relación en peso de yoduro-yodo de 1,5 a 1. Guardar la solución en una botella ámbar.

Solución de yodato de potasio---Secar 4 o más gramos de yodato de potasio de grado estándar primario (KIO_3) a $110 \pm 5^\circ C$ durante 2 horas y enfriar a temperatura ambiente en un desecador. Disolver 3,5667 + ± 0.1 mg de yodato de potasio seco en aproximadamente 100 ml de agua destilada. Transferir cuantitativamente a un matraz aforado de 1 litro y aforar hasta la marca con agua destilada. Mezclar bien y guardar en una botella con tapón de vidrio.

Solución de almidón --- Mezclar 1.0 + -0.5 g de almidón con 5 a 10 mL de agua fría para hacer una pasta. Añadir un adicional de 25 + -5 ml de agua mientras se agita la pasta de almidón. Verter la mezcla agitándola, en 1 L de agua y se deja hervir durante 4 a 5 minutos. Esta solución se debe hacer todos los días.

Estandarización de las Soluciones.

Estandarización del tiosulfato de sodio 0.100 N--- Pipetear 25,0 ml de yodato de potasio (KIO_3) de la solución del punto 8.4 en una pipeta de titulación de 250 ml (o en un matraz Erlenmeyer de boca ancha). Añadir 2,00 + -0.01 g de yoduro de potasio (KI) al matraz y agitar para disolver los cristales de yoduro de potasio. Pipetear 5.0 ml de ácido clorhídrico concentrado en el matraz. Titular el yodo libre con una solución de tiosulfato de sodio hasta que se observe un color amarillo

claro en el matraz. Añadir unas gotas de indicador de almidón (8.5) y continuar la titulación gota a gota hasta que se produzca una solución incolora.

Determinación de la normalidad de tiosulfato de sodio:

$$N1 = (P \cdot R) / S$$

Dónde:

N1 = N de Tiosulfato de sodio

P = Yodato de potasio en mL

R = N de yodato de potasio y

S = Tiosulfato de sodio en mL

La etapa de titulación debe hacerse por triplicado y la Normalidad resulta del promedio. Si el rango de valores es superior a 0.001 N deben realizarse replicas adicionales.

Estandarización de la Solución de Yodo 0.100+-0.001 N---Pipetear 25 ml de la solución de yodo (8.3) en un matraz Erlenmeyer de 250 ml. Titule con tiosulfato de sodio normalizado (9.1) hasta que la solución de yodo sea de color amarillo claro. Añada unas cuantas gotas de indicador de almidón y proseguir la valoración gota a gota hasta que una gota produzca una solución incolora. Determine la normalidad de la solución de yodo como sigue:

$$N2 = (S \cdot N1) / I$$

Dónde:

N2 = N del yodo

S = Tiosulfato de sodio en mL

N1 = N del tiosulfato de sodio, y

I = Yodo en ml

La etapa de titulación debe hacerse por triplicado y la Normalidad resulta del promedio. Si el rango de valores es superior a 0.003 N deben realizarse replicas adicionales. La concentración de la solución de yodo debe ser 0.100+-0.001N. Si esta exigencia no se cumple, repetir 8.3 y 9.2.

Procedimiento

El procedimiento se aplica en polvo o granulado de carbón activado. Cuando el ensayo se realizará en carbón granular debe moler una muestra representativa (véase la norma ASTM E300) hasta un 60% en peso (o más hasta pasar a través de un tamiz de malla 325) y 95% en peso o más hasta pasar a través de un tamiz de malla 100 (Serie de Tamices de Estados Unidos, véase Especificación E11). El carbón recibido en forma de polvo puede necesitar molienda adicional para cumplir con el requisito de tamaño de partícula dada anteriormente.

Secar el molido de carbón al 10.1 de acuerdo con la norma ASTM D2867. Enfriar el carbón seco a temperatura ambiente en un desecador.

La determinación del índice de yodo requiere una estimación de tres porciones de carbón. En la sección 11.4 se describe cómo estimar las dosis de carbón que se utilizara. Después de estimar las dosis de carbón, pesa tres cantidades apropiadas de carbón seco lo más exacto posible. Transferir cada muestra pesada de carbón a un matraz Erlenmeyer de 250 mL limpio y seco, con un tapón de vidrio esmerilado.

Mida con una pipeta 10,0 ml de solución de ácido clorhídrico al 5% en peso en cada frasco que contienen el carbón. Tapar cada frasco y agitar suavemente hasta que el carbón este completamente impregnado. Aflojar los tapones para ventilar los frascos, colóquelos en una placa caliente en una campana de humos, y llevar el contenido a ebullición. Dejar hervir suavemente durante 30 + - 2s para eliminar cualquier sulfuro que pueda interferir con los resultados de las pruebas. Retire los frascos de la placa caliente y dejar enfriar a temperatura ambiente.

Mida con una pipeta 100.0 mL de la solución de yodo 0.100 N en cada matraz. Estandarizar la solución de yodo justo antes del uso. Alternar la adición de yodo a los tres frascos de modo que no se presente ningún retraso en el proceso. Inmediatamente tapar los matraces y agitar vigorosamente el contenido durante 30 + - 1s. Filtrar rápidamente cada mezcla por gravedad a través de una hoja de papel filtro plegado (Whatman No.2V o equivalente) en un vaso de precipitados. El equipo para la filtración debe estar preparado con antelación, así no se producirá demora en la filtración de las muestras.

Para cada filtrado, utilice los primeros 20 a 30 ml de la pipeta para lavar. Deséchelas partes del lavado. Use vasos limpios para recoger los filtrados restantes. Mezcle cada filtrado agitando en círculos el vaso de precipitados y agregue con la pipeta 50 mL de cada filtrado en un matraz Erlenmeyer limpio de 250 mL. Titular cada filtrado con solución de tiosulfato sódico 0.100M estandarizado hasta que la solución sea amarillo pálido. Añadir 2 ml de la solución

de indicador de almidón y continuar la titulación con tiosulfato de sodio hasta que una gota produzca una solución incolora. Registrar el volumen de tiosulfato de sodio usado.

Cálculos

La capacidad de un carbono para cualquier adsorbato depende de la concentración del adsorbato en solución. Las concentraciones de la solución estándar de yodo y el filtrado se deben especificar o deben ser conocidos. Es necesario determinar un peso de carbono apropiado para producir concentraciones finales coincidiendo con la definición de índice de yodo. La cantidad de muestra de carbón para ser utilizado en la determinación se rige por la actividad del carbón. Si normalidades del filtrado (C) no están dentro del rango de 0.08N a 0,04 N, repita el procedimiento usando diferentes pesos de carbono.

Se requieren dos cálculos para cada dosis de carbono, como X / M y C.

Para calcular el valor de X / M, primero deriva los valores siguientes:

$$A = (N2) (12693.0)$$

Dónde:

$$N2 = N \text{ del Yodo (del 9.2)}$$

$$B = (N1) (126.93)$$

Dónde:

$$N1 = N \text{ del tiosulfato de sodio (del 9.1)}$$

$$DF = (I + H) / F$$

Dónde:

DF = factor de dilución

I = mL de Yodo (de 9.2)

H = mL de ácido clorhídrico 5% y

F = mL del filtrado

Por ejemplo, si se utilizan 10 mL de HCl y 50 mL del filtrado:

$$DF = (100 + 10) / 50 = 2.2$$

Calcule el valor de X / M de la siguiente manera:

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

Dónde:

X/M = yodo absorbido por gramo de carbono, mg/g

S = mL de tiosulfato de sodio y

M = g de carbón usado

Calcule el valor de C como sigue:

$$C = (N1 * S) / F$$

Dónde:

C = N del filtrado residual

N1 = N del tiosulfato de sodio y

F = mL del filtrado

Utilice papel logarítmico, para realizar un diagrama X / M (en ordenadas) frente a C (como la abscisa) para cada una de las tres dosis de carbono (véase la Fig.1). Calcule el ajuste por mínimos cuadrados para los tres puntos y la trama. El índice de yodo es el valor X / M a una concentración de yodo residual (C) de 0,02 N. El coeficiente de regresión de los ajustes por mínimos cuadrados debe ser mayor que 0.995.

La dosis de carbono puede ser estimada como sigue:

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

Dónde:

M = g de Carbón

A = (N2) (12693.0),

DF = Factor de dilución (ver 11.2.1)

C = Yodo residual y

E = Numero de yodo estimado del carbón

Tres dosis de carbono se calculan usando tres valores de C (por lo general 0.01, 0.02 y 0.03).

Reporte

Los informes deben incluir lo siguiente:

Identificación completa de la muestra, incluyendo la fuente, el número de lote del fabricante, y el tipo de carbono.

El índice de yodo de isoterma de adsorción, el valor de yodo con un límite de confiabilidad de 95% para la determinación.

Precisión y compartimientos

La precisión entre laboratorios para este método de ensayo se determinó mediante pruebas en el que participaron seis laboratorios. El carbón activado a partir de cinco materias primas diferentes se utilizó durante las pruebas.

Los siguientes criterios deben utilizarse para determinar la aceptabilidad de los resultados:

Repetibilidad (Dentro de Laboratorios)--- La precisión de este método de ensayo en la determinación de índice de yodo de carbones activados comprende desde 600 hasta 1450 de índice de yodo es del + -5,6% del valor medio medido en miligramos de yodo absorbido por gramo de carbón. Este rango corresponde a 2S, o los límites de confianza del 95%, tal como se definen en la Práctica E177. Si dos resultados determinados en el mismo laboratorio difieren en más de 5,6%, se deben considerar sospechosos.

Reproducibilidad (entre laboratorios)--- La precisión entre laboratorios de este método de ensayo en la determinación de índice de yodo de carbones activados comprende desde 600 hasta 1450 de índice de yodo, esto es + -10,2% del valor medio, medido en miligramos de yodo absorbidos por gramo de carbón. Este rango corresponde a 2S o 95% de límite de confianza, tal como se define en la Práctica E177. Los resultados obtenidos por dos laboratorios diferentes, que difieren en más de 10,2% deben considerarse sospechoso.

Anexo 2.

2. Designación ASTM: D2867 – 09 (Reprobada 2014)

Método Estándar De Prueba Para La Humedad En El Carbón Activado

Alcance.

Este método de ensayo proporciona tres procedimientos para la determinación del contenido de humedad en el carbón activado. Los procedimientos también se pueden utilizar para muestras secas que se necesite para otras pruebas. Los métodos de secado en horno (estufa) y balance de humedad, son usados cuando el agua es el único material volátil presente y se encuentra en cantidades significativas, y el carbón activado no es sensible al calor (algunos carbones activados pueden inflamarse espontáneamente a temperaturas bajas como 150 ° C). El método de extracción de xileno se usa cuando se sabe o se sospecha que el carbón es sensible al calor o por contener compuestos orgánicos no miscibles con agua en lugar de o además de agua. El método de secado en horno (estufa) que se describe en este método de ensayo se puede usar como referencia para el desarrollo de técnicas instrumentales para la determinación de la humedad en el carbón activado.

Los valores de las unidades están indicados en el SI y deben ser considerados como los estándares. No hay otras unidades de medida que se incluyen en esta norma.

Esta norma no pretende considerar todos los problemas de seguridad asociados con su uso. Es responsabilidad del usuario de esta norma establecer las prácticas de seguridad y cuidado y determinar la aplicabilidad de las limitaciones reglamentarias antes de su uso.

Documentos de referencia

Normas ASTM

E177 Práctica para uso de los términos de precisión y sesgo en los Métodos de Ensayo ASTM

E691 Práctica para la realización de un estudio entre laboratorios para determinar la precisión de un método de prueba

Resumen del Método de Ensayo

Método De Prueba De Secado Al Horno- Una muestra de carbón se pone en una capsula seca y cerrada (peso conocido de la capsula) posteriormente se pesa con precisión. La cápsula se abre y se coloca con la tapa en un horno precalentado. La muestra se seca hasta peso constante luego se retira del horno con la cápsula cerrada y se enfría a temperatura ambiente. La cápsula cerrada se pesa de nuevo precisamente. La pérdida de peso se expresa como un porcentaje del peso de la muestra original.

Método De Prueba De Extracción Con Xileno- Un peso exacto conocido de carbón se pone en un matraz de ebullición. Se añade un volumen conocido de xileno en el matraz posteriormente se conecta a una trampa de agua. Una placa caliente se utiliza para calentar el xileno hasta que hierva. La temperatura se controla para permitir el reflujo constante. El reflujo continúa hasta que pare de colectarse agua en la trampa. El peso del agua recogida se expresa como un porcentaje del peso de la muestra original.

Método De Prueba De Equilibrio De Humedad- Una muestra de carbón activado se coloca en una balanza de humedad y el peso se mide con precisión. La muestra se seca hasta peso constante. La pérdida de peso se expresa como un porcentaje del peso de la muestra original.

Significado Y Uso

El contenido de humedad en el carbón activado se requiere a menudo para definir y expresar sus propiedades en relación con el peso neto del carbono.

El contenido de humedad del carbón activado suele aumentar envasado en recipientes típicos de envío durante el transporte y almacenamiento. Los consumidores del carbón activado en aplicaciones en las que un bajo contenido de humedad es importante deben ser conscientes de este efecto.

MÉTODO DE SECADO EN HORNO

Equipo

Humedad Del Horno- Se pueden utilizar la mayoría de los hornos de secado de circulación forzada con calefacción eléctrica comercial capaz de regular la temperatura entre 145 y 155 ° C.

Cápsulas con Tapas- Vasos de precipitados, contenedores para pesar con tapas de vidrio esmerilado o cajas de metal con tapa sin fisuras pueden ser utilizadas. Deben ser lo más planas posible para un cómodo manejo.

Desecador.

Materiales

Desecante- cloruro de calcio anhidro u otro desecante adecuado.

Procedimiento Para Carbón Activado Que Pasa Por Un Tamiz No. 50

Sumerja una cuchara o espátula en el contenedor de la muestra y tome de un 1 a 2 g de la muestra representativa. Poner esto en una cápsula seca y con tapa previamente tarada, pese 0.5 mg y cierre. La profundidad del carbón en la cápsula no debe exceder de 1,25 cm.

Retire la tapa y coloque la cápsula y la cubierta en un horno de circulación forzada precalentado (a 145 -155 ° C). Cierre la estufa y secar hasta peso constante (3 h suele ser suficiente). Abra el horno y cubra las cápsulas rápidamente. Enfriar en un desecador a temperatura ambiente y pesar.

Procedimiento Para Carbón Activo Pasado Por Un Tamiz Más Grande Que No. 50

Utilice 5 a 10 g de muestra representativa y pese con precisión de 2 mg. Completar el análisis como se describe en la Sección 7.

Cálculos.

Calcule el contenido de humedad como sigue:

$$\% \text{ En peso de humedad} = [(C-D) / (C-B)] \times 100$$

Dónde:

B = Peso de la cápsula con tapa en g

C = peso de la cápsula con tapa además muestra original en g y

D = peso de la cápsula con tapa además muestra seca en g.

MÉTODO DE EXTRACCIÓN XYLENO

Equipo

Matraz de ebullición- Un matraz Erlenmeyer de fondo plano de 300 ml con juntas esmeriladas.

Condensador- Condensador de 300 mm refrigerado por agua del tipo Allihn con juntas esmeriladas.

Tubo de secado con filtro de fibra de vidrio que contenga un desecante adecuado.

Trampa de agua- Trampa de humedad Bidwell y Sterling de 10 ml o un receptor Dean y Stark con juntas esmeriladas. La trampa de agua debe estar limpia de modo que la forma del menisco al final de la prueba este igual que al principio.

Nota 1: La trampa puede estar recubierta con una resina de silicona para dar un menisco uniforme. Para cubrir la trampa, primero limpie con un limpiador adecuado. Enjuague la trampa limpia con una resina de silicona y después de drenar durante unos minutos, hornear durante 1 hora aproximadamente a 200 ° C.

Placa caliente- Una placa calentada eléctricamente con control de temperatura y elementos adjuntos.

Reactivos

Xileno- Calidad de reactivo de acuerdo con las especificaciones de la Comisión de Reactivos Analíticos de la Sociedad Química Americana.

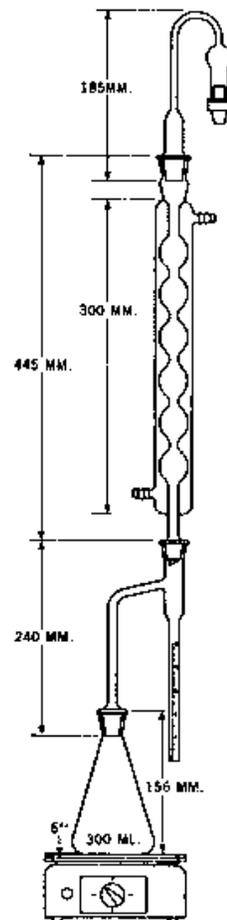


FIG. 1 Moisture Determination Apparatus

Peligros

El uso de xileno caliente presenta un peligro de incendio debe estar disponible el equipo adecuado de extinción de incendios.

Montaje del equipo

Limpie el condensador, matraz, y la trampa cuidadosamente, secar para asegurarse de que está libre de agua. Montar el condensador y trampa, como se muestra en la Fig. 1.

Nota2: Se prefiere una fuente de calentamiento indirecto debido a la muy fuerte absorción de la radiación infrarroja por el carbón activado y al mayor aumento de temperatura resultante que la de la atmósfera circundante.

Procedimiento

Tarar el frasco de la muestra. Tome con una cuchara o espátula 25 a 50 g de muestra. A continuación, se coloca en el matraz de ebullición, pese nuevamente la muestra lo más cercano a 0.1 g. Se añaden 100 ml de xileno y se conecta el matraz de ebullición a la trampa de agua. Para carbonos que tienen una densidad de menos de 0.30 g / cm³, 200 ml de xileno se debe utilizar para una muestra de 25 g.

Coloque la placa caliente bajo el matraz y lleve a ebullición. Ajuste el control de temperatura de manera que el reflujo del xileno sea a la velocidad de aproximadamente 1 gota / s desde la punta del condensador. Continuar el reflujo hasta que no haya más aumento de la capa de agua en la trampa durante un período de 30 min (de 2 a 8 h pueden ser necesarias).

Cálculos

Calcule el contenido de humedad como sigue:

$$\text{Contenido de humedad \%} = [V / (C - E)] \times 100$$

Done:

V = Cantidad de agua colectada en mL,

C = Peso inicial de la muestra en g

E = Peso de la muestra después de remover la humedad en g.

Cálculo para la corrección de la humedad en carbón para determinar el peso de la muestra de carbón base seca, de la siguiente forma:

$$\text{Corrección de peso (base seco)} = \frac{\text{Peso inicial del carbón (sin secar)} \times (100\% - \% \text{ de humedad de 15.1})}{(100\%)}$$

METODO DE BALANCE DE HUMEDAD

Equipo

Balanza de humedad- Que tenga una sensibilidad de 0.1 mg y preferentemente que tenga una fuente de calentamiento indirecta.

Procedimiento Para Carbón Activado Pasado Por Tamiz No. 50

Configurar la balanza de humedad de acuerdo con las instrucciones del fabricante. La temperatura no debe superar los 150 ° C.

Coloque una muestra representativa de aproximadamente 1 a 2 g en balanza de humedad y determinar su peso lo más próximo a 0.1.

Cierre la tapa y ponga en marcha la máquina.

Una vez que la pérdida de peso bajo estas condiciones de secado es inferior a 1 mg durante 30 s, la muestra se considera seca y la pérdida de masa porcentual se debe registrar al 0,1% más cercano.

Procedimiento Para Carbón Activado Mayor A Un Tamiz No. 50

Configurar la balanza de humedad de acuerdo con las instrucciones del fabricante. La temperatura no debe superar los 150 ° C.

Coloque una muestra representativa de aproximadamente 5 a 10 g en balanza de humedad y determinar su peso lo más próximo a 0.1.

Complete la determinación como se indica en la sección 17.

Cálculos

Calcule el contenido de humedad como sigue:

$$\text{Contenido de humedad \%} = [(A - B) / A] \times 100$$

Dónde:

A = Peso de la muestra antes del calentamiento en g

B = Peso de la muestra después del calentamiento en g

Carbón activado; Humedad

Anexo 3.

3. Designación ASTM: D2866- 11

Método Estándar Para Contenido Total De Cenizas En Carbón Activado.

Alcance

Este método cubre la determinación del contenido total de cenizas en el carbón activado.

Principio

Ignición de la muestra hasta peso constante.

Materiales Y Equipo

Mufla, que tenga circulación de aire, capaz de regular la temperatura de 650 ± 25 °C.

Crisol resistente a la alta temperatura.

Balanza analítica, precisión de 0.1 mg.

Desecador que contenga un agente secante eficiente.

Muestra

Deshidrate una muestra adecuada de carbón activado a peso constante a 150 °C (3 horas son usualmente suficientes).

Procedimiento

Ponga a ignición el crisol en la mufla a 650 ± 25 °C por 1 hora. Después coloque el crisol en el desecador. Y permita enfriar a temperatura ambiente, posteriormente pesar lo más exacto a 0.1mg.

Pese lo más exacto a 0.1mg de carbón activado suficientemente seco, de esta forma la cantidad estimada de cenizas será de 0.1 g, en el crisol en ignición.

Coloque el crisol en la mufla a 650 ± 25 °C. La ignición durara entre 3 a 16 horas dependiendo del tipo de carbón activado y del tamaño de partículas. La ignición puede considerarse completa cuando se logre el peso constante.

Coloque el crisol en el desecador y permita su enfriamiento a temperatura ambiente. Cuando este frio, manipule cuidadosamente el crisol para evitar la pérdida de ceniza. Pese lo más exacto a 0.1 mg.

Resultados

El contenido de cenizas A_c esta dado en porcentaje por:

$$A_c = 100 \frac{F-G}{B-G}$$

Dónde:

G= Masa del crisol vacío en g.

B=Masa del crisol más la muestra seca en g.

F= Masa del crisol más las cenizas de la muestra en g.