



UNIVERSIDAD MICHOACANA DE
SAN NICOLÁS DE HIDALGO



INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN METALURGIA Y MATERIALES

PROGRAMA DE MAESTRÍA EN
METALURGIA Y CIENCIAS DE LOS MATERIALES

ADSORCIÓN DE COMPLEJOS ANIÓNICOS $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ EN CARBÓN
ACTIVADO GENERADO A PARTIR DE BIOMASA BAGAZO DE AGAVE

Tesis que para obtener el Grado de Maestro en Metalurgia y Ciencias de los
Materiales presenta:

I.Q. Ana María Fernández Macedo

DIRECTORA DE TESIS:
Dra. Diana Fabiola Cholico González

Morelia, Michoacán, Agosto de 2022

ADSORCIÓN DE COMPLEJOS ANIÓNICOS $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ EN
CARBÓN ACTIVADO GENERADO A PARTIR DE
BIOMASA BAGAZO DE AGAVE

OFICIO DE ASIGNACIÓN DE SINODALES



Instituto de Investigación
en Metalurgia y Materiales

Of. Num. IIMM-ST-032-2022
Morelia, Mich., a 29 de Agosto de 2022

ING. ANA MARIA FERNANDEZ MACEDO
Presente

Por medio de la presente, esta dirección del Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, tiene a bien informarle que para presentar su examen de grado de Maestra en Metalurgia y Ciencias de los Materiales con la tesis titulada: "**Adsorción de complejos aniónicos Au(CN)₂⁻ en carbón activado generado a partir de biomasa bagazo de agave**", le ha sido asignada la siguiente mesa sinodal:

15010077	DRA. DIANA FABIOLA CHOLICO GONZALEZ	(PRESIDENTA)
15010073	DRA. NOEMI ORTIZ LARA	(Vocal)
02001578	DRA. ENA ATHENEA AGUILAR REYES	(Vocal)
19000251	DRA. TZARARA LOPEZ LUKE	(Vocal)
99002370	DR. RAMIRO ESCUDERO GARCIA	(Vocal)
05002699	DR. VICTOR HUGO LOPEZ MORELOS	(Suplente)

Agradeciendo de antemano las atenciones que se sirva prestar a la presente, aprovecho para enviarle un cordial saludo.

Atentamente


Dr. Victor Hugo López Morelos
Director

Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales
Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo



Instituto de Investigación
en Metalurgia y Materiales
DIRECCIÓN

AGRADECIMIENTOS Y DEDICATORIAS

Para mis papás, por su apoyo incondicional en todos estos años, gracias a ustedes hemos logrado llegar hasta aquí, es un orgullo y privilegio ser su hija.

Para mis hermanos, por estar siempre presentes y acompañarme en lapsos de estrés y frustración, siempre fueron y son mis pilares.

Para mi abuelita Aurora, se que me acompañas en cada decisión y paso importante que doy, sigues aquí y sé que nunca te vas a ir .

ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE GENERAL.....	<i>i</i>
ÍNDICE DE FIGURAS.....	<i>iii</i>
ÍNDICE DE TABLAS.....	<i>viii</i>
LISTA DE ABREVIATURAS Y SÍMBOLOS.....	<i>ix</i>
RESUMEN.....	<i>x</i>
ABSTRACT.....	<i>xii</i>
CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN	<i>1</i>
1.1 Objetivos	<i>3</i>
1.1.1 Objetivo general	<i>3</i>
1.1.2 Objetivos particulares.....	<i>3</i>
1.2 Justificación	<i>3</i>
1.3 Hipótesis	<i>4</i>
1.4 Metas científicas	<i>4</i>
CAPÍTULO 2. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA.....	<i>5</i>
2.1 Procesamiento de minerales auríferos.....	<i>5</i>
2.2 Mecanismo de lixiviación.....	<i>6</i>
2.3 Carbón activado (CA).....	<i>10</i>
2.4 Preparación de carbón activado a partir de biomasas	<i>12</i>
2.5 Caracterización de carbones activados	<i>18</i>
2.5.1 Difracción de rayos X (DRX)	<i>18</i>
2.5.2 Microscopía electrónica de barrido (MEB)	<i>20</i>
2.5.3 Espectroscopía infrarroja (FTIR)	<i>24</i>
2.5.4 Espectroscopía Raman.....	<i>25</i>
2.5.5 Área superficial	<i>27</i>
2.5.6 Índice de yodo	<i>27</i>
2.6 Bagazo de Agave.....	<i>29</i>
2.7 Capacidad de adsorción de carbones activados de residuos agrícolas.....	<i>32</i>
CAPÍTULO 3. DESARROLLO EXPERIMENTAL.....	<i>34</i>
3.1 Materiales y reactivos	<i>35</i>

3.2 Preparación de carbón activado a partir de bagazo de agave	35
3.3 Caracterización del carbón activado preparado	38
3.3.1 Difracción de rayos X.....	38
3.3.2 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB).....	38
3.3.3 Espectroscopía de Infrarrojo con Transformada de Fourier (FTIR)	38
3.3.4 Espectroscopía Raman.....	38
3.3.5 Índice de yodo	39
3.4 Adsorción de $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ en carbón activado	39
CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	41
4.1 CARACTERIZACIÓN DEL CARBÓN ACTIVADO PREPARADO	41
4.1.1 Difracción de Rayos X (DRX)	41
4.1.2 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB).....	47
4.1.3 Espectroscopía de infrarrojo con Transformada de Fourier (FTIR).....	57
4.1.4 Espectroscopía Raman.....	63
4.1.5 Índice de yodo	67
4.1.6 Rendimiento de preparación del carbón activado	69
4.2 ADSORCIÓN DE $\text{Au}(\text{CN})_2^-$	71
4.2.1 Adsorción de $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ con bagazo de agave libre de extraíbles y con carbón activado comercial.....	71
4.2.2 Adsorción de $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ con carbón activado preparado a partir de bagazo de agave	73
CAPÍTULO 5. CONCLUSIONES.....	81
RECOMENDACIONES Y TRABAJO FUTURO	83
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	84

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1 Esquema del proceso CIP (Proceso de carbón en pulpa) [18]	8
Figura 2.2 Esquema del Proceso CIL (Proceso de carbón en lixiviación) [18].....	9
Figura 2.3 Estructura del carbón activado: (a) grafiticante y (b) no grafiticante [5].....	11
Figura 2.4 Patrones de difracción de carbones activados a partir de diferentes biomásas: a) hoja de ansana a 850 °C y ZnCl₂ 1 mol/L [24], b) cáscara de macadamia a 700 °C; 20, 40 y 55% de HNO₃ [3], c) cáscara de cacahuete y coco a 300, 400 y 500 °C [29], d) cáscara de arroz a 600 y 800 °C; proporción 1:2 de K₂CO₃ [33] y e) aserrín de pino a 500 y 800 °C [34].	19
Figura 2.5 Micrografías de carbones activados obtenidos a partir de cáscara de café con diferente contenido de ZnCl₂ como activador (1) 0%, (2) 10% y (3) 30% [26].....	20
Figura 2.6 Micrografía de carbón activado obtenido a partir de a) cáscara de coco a 300, 400 y 500 °C; b) cáscara de cacahuete a 300, 400 y 500 °C [29]......	21
Figura 2.7 Micrografías de carbones activados preparados a partir de cáscara de durian: Char, biomasa carbonizada a 600°C por 3 horas; DH3, biomasa carbonizada con activación a 400 °C por 1 hora y a 600 °C por 3 horas en presencia de KOH; DH5, biomasa carbonizada con activación a 400 °C por 1 hora y a 800 °C por 3 horas [35].	22
Figura 2.8 Micrografías de carbones activados modificados con: a) HNO₃, b) NaOH, c) KMnO₄, d) FeSO₄ y e) sin modificador [36].	23
Figura 2.9 Micrografía de carbón activado obtenido a partir de fibra de palma con KOH a 700 °C a diferentes magnificaciones [37].....	24
Figura 2.10 Espectros de infrarrojo FTIR para carbones activador a partir de a) residuos de corteza (SBW) y médula (SPW) de sagú mediante un proceso de pirólisis (PC) o hidrotermal (HTC) [30], b) semilla de acaí a 850 °C y relación de activador 1:1(ACK1) y 1:5(ACK5) [31].	25
Figure 2.11 Espectros Raman de carbón activado obtenido de a) semillas de acaí con diferentes relaciones de activador KOH/biomasa, ACK1 (1:1) y ACK5 (5:1) así como su	

comparación con un carbón activado comercial (C.C.) [31], b) cáscara de arroz usando K_2CO_3 como activador [38].	26
Figura 2.12 Índice de yodo del carbón activado preparado a partir de la cáscara de coco en función del tiempo de activación y del contenido de activador $ZnCl_2$ (relación de impregnación) [25]	28
Figura 2.13 Correlación entre el área superficial BET y el índice de yodo para diferentes muestras de carbones activados [41].	29
Figura 2.14 Consumo anual de agave para la producción de tequila [42].....	30
Figura 2.15 Estructura de una fibra de bagazo de agave [45].	31
Figura 3.1 Diagrama del desarrollo experimental del proyecto incluyendo preparación de carbón activado a partir de bagazo de agave, caracterización y la adsorción de $Au(CN)_2^-$..	34
Figura 4.1 Difractogramas del bagazo de agave libre de extraíbles (línea color negro) y bagazo de agave pirolizado a 400 °C sin activador, CA-400°C (línea color rojo).	41
Figura 4.2 Difractogramas de rayos X (DRX) de carbones activados obtenidos de bagazo de agave en función de la temperatura (400, 600 y 800 °C), usando diferentes concentraciones de K_2CO_3 como activador: a) 10%, b) 30% y c) 60% en peso.....	43
Figura 4.3 Difractogramas de rayos X (DRX) de carbones activados obtenidos de bagazo de agave libre de extraíbles en función de la temperatura (400, 600 y 800 °C), usando $ZnCl_2$ como activador: a) 10%, b) 30% y c) 60% en peso.....	45
Figura 4.4 Difractogramas de rayos X (DRX) de carbones activados obtenidos de bagazo de agave libres de extraíbles usando $ZnCl_2$ y K_2CO_3 como activador a 10% en peso y 800 °C, después del lavado con HCl.....	46
Figura 4.5 Micrografías de: a) y b) bagazo de agave libre de extraíbles y c) y d) bagazo de agave pirolizado a 400 °C sin agente activador a diferentes magnificaciones (100x y 500x).	48
Figura 4.6 Micrografías de carbón activado preparado a partir de bagazo de agave con K_2CO_3 (10% en peso) a diferentes temperaturas de pirólisis: a) y b) 400 °C; c) y d) 600 °C; e) y f) 800 °C a 100x y 500x, respectivamente.	49

Figura 4.7 Micrografías de carbón activado preparado a partir de bagazo de agave con K_2CO_3 (30 % en peso) a diferentes temperaturas de pirólisis: a) y b) 400 °C; c) y d) 600 °C; e) y f) 800 °C a 100x y 500x, respectivamente.	51
Figura 4.8 Micrografías de carbón activado preparado a partir de bagazo de agave con K_2CO_3 (60 % en peso) a diferentes temperaturas de pirólisis: a) y b) 400 °C; c) y d) 600 °C; e) y f) 800 °C a 100x y 500x, respectivamente.	52
Figura 4.9 Micrografías de carbón activado preparado a partir de bagazo de agave con $ZnCl_2$ (10% en peso) a diferentes temperaturas de pirólisis: a) y b) 400 °C; c) y d) 600 °C; e) y f) 800 °C a 100x y 500x, respectivamente.	54
Figura 4.10 Micrografías de carbón activado preparado a partir de bagazo de agave con $ZnCl_2$ (30% en peso) a diferentes temperaturas de pirólisis: a) y b) 400 °C; c) y d) 600 °C; e) y f) 800 °C a 100x y 500x, respectivamente.	55
Figura 4.11 Micrografías de carbón activado preparado a partir de bagazo de agave con $ZnCl_2$ (60% en peso) a diferentes temperaturas de pirólisis: a) y b) 400 °C; c) y d) 600 °C; e) y f) 800 °C a 100x y 500x, respectivamente.	56
Figura 4.12 Espectros de FTIR del bagazo de agave libre de extraíbles y pirolizado a diferentes temperaturas sin agente activador.....	57
Figura 4.13 Espectros de FTIR de carbones activados con K_2CO_3 a 10 % en peso a 400, 600 y 800 °C.	59
Figura 4.14 Espectros de FTIR de carbones activados con K_2CO_3 a 30 % en peso a 400, 600 y 800 °C.	60
Figura 4.15 Espectros de FTIR de carbones activados con K_2CO_3 a 60 % en peso a 400, 600 y 800 °C.	60
Figura 4.16 Espectros de FTIR de carbones activados con $ZnCl_2$ a 10 % en peso a 400, 600 y 800 °C.	61
Figura 4.17 Espectros de FTIR de carbones activados con $ZnCl_2$ a 30% en peso a 400, 600 y 800 °C.	62

Figura 4.18 Espectros de FTIR de carbones activados con $ZnCl_2$ a 60 % en peso a 400, 600 y 800 °C.	63
Figura 4.19 Espectros Raman de bagazo de agave libre de extraíbles y bagazo de agave pirolizado a 600 °C.	64
Figura 4.20 Espectros Raman de carbones activados con K_2CO_3 a 30 % en peso a 400, 600 y 800 °C.	65
Figura 4.21 Espectros Raman de carbones activados con $ZnCl_2$ a 30 % en peso a 400, 600 y 800 °C.	65
Figura 4.22 Comparación del rendimiento del carbón activado preparado a partir de bagazo de agave después del proceso de pirólisis sin agente activador, con K_2CO_3 y $ZnCl_2$ empleando: a) 10%, b) 30% y c) 60% de activador.	70
Figura 4.23 Efecto de la masa de adsorbente (bagazo de agave y carbón activado comercial) en la capacidad de adsorción de $Au(CN)_2^-$. $[Au(CN)_2^-]_0 = 12.89$ mg/L, pH=11, V=50 mL. Velocidad de agitación 250 rpm, tiempo 30 min, T ambiente.	72
Figura 4.24 Efecto de la masa de adsorbente (bagazo de agave y carbón activado comercial) en el porcentaje de adsorción de $Au(CN)_2^-$. $[Au(CN)_2^-]_0 = 10.2$ mg/L, pH=11, V=50 mL. Velocidad de agitación 250 rpm, tiempo 30 min, T ambiente.	73
Figura 4.25 Capacidad de adsorción de $Au(CN)_2^-$ por carbones activados preparados con diferentes contenidos de K_2CO_3 y temperaturas. Adsorción: $[Au(CN)_2^-]_0 = 12.1$ mg/L, pH=11, V=50 mL, $w_{CA}=0.1$ g. Velocidad de agitación 250 rpm, tiempo 30 min, T ambiente.	74
Figura 4.26 Capacidad de adsorción de $Au(CN)_2^-$ por carbones activados preparados con diferentes contenidos de $ZnCl_2$ y temperaturas. Adsorción: $[Au(CN)_2^-]_0 = 12.1$ mg/L, pH=11, V=50 mL, $w_{CA}=0.1$ g. Velocidad de agitación 250 rpm, tiempo 30 min, T ambiente.	75
Figura 4.27 Porcentaje de adsorción de $Au(CN)_2^-$ por carbones activados preparados con: a) K_2CO_3 y b) $ZnCl_2$ a diferentes condiciones. Adsorción: $[Au(CN)_2^-]_0 = 12.1$ mg/L, pH=11, V=50 mL, $w_{CA}=0.1$ g. Velocidad de agitación 250 rpm, tiempo 30 min, T ambiente.	77

Figura 4.28 a) Capacidad de adsorción y b) porcentaje de adsorción de $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ para diferentes masas de carbones activados. Adsorción: $[\text{Au}(\text{CN})_2^-]_0 = 12.1 \text{ mg/L}$, $\text{pH}=11$, $V=50 \text{ mL}$, $w_{\text{CA}}=0.1$ y 0.2 g . Velocidad de agitación 250 rpm , tiempo 30 min , T ambiente..... 79

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 2.1 Constantes de estabilidad de formación de complejos (β_2 y β_4) para la selección de complejos de Au(I) y Au(III).....	7
Tabla 2.2 Composición porcentual de celulosa, hemicelulosa y lignina de diversas biomásas que han sido empleadas en la preparación de carbón activado.....	13
Tabla 2.3 Análisis elemental y proximal de residuos agrícolas que han sido empleados en la preparación de carbón activado	14
Tabla 2.4 Condiciones de preparación de carbón activado a partir de biomásas.....	17
Tabla 2.5 Porcentaje elemental y análisis proximal del bagazo de agave.....	31
Tabla 2.6 Contenido de compuestos extraíbles reportados para el bagazo de agave [48].....	32
Tabla 2.7 Condiciones de adsorción de $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ en carbones activados preparados a partir de biomásas.	33
Tabla 3.1. Condiciones de preparación de carbones activados a partir de bagazo de agave.	36
Tabla 4.1 Intensidad Raman de las bandas D y G y relación I_D/I_G para las muestras analizadas.....	66
Tabla 4.2 Índice de yodo obtenido para los carbones activados preparados a partir de bagazo de agave a diferentes condiciones de temperatura y porcentaje de activador.	68

LISTA DE ABREVIATURAS Y SÍMBOLOS

$[Au(CN)_2^-]_0$	Concentración inicial de complejo $Au(CN)_2^-$ expresada en mg/L
$[Au(CN)_2^-]_f$	Concentración final de complejo $Au(CN)_2^-$ expresada en mg/L
ASTM	American Society for Testing and Materials (Sociedad Americana para Pruebas y Materiales)
b_2	Constante de estabilidad de formación de complejo para Au(I)
b_4	Constante de estabilidad de formación de complejo para Au(III)
BA	Bagazo de agave
BET	Análisis de superficie BET (Brunauer-Emmett-Teller)
CA	Carbón activado
CIL	Proceso de carbón en lixiviación
CIP	Proceso de carbón en pulpa
Cyanex®921	Mezcla de óxidos de fosfina
DRX	Difracción de rayos X
EDS	Espectrometría de dispersión de energía de rayos X
FTIR	Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier
I_D	Intensidad de la banda D (espectroscopía Raman)
I_G	Intensidad de la banda G (espectroscopía Raman)
L	Agente lixivante
MEB	Microscopía electrónica de barrido
MIBK	Metil-iso-butilcetona
mm	Micrómetros
Raman	Espectroscopía Raman
TBP	Tri-butilfosfato
TGA	Análisis termogravimétrico
V	Volumen expresado en litros
w_b	Masa de la biomasa (g)
w_{CA}	Masa del carbón activado (g)
Y_{CA}	Rendimiento del carbón activado (%)

RESUMEN

El oro es un metal precioso que ha sido utilizado en áreas como la joyería, tecnología y medicina; obteniéndose en algunos casos por cianuración seguido de adsorción con carbón activado. El carbón activado es un material con alta área superficial y gran porosidad, con una elevada demanda en los procesos de adsorción y altos costos. Por lo que se ha buscado producir carbones activados a partir de residuos agrícolas, lo que supone un menor costo. El tipo de biomasa, temperatura y el activador influyen en sus propiedades. Por lo que en este trabajo de investigación se propuso la preparación de carbones activados a partir de bagazo de agave, evaluando las condiciones de preparación como la temperatura (400, 600 y 800 °C), tipo y concentración de activador (K_2CO_3 , $ZnCl_2$; 10, 30 y 60%) con la finalidad de promover selectivamente la adsorción de $Au(CN)_2^-$. La activación se realizó poniendo en contacto bagazo de agave con $ZnCl_2$ o K_2CO_3 por 24 h para someterse a secado y pirólisis en atmósfera de inerte (Ar). La caracterización de los carbones activados fue realizada por difracción de rayos X (DRX), microscopía electrónica de barrido (MEB), espectroscopía de infrarrojo (FTIR), espectroscopía Raman, índice de yodo y rendimiento de preparación. Los resultados de DRX y FTIR mostraron señales principales relacionadas a celulosa, hemicelulosa y lignina, evidenciando modificaciones en las mismas después del proceso de activación y pirólisis con el aumento de temperatura y contenido de activador. En las micrografía se observaron los cambios en la morfología de las fibras de bagazo de agave cuando es preparado el carbón activado, mostrando el desarrollo de mayor porosidad al aumentar la temperatura o al aumentar el porcentaje del activador. A partir de la espectroscopía Raman se logró identificar dos bandas D y G asociadas a la estructura gráfica generada durante la activación. Los resultados del índice de yodo mostraron que una tendencia creciente con el porcentaje de activador al igual que con un incremento en la temperatura. Se obtuvo un índice de yodo de 795.43 mg I_2/g a 800 °C y 30% de activador para el K_2CO_3 y de 748.88 mg I_2/g a 400 °C y 60% de activador para el caso de $ZnCl_2$. El rendimiento de preparación de los carbones activados disminuye con el incremento de activador y con la temperatura debido a la pérdida de masa que se genera durante la pirólisis. La capacidad de adsorción del complejo $Au(CN)_2^-$ para el bagazo de agave fue prácticamente despreciable, por lo que la biomasa por sí misma no tiene propiedades de adsorción para el complejo. Los carbones activados preparados a partir de bagazo de agave con K_2CO_3 mostraron buena capacidad de adsorción del complejo $Au(CN)_2^-$ incrementando su afinidad con el

porcentaje de activador y temperatura. Por el contrario, los carbones activados con $ZnCl_2$ mostraron una capacidad de adsorción limitada. Las mejores condiciones de preparación de carbón activado a partir de bagazo de agave corresponden a 60% de K_2CO_3 y 400 °C, bajo estas condiciones el carbón activado resultante ofrece una capacidad de adsorción 7.42 mg/g y un porcentaje de adsorción de 99.88%, siendo mayor al carbón activado comercial que mostró una capacidad de adsorción de 2.61 mg/g y 40.77% de adsorción a las mismas condiciones.

Palabras clave: Carbón activado, bagazo de agave, adsorción, cianuros, oro

ABSTRACT

Gold is a precious metal that has been used in areas such as jewelry, technology, and medicine; obtained in some cases by cyanidation and adsorption with activated carbon. Activated carbon is a material with high surface area and porosity, increasing demand in adsorption processes and high costs. Therefore, the production of activated carbon from agricultural residues at low cost has been investigated. The type of biomass, temperature, and activator influence on properties of activated carbons. Thus, this research work proposed the preparation of activated carbon from agave bagasse, evaluating the temperature (400, 600, and 800 °C), type, and concentration of activator (K_2CO_3 , $ZnCl_2$; 10, 30, and 60 wt%) to selectively promote $Au(CN)_2^-$ adsorption. The activation was carried out by contact of agave bagasse with K_2CO_3 or $ZnCl_2$ for 24 h; after drying, the pyrolysis was performed in an inert atmosphere (Ar). The characterization of the activated carbons was done by X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM), Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), Raman spectroscopy, iodine number, and yield of activated carbon. The results from XRD and FTIR showed main signals related to cellulose, hemicellulose, and lignin, evidencing modifications after activation and pyrolysis process, with an increase in temperature and activator content. Micrographs display changes in the morphology of agave bagasse fibers and the activated carbons, showing the development of porosity by increasing on temperature or percentage of activator. From Raman spectra, the D and G bands related to the graphitic structure of activated carbons were assigned. The iodine number increases with the percentage of activator and temperature, and the maximum values were 795.43 mg I_2/g at 800 °C, 30 wt% K_2CO_3 , and 748.88 mg I_2/g at 400 °C, 60 wt% $ZnCl_2$. The yield of activated carbon diminishes with an increase in activator and temperature due to the loss of mass during the pyrolysis. The $Au(CN)_2^-$ adsorption capacity by agave bagasse was depictable, and then this biomass does not have adsorption properties by the anionic complex. Activated carbons prepared from agave bagasse with K_2CO_3 showed good adsorption capacity for the $Au(CN)_2^-$ complex, increasing its affinity with the percentage of activator and temperature. In contrast, activated carbons with $ZnCl_2$ showed limited adsorption capacity. The best conditions for preparing activated carbon from agave bagasse correspond to 60 wt% K_2CO_3 and 400 °C. Under these conditions, the resulting activated carbon offers an adsorption capacity of 7.42 mg/g and an adsorption percentage of 99.88%, higher than

commercial activated carbon which showed an adsorption capacity of 2.61 mg/g and 40.77% under the same conditions.

Keywords: *Activated carbon, agave bagasse, adsorption, cyanides, gold*

CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN

El oro (Au) es un metal altamente estable y resistente a la corrosión que no se puede lixiviar en solución acuosa, en ácidos o en álcalis fuertes. Sin embargo, se puede lixiviar en soluciones acuosas que contienen un ligando complejante (cianuro, CN^- ; cloruro, Cl^- ; bromuro, Br^- ; tiocianato SCN^- o tiourea, $\text{CH}_4\text{N}_2\text{S}$; entre otros) y un agente oxidante adecuado [1].

El cianuro (CN^-) forma complejos altamente estables químicamente con el Au de la forma $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ en soluciones alcalinas ($\text{pH} > 10$), por lo que es el lixivante de mayor uso a nivel industrial para tratar los minerales de oro y plata debido a su economía y simplicidad de proceso [2]. Después de la lixiviación de estos minerales auríferos, los complejos son adsorbidos en carbón activado comercial para su recuperación, posterior tratamiento y obtención de Au metálico por cementación con Zn. El proceso muestra una alta eficiencia para la recuperación de $\text{Au}(\text{CN})_2^-$. Sin embargo, la baja selectividad respecto a otras especies tanto aniónicas como catiónicas, la desorción parcial además del alto costo del carbón activado son problemáticas habituales el procesamiento de minerales auríferos [3].

La adsorción es un proceso que ocurre cuando un soluto gaseoso o líquido se acumula en la superficie de un sólido o un líquido (adsorbente), formando una película molecular o atómica (adsorbato) [4]. Este proceso involucra dos tipos de fuerzas: físicas y químicas [5]. Si la interacción entre el adsorbato y la superficie del adsorbente se debe solo a las fuerzas de van der Waals, las moléculas adsorbidas están ligadas débilmente a la superficie. Así, el calor de adsorción es bajo y comparable al calor de vaporización del adsorbato; por lo que un aumento de temperatura disminuiría considerablemente la adsorción [6]. Sin embargo, si las moléculas adsorbidas presentan un intercambio de electrones entre las moléculas de adsorbato y la superficie del adsorbente se tiene como resultado una quimisorción [5]. Dado que se rompen y forman enlaces, el calor de adsorción exhibe valores análogos a los de las reacciones químicas [6]. La adsorción es operativa en la mayoría de los sistemas físicos, biológicos y químicos naturales, y se usa ampliamente en aplicaciones industriales usando más comúnmente carbón activado o resinas sintéticas [4].

El carbón activado es el adsorbente más utilizado [4], siendo un material carbonoso amorfo que exhibe un alto grado de porosidad y un área superficial extensa. Es único y versátil, se usa ampliamente para eliminar olores, colores, sabores y otras impurezas orgánicas e inorgánicas indeseables de las aguas residuales domésticas e industriales, así como en el campo de la hidrometalurgia para la recuperación de oro, plata y otros metales [5].

Debido a que la aplicación de carbón activado ha ido aumentando, su producción ha sido cada vez más demandante. Estos materiales se generan por combustión, combustión parcial o descomposición térmica de una variedad de sustancias carbonosas. Se preparan principalmente por pirólisis a temperaturas inferiores a 1000°C e implica dos etapas: carbonización de la materia prima en una atmósfera inerte y activación del producto carbonizado entre 950 y 1000 °C. En principio, todos los materiales carbonosos se pueden convertir en carbones activados, aunque las propiedades del producto final serán diferentes, dependiendo de la naturaleza de la materia prima utilizada, la naturaleza del agente activador y las condiciones del proceso de activación [5].

La falta de disponibilidad de los principales materiales básicos como el carbón duro, la madera o las cáscaras de coco, ha llevado a analizar otras fuentes como algunas biomásas para determinar si son apropiadas para la producción de carbón activado [7]. Generalmente, estos materiales son desechos agrícolas o biomásas que están disponibles de manera local y de fácil acceso en grandes cantidades, por lo que suelen tener poco valor económico [4]. Así para generar carbón activado se puede utilizar cualquier material de este tipo, con un alto contenido de carbono y bajo contenido de compuestos inorgánicos [8].

La generación de carbón activado a partir de estos residuos ha sido reportada empleando tallos de algodón y paja de arroz [9], que son biomásas sometidas a un proceso de pirólisis bajo atmósfera de nitrógeno u otros gases inertes para romper la reticulación entre los átomos de carbono, seguido de activación en presencia de agentes como el dióxido de carbono o vapor de agua para un mayor desarrollo de poros (activación física). Otras alternativas de activación son el uso de bases fuertes (KOH o NaOH), ácidos fuertes (HNO₃ o H₂SO₄) y algunas sales (K₂CO₃ o ZnCl₂). Dependiendo del tipo de activación se lograrán propiedades como porosidad, área superficial y capacidad de adsorción [10].

El bagazo de agave (BA) es un residuo derivado de la industria tequilera, que a lo largo de los años se ha ido acumulando debido a la alta producción de tequila y productos derivados del agave [11]. Es un material poroso constituido principalmente por fibras y recubierto por un material llamado matriz, que es el encargado de dar la estructura central al agave [12]. Está constituido principalmente por lignina, celulosa y hemicelulosa [13], que le aportan un contenido de carbono de 38.72% [14]. Por otro lado, el contenido de azufre (0.37%) y nitrógeno (0.54%) son menores en comparación con el carbón mineral. Además, esta biomasa ha mostrado excelente capacidad de adsorción de metales pesados como Pb(II), Cd(II) y Zn(II) de medios acuoso [14]. Por lo que las propiedades del bagazo de agave muestran que este residuo agrícola es un candidato adecuado para ser utilizado como precursor para la preparación de carbón activado.

1.1 Objetivos

1.1.1 Objetivo general

Obtener un carbón activado a partir de bagazo de agave con capacidad de adsorción de complejos aniónicos de $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ de medios acuosos.

1.1.2 Objetivos particulares

- Evaluar las condiciones de preparación de carbón activado como temperatura y activación química a partir de biomasa (bagazo de agave).
- Caracterizar la morfología, tamaño de partícula, área superficial y porosidad del carbón activado preparado.
- Estudiar capacidad de adsorción de complejos de $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ de los carbones activados a partir de bagazo de agave preparados a diferentes condiciones.

1.2 Justificación

Debido al aumento de la demanda de metales preciosos como el oro, existe una creciente necesidad de procesar minerales auríferos para su obtención. Para ello, se requieren de insumos como el

carbón activado que representan un alto costo. Por lo que se busca un procedimiento para la preparación del carbón activado con propiedades similares al comercial a partir un desecho agroindustrial como el bagazo de agave. Debido a las propiedades de esta biomasa como su composición elemental, porosidad, capacidad de adsorción, etc. es una fuente renovable que podrá ser usada para la producción de carbón activado.

La principal motivación de este proyecto radica en la necesidad de obtener un carbón activado a partir de biomasa con características favorables como buena área superficial y una alta porosidad, para su posterior aplicación en procesos de adsorción de $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ provenientes de lixiviados minerales a diferentes condiciones, obteniendo así resultados competitivos con el carbón activado comercial y ofreciendo una alternativa más amigable con el medio ambiente a un costo más asequible.

1.3 Hipótesis

El bagazo de agave que es un residuo agrícola con contenido moderado de carbono, bajo contenido de azufre y nitrógeno, así como de cenizas, podrá ser utilizado para la elaboración de carbón activado. La porosidad de sus fibras promoverá una elevada área superficial junto con la activación con K_2CO_3 o ZnCl_2 . El proceso de activación sumado a la elevada capacidad de adsorción de las fibras de bagazo de agave generará sitios preferentes para la adsorción de complejos aniónicos $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ en medios acuosos.

1.4 Metas científicas

- Obtener un carbón activado con área superficial en un rango de $500 \text{ m}^2/\text{g}$ a $1000 \text{ m}^2/\text{g}$.
- Obtener un rendimiento de preparación superior a 25%.
- Obtener un carbón activado que sea capaz de adsorber complejos de $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ con una capacidad de 10 mg/g .

CAPÍTULO 2. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

2.1 Procesamiento de minerales auríferos.

A lo largo de los años la hidrometalurgia ha sido una fuerza dominante en el procesamiento de minerales de oro y plata; siendo la cianuración el método más importante para el tratamiento de estos metales preciosos, tanto así, que desde su descubrimiento, las modificaciones que ha sufrido han sido mínimas en virtud de su simplicidad, eficiencia y valor económico [2,14].

El primer paso en el proceso de cianuración consiste en triturar y moler el mineral hasta un tamaño en el que las partículas de oro se liberan. La molienda se realiza en una suspensión húmeda del mineral, generalmente a una baja densidad de sólidos (5-15%) y en circuito cerrado. El producto molido se espesa entre un 30- 50% (denominado pulpa) para posteriormente pasar al proceso de lixiviación con cianuro [2]. El segundo paso consta en introducir al oxidante en la pulpa (generalmente O_2 en forma de aire comprimido) con la finalidad de oxidar el oro del estado metálico al estado de Au(I) y generar condiciones hidrodinámicas necesarias para mantener la pulpa en suspensión al entrar en contacto con el cianuro. Finalmente el tercer paso consiste en separar la solución de lixiviación del mineral agotado en oro, para su posterior purificación [2].

Se debe considerar que anteriormente era posible obtener una buena liberación de oro solo con triturado y molienda adecuada de la roca. El procesamiento del mineral molido mediante separación gravimétrica y cianuración generalmente resultaba en recuperaciones superiores al 90% [2]. Sin embargo, al aumentar la demanda de este metal precioso se vio en la necesidad de prestar atención a la recuperación de oro a partir de minerales refractarios o de soluciones desechadas, ocasionadas por estos procedimientos [16] ya que, en general de los 1.5-1.8 m³ de solución aurífera por tonelada hasta el 2% del oro lixiviado se puede perder en el residuo de lixiviación final. Por lo que estas soluciones se someten a diferentes tratamientos de separación y purificación como: precipitación utilizando polvo de zinc, extracción con disolventes (hexanol; metil-iso-butilcetona, MIBK; di-n-butilcetona; tri-butilfosfato, TBP; mezcla de óxidos de fosfina, Cyanex®921), intercambio iónico y adsorción con carbón activado [16] el cual se ha utilizado con éxito en los

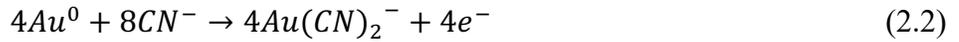
procesos de carbón en pulpa (CIP) o carbón en lixiviación (CIL) que serán descritos más adelante [17].

2.2 Mecanismo de lixiviación

La química de la disolución de oro en medio de cianuro esencialmente es un proceso electroquímico, que se lleva a cabo por medio de la reacción que se muestra a continuación [2]:

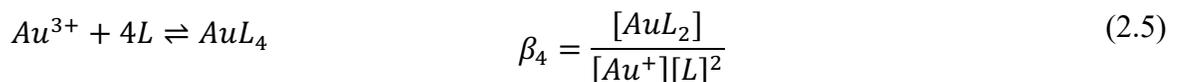
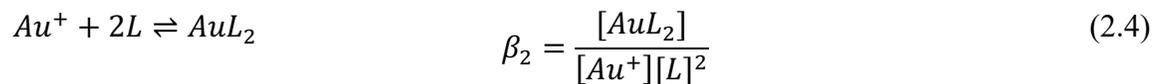


Esta reacción consta de dos semireacciones, la reacción anódica implica la oxidación de Au^0 a $Au(I)$ y va acompañado de la reducción catódica del O_2 en la superficie del oro [2]:



Si bien se pueden emplear diferentes agentes lixiviantes (cloruro, Cl^- ; bromuro, Br^- ; tiocianato SCN^- o tiourea, CH_4N_2S ; entre otros) en combinación con oxidantes como H_2O_2 , O_3 o $Fe(III)$ [15], el hecho de que el oxígeno sea un oxidante accesible y eficaz para el oro en solución de cianuro, incluso a concentraciones bajas, puede atribuirse a la enorme estabilidad del ion dicianourato $Au(CN)_2^-$ [2].

En la Tabla 2.1 se pueden apreciar diferentes agentes lixiviantes que se han propuesto, así como sus constantes de estabilidad de formación de complejos β_2 y β_4 en medio acuosos, para $Au(I)$ y $Au(III)$, respectivamente. De forma general, las reacciones de formación de complejos para los diferentes estados de oxidación del Au, se representan como sigue:



Donde L, representa al agente lixivante, AuL₂ y AuL₄ representan los complejos formados en solución durante la lixiviación con Au(I) y Au(III), respectivamente; mientras que el subíndice de la constante β indica el número de ligantes implicados en la reacción, siendo de 2 para Au(I) y de 4 para Au(III).

Tabla 2.1 Constantes de estabilidad de formación de complejos (β_2 y β_4) para la selección de complejos de Au(I) y Au(III) [2].

Lixivante		Complejo Au(I)	β_2	Complejo Au(III)	β_4
Cianuro	CN ⁻	$Au(CN)_2^-$	2×10^{38}	$Au(CN)_4^-$	1×10^{56}
Tiosulfato	(S ₂ O ₃) ²⁻	$Au(S_2O_3)_2^{3-}$	5×10^{28}	-	-
Tiourea	SC(NH ₂) ₂	$Au(SC(NH_2)_2)_2^+$	2×10^{23}	-	-
Yoduro	I ⁻	AuI_2^-	4×10^{19}	AuI_4^-	5×10^{47}
Tiocianato	SCN ⁻	$Au(SCN)_2^-$	1.3×10^{17}	$Au(SCN)_4^-$	1×10^{42}
Bromuro	Br ⁻	$AuBr_2^-$	1×10^{12}	$AuBr_4^-$	1×10^{32}
Cloruro	Cl ⁻	$AuCl_2^-$	1×10^9	$AuCl_4^-$	1×10^{26}

Se tiene una constante β_2 igual a 2×10^{38} para Au(I) mientras que la β_4 es de 2×10^{56} para Au(III). Al comparar estas constantes, con las reportadas para otros agentes lixiviantes, se puede observar que son mucho mayores. La constante de estabilidad del complejo de Au(CN)₂⁻ tiene desde 29 hasta 10 órdenes de magnitud más que el resto de agentes lixiviantes, lo que ilustra aún más el por qué es el agente más utilizado en la industria de extracción de oro [1]. A medida que el orden de magnitud disminuye en la constante de estabilidad, los complejos formados con Au(I) y Au(III) son menos estables, lo que provoca que sea necesario aumentar la concentración del lixivante, causando altos costos y problemas ambientales [2].

Otra de las ventajas con las que cuenta la lixiviación con cianuro, es el hecho de que la reacción tiene lugar en un ambiente alcalino, normalmente en un rango de 10.5-11 el cual es necesario para evitar la formación de HCN (gas altamente nocivo) y al no ser una solución corrosiva, se pueden utilizar materiales más baratos en la construcción de una planta [2].

El proceso de carbón en pulpa (CIP) o carbón en lixiviación (CIL) obtuvieron gran éxito y su aplicación se esparció con gran rapidez después de su descubrimiento, convirtiéndose en los procesos preferidos en la industria del oro [2], debido a la gran capacidad de adsorción del carbón activado. Para este tipo de sistemas, se logran capacidades de adsorción de 300-20,000 g Au/ton carbón activado, dependiendo de las condiciones empleadas logrando un factor de concentración de 1000-1500 [18].

El procesamiento de minerales auríferos por CIP (Figura 2.1) consiste en una cascada de tanques conectados entre sí, en los cuales se pone en contacto directo la pulpa obtenida del lixiviado y el carbón activado a contracorriente [18]. De este modo, el complejo de aurocianuro se adsorbe fácilmente sobre el carbón activado y cuando la pulpa sale del último tanque de la cascada de adsorción, la concentración de oro en la fase acuosa es lo suficiente baja (0.001-0.02 mg/L) para limitar las pérdidas [18].

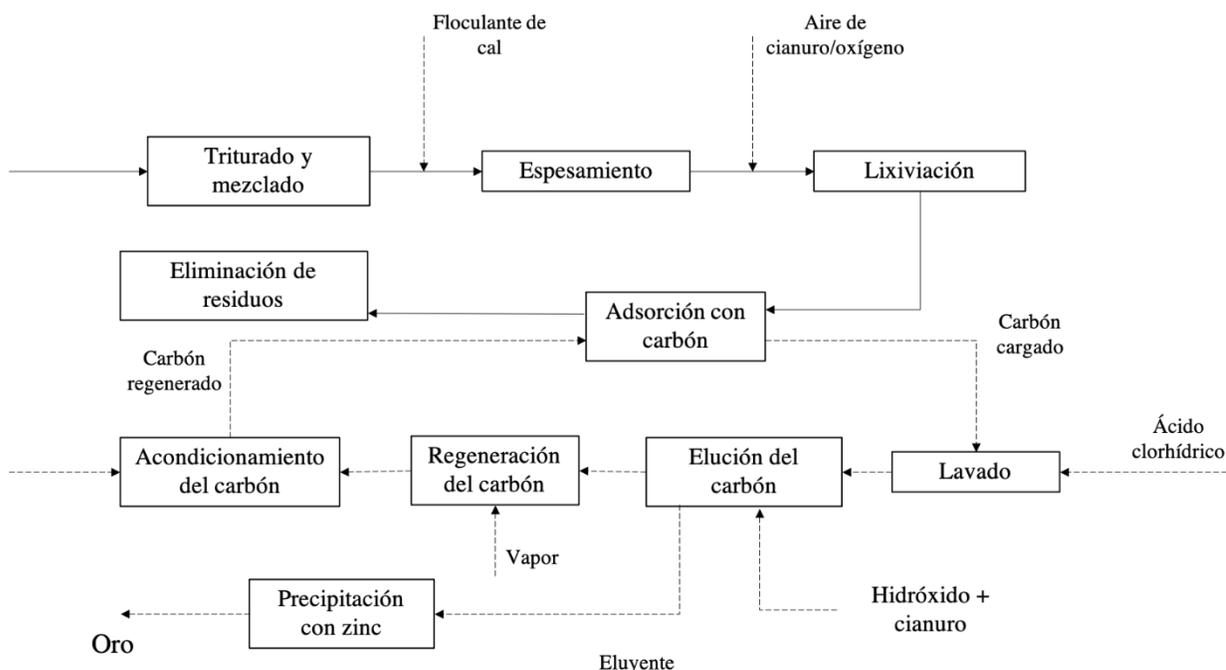


Figura 2.1 Esquema del proceso CIP (Proceso de carbón en pulpa) [18]

Por otro lado, el proceso CIL ilustrado en la Figura 2.2 es una variación del proceso CIP. En éste, el carbón se agrega directamente al circuito de lixiviación para que los procesos de lixiviación y adsorción se lleven a cabo simultáneamente [18].

En ambos casos (CIP y CIL) la recuperación del carbón activado cargado con $\text{Au}(\text{CN})_2^-$, se lleva a cabo por tamizado y es sometido al proceso de desorción o elución para la recuperación de Au. Esta etapa se lleva a cabo con una mezcla de NaOH al 1% y KCN al 0.1% [2]. Finalmente, el carbón activado se somete a un proceso de lavado con HCl y si se requiere a una reactivación. El oro recuperado de la elución es procesado por cementación con Zn metálico y electrodeposición obteniendo Au metálico.

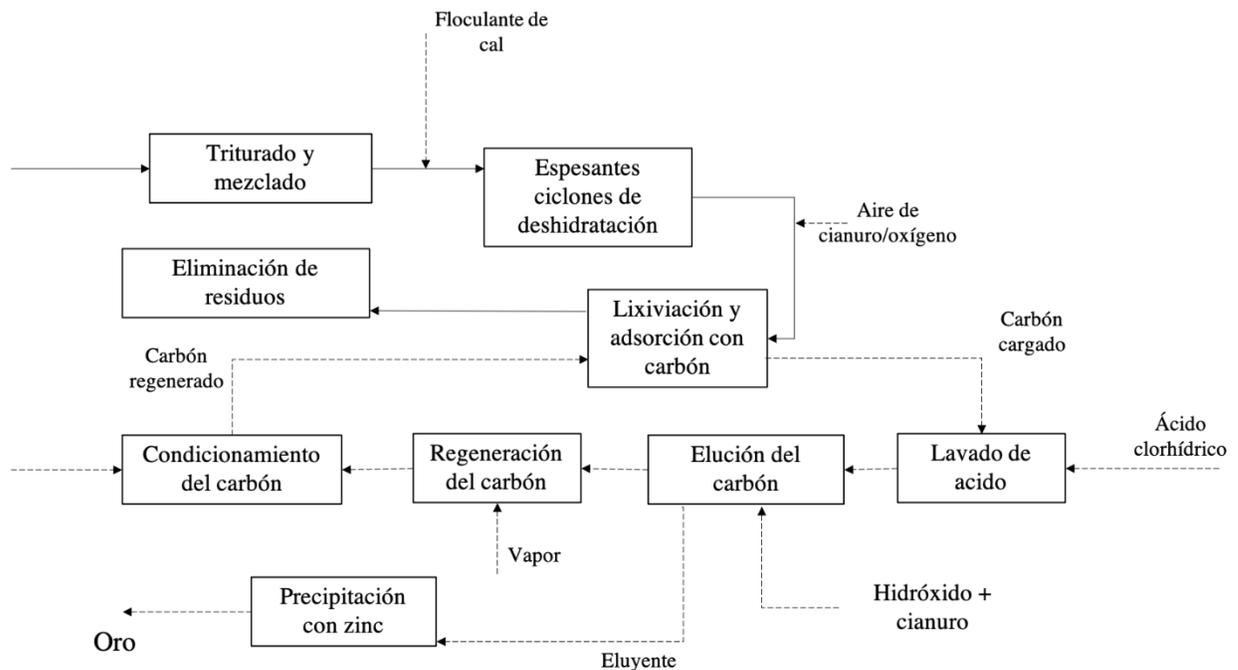


Figura 2.2 Esquema del Proceso CIL (Proceso de carbón en lixiviación) [18]

Como se puede apreciar, el rol del carbón activado en la hidrometalurgia del Au es de gran relevancia para una buena recuperación de este importante metal.

2.3 Carbón activado (CA)

El carbón activado (CA) es un material carbonoso amorfo que exhibe un alto grado de porosidad y un área de superficial extensa. Se obtiene por combustión, combustión parcial o descomposición térmica [5] de madera y cáscara de coco. Es un adsorbente útil y versátil que se utiliza ampliamente para la eliminación de olores, impurezas orgánicas e inorgánicas, pigmentos indeseables en las aguas residuales domésticas e industriales y como se mostró anteriormente en el campo de la hidrometalurgia para la recuperación de oro, plata y otros metales [5].

Generalmente, la composición elemental aproximada de un carbón activado es de 88% C, 0.5 % H, 0.5% N, 1% S y 6 a 7% O, mientras que el resto de los constituyentes corresponden a ceniza. Su superficie específica oscila entre 800 y 1500 m²/g, con una densidad de volumen de poros que se encuentra entre 0.20 y 0.60 cm³/g. Tiene una estructura microcristalina que comienza a agruparse durante el proceso de carbonización, aunque esta difiere de la del grafito. Por lo que se ha dado una clasificación al carbón activado en dos tipos, según su capacidad de grafitización [5]:

- Carbón grafiticante: desarrolla una fuerte reticulación entre los cristales elementales adyacentes orientados al azar, formando una masa rígida e inmóvil con una estructura micro porosa bien desarrollada (Figura 2.3a)
- Carbón no grafiticante: alrededor del 65% del carbono está dispuesto en capas de grafito mientras que el resto está desordenado, la estructura con fuertes reticulaciones se ve favorecida por la presencia de oxígeno asociado o por la insuficiencia de hidrógeno en la materia prima original (Figura 2.3b)

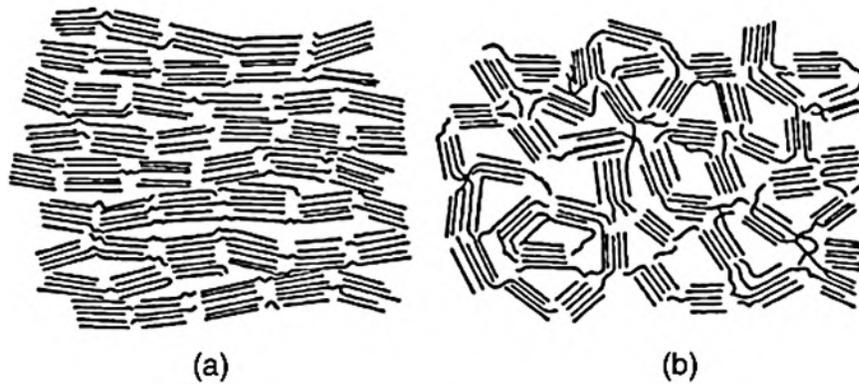


Figura 2.3 Estructura del carbón activado: (a) grafítico y (b) no grafítico [5].

La estructura porosa desarrollada durante el proceso de carbonización crece aún más durante el proceso de activación, el cual también realza el volumen y agranda el diámetro de los poros. Estos últimos se dividen en tres grupos [5]:

- Microporos: tienen dimensiones efectivas inferiores a 2 nm, una densidad de volumen de poros de 0.15 a 0.70 cm³/g y no presentan condensación capilar. Su área superficial se encuentra entre 100 y 1000 m²/g [19].
- Mesoporos: poseen dimensiones efectivas en el rango de 2 a 50 nm, su volumen generalmente varía entre 0.1 y 0.2 cm³/g y presentan condensación capilar. Los valores de área superficial tiene valores en un rango de 10-100 m²/g [19].
- Macroporos: tienen radios efectivos mayores a 50 nm, densidad de volumen de poros entre 0.2 y 0.4 cm³/g y actúan como canales de transporte del adsorbato hacia los micro y mesoporos. El área superficial de los macroporos se encuentra entre 0.5 y 2 m²/g [19].

Cada uno de estos grupos de poros juega un papel importante en el proceso de adsorción, así como la estructura cristalina. Así, los carbones altamente grafitados con una superficie homogénea y predominante en planos basales será menos reactivos que aquellos que presentan una estructura amorfa [5].

2.4 Preparación de carbón activado a partir de biomásas

El carbón activado puede ser obtenido de una amplia variedad de materias primas de origen animal, mineral y vegetal [10]. Por lo tanto, muchos tipos de residuos agrícolas o biomasa son utilizados como precursores para la producción de este material carbonoso, ya que suelen tener un alto contenido de celulosa y lignina [20] así como un buen porcentaje de carbono total [10], lo que los hace precursores ideales para la elaboración de carbón activado. Las principales ventajas de usar este tipo de residuos es el bajo costo [4], están disponibles de manera local, son de fácil acceso en grandes cantidades, y su uso es limitado en actividades rentables [21], lo que ha provocado su acumulación generando problemas ambientales. Así, para generar carbón activado a partir de biomásas se puede utilizar cualquier material de este tipo, con un alto contenido de carbono y bajo contenido de compuestos inorgánicos [8].

Entre los residuos agrícolas empleados para la preparación de carbón activado se encuentran: mazorcas de maíz, huesos de aceituna, bagazo de azúcar, huesos de melocotón, cáscara de arroz [21], cáscara de coco [22], semilla de acaí, entre otros. En la Tabla 2.2 se muestra la composición de algunas biomásas incluyendo el contenido de celulosa, hemicelulosa y lignina, mientras que en la Tabla 2.3 se condensan el contenido elemental, humedad, cenizas y volátiles [10]. Se puede observar que los residuos agrícolas, presentan rangos amplios de contenido de celulosa que se encuentran entre 0.52% y 42.16%, valores reportados para cáscara de coco y bagazo de caña de azúcar, respectivamente. En cuanto a la hemicelulosa, el mayor contenido de este componente está reportado para el caparazón de coco, mientras que el mayor contenido de lignina se tiene para la cáscara de palma. Este componente suele ser la más estable a elevadas temperaturas.

Los porcentajes de carbono contenidos en los diferentes residuos agrícolas es muy variado, encontrándose en un rango de 34.22% y 59.31% de acuerdo con la información contenida en la Tabla 2.3. Como se mencionó anteriormente, un elevado contenido de carbono es importante en la generación de carbón activado. Durante la activación que es llevada a cabo a temperaturas elevadas, los componentes volátiles promoverán la transformación de la biomasa en CO₂, CO e H₂ [23], provocando una pérdida de masa, mientras que el carbón fijo asegurará la generación de compuestos sólidos [23]. Por lo que, es deseable un contenido bajo de volátiles y el mayor

porcentaje de carbón fijo posible. Así, de la Tabla 2.3, el menor contenido de volátiles corresponde a la cáscara de yuca.

Tabla 2.2 Composición porcentual de celulosa, hemicelulosa y lignina de diversas biomásas que han sido empleadas en la preparación de carbón activado [10].

Biomasa	Celulosa (%)	Hemicelulosa (%)	Lignina (%)
Cáscara de palma	29.0	47.7	53.4
Caparazón de coco	19.8	68.7	30.1
Cáscara de almendra	32.5	25.5	24.8
Cáscara de nuez	40.1	20.7	18.2
Podado de árbol de almendra	33.7	20.1	25
Hueso de olivo	30.8	17.1	32.6
Manejo de cáscara de plátano	8.3	21.23	19.06
Vaina de fruta <i>Delonix Regia</i>	13.9	24.13	23.36
Semilla de granada	26.98	25.52	39.67
Cáscara de coco	0.52	23.70	3.54
Mazorcas de cacao	41.92	35.26	0.95
Vaina de nuez de cola	38.72	40.41	21.29
Cáscara de plátano maduro	13.87	15.07	1.75
Cáscara de plátano verde	10.15	11.38	1.75
Pulpa de manzana	16	16	21
Pulpa de ciruela	6.5	14.5	39
Hueso de ciruela	23	20	49
Madera blanda	36	18.5	30.5
Bagazo de caña de azúcar	42.16	36	19.30

Tabla 2.3 Análisis elemental y proximal de residuos agrícolas que han sido empleados en la preparación de carbón activado [10].

Residuo agrícola	C (%)	H (%)	N (%)	S (%)	O (%)	Humedad (%)	Cenizas (%)	Volátiles (%)
Bamboo	43.8	6.6	0.4	0	-	-	3.9	80.6
Caparazón de coco	48.63	6.51	0.14	0.08	44.64	8.21	0.1	73.09
Cáscara de almendra	50.50	6.60	0.20	0.01	42.69	10	0.6	80.30
Hueso de olivo	44.80	6	0.1	0.01	49.09	10.40	1.4	74.40
Cáscara de durian	39.30	5.90	1	0.06	53.74	11.27	4.84	-
Vaina de fruta <i>Delonix Regia</i>	34.22	4.50	1.94	0.42	58.91	0.22	2.80	92.03
Bagazo de caña de azúcar	47.3	6.2	0.3	-	46.2	6.2	0.90	-
Bagazo	41.55	5.55	0.03	-	52.86	-	6.2	83.3
Cáscara de arroz	36.52	4.82	0.86	-	41.10	-	16.7	67.5
Cáscara de yuca	59.31	9.78	2.06	0.11	28.74	11.4	0.3	59.4
Tallo de arroz	40.79	7.66	1.17	0.49	49.89	14.17	14.93	66.33

Hay dos opciones de tratamiento para la preparación de carbón activado, físico o químico y en ambos se favorecen diferentes propiedades en el carbón activado resultante [10]. En el tratamiento físico, el precursor es carbonizado en una primera etapa seguido de una de activación con vapor de agua o dióxido de carbono mientras que en el procedimiento químico los precursores son impregnados por un agente activador para después pasar por un proceso de calentamiento en atmósfera inerte [10]. La activación química ha mostrado más ventajas que la activación física, ya

que se puede realizar en una sola etapa, necesita temperaturas más bajas para llevarse a cabo y produce mejores rendimientos en el carbón activado final (denominado *burn-off*) [10]. Sin embargo, otros factores pueden influir en la calidad del carbón obtenido, tal como la naturaleza de la biomasa (composición y morfología), las condiciones de preparación (temperatura y tiempo) así como el agente activador [20].

La Tabla 2.4 condensa los diferentes tipos de biomásas, condiciones de obtención de carbón activado y las áreas superficiales resultantes para el caso de activación física y activación química. En el caso de la activación química, para la hoja de anguina se llevó a cabo una precarbonización a 200 °C para posteriormente carbonizar la biomasa a 600 °C bajo un flujo de N₂ y con ZnCl₂ como agente activador. Taslim y col. [24] reportó un área superficial de 477.5 m²/g y un tamaño de poro que oscila entre 0.153 μm y 0.303 μm, esta formación de poros está influenciada por el agente activador, el cual provoca una gran liberación de oxígeno e hidrógeno en la biomasa. Por otro lado, para el carbón activado obtenido de cáscara de coco, no fue necesario implementar precarbonización y la temperatura de activación se evaluó de 200 a 700 °C. Mozammel y col. [25] reportaron una disminución del rendimiento de carbón activado a 700 °C utilizando ZnCl₂ como agente activador, mientras que para el caso de cáscara de coco con activadores de NaOH y KOH empiezan a mostrar una disminución de rendimiento a partir de los 650 °C.

Por otra parte, la semilla de acaí se carbonizó a 600 °C con atmósfera de N₂ y con KOH como activador, los resultados de área superficial fueron de 549-2775 m²/g y el tamaño de poro de 1-5 nm. Para la torta de semilla de ricino la temperatura de carbonización fue de 600 °C mientras que la temperatura de activación se evaluó en 400 y 800 °C obteniendo áreas superficiales entre 76.04 y 310.94 m²/g y tamaños de poro entre 2.75-4.17 nm, el agente activador utilizado fue H₃PO₄ [21].

La cáscara de café se carbonizó a 450 °C con H₃PO₄ como agente activador, consiguiendo un área superficial de 504-705 m²/g y un rendimiento (*burn off*) de 51.98-56.28 % [26], por otra parte, para la cáscara de macadamia se obtuvo un área superficial de 500-1400 m²/g, un tamaño de poro de 1.84-2.41 nm y un rendimiento (*burn off*) de 50-75 %, con temperatura de carbonización de 800 °C, temperaturas de activación en un rango de 800-1000 °C y ZnCl₂, H₃PO₄, KOH como agentes activadores [27]. Otra biomasa empleada ha sido el hueso de durazno llevando a cabo el proceso

de activación por medio de $ZnCl_2$ y H_3PO_4 , a temperaturas de carbonización de 300-800 °C. Como resultado del tratamiento, se obtuvo un área superficial de 923 m²/g y un rendimiento (*burn off*) de 50-84 % [28].

En el caso de la activación física, para la cáscara de cacahuate se realizó una carbonización a diferentes temperaturas (300, 400 y 500 °C). Se obtuvieron diferentes distribuciones de poro así como distintos tamaños [29]. Por otra parte, Siruru y col. [30] reportaron la preparación de carbón activado a partir de los residuos de sagú. El rango obtenido de tamaño de poro se encuentra entre 1.185-7.24 nm, así como un área superficial entre 1.47 y 160.10 m²/g, a una temperatura de carbonización de 400 °C.

En cuanto al rango de tamaño empleado, se han reportado rangos muy amplios como se puede apreciar en la Tabla 2.4, dependiendo del tipo de materia prima y la activación ya sea química o física.

Tabla 2.4 Condiciones de preparación de carbón activado a partir de biomásas.

Biomasa	Tamaño de partícula	Condiciones de carbonización	Temperatura de activación (°C)	Activador	Área superficial (m ² /g)	Burn-off, (%)	Tamaño de poro	Ref.
Hoja angsana	<53 μm	Precarbonización 200 °C Carbonización 600 °C/N ₂	850	ZnCl ₂	477.513	-	0.153-0.303 μm	[24]
Cáscara de coco	2-3.5 mm	400-600 °C	200-700	ZnCl ₂	-	-	-	[25]
Semilla de acaí	0.250 mm	600 °C/N ₂	130-850	KOH	549-2775	-	1-5 nm	[31]
Cáscara de coco	1-2 cm	500 °C	85-90	KOH y NaOH	-	-	-	[20]
Torta de semilla de ricino	-	600 °C	400 800	H ₃ PO ₄	76.04-310.94	-	2.75-4.17 nm	[21]
Cáscara de café	<1 mm >2 mm	450 °C	-	H ₃ PO ₄	504-705	51.98-56.28	-	[26]
Cáscara de cacahuete	-	300 °C 400 °C 500 °C	-	-	-	-	-	[29]
Residuos de sagú	0.25-0.40 mm	400 °C	-	-	1.47-160.10	-	1.185-7.24 nm	[30]
Cáscara de macadamia	-	800 °C	800-1000	H ₃ PO ₄ ZnCl ₂ KOH	500-1400	50-75	1.84-2.41	[27]
Hueso de durazno	-	300 -800 °C	-	H ₃ PO ₄ ZnCl ₂	923	50-84	-	[32]

2.5 Caracterización de carbones activados

Después de la carbonización y/o activación se requiere de una caracterización del carbón activado resultante que permita conocer el grado de activación y sus propiedades [19, 27, 28]. Para ello, técnicas como difracción de rayos X (DRX), microscopía electrónica de barrido (MEB), espectroscopía infrarroja (FTIR), espectroscopía Raman, área superficial y el índice de yodo han sido empleadas para evaluar la calidad de los carbones activados.

2.5.1 Difracción de rayos X (DRX)

La difracción de rayos X se utiliza para determinar las propiedades estructurales de los biocarbones así como para evidenciar la parte amorfa de los materiales carbonosos [29]. Taslim y col. [24] reportaron dos picos que se ensanchan a 22 y 44° cuando se obtiene un carbón activado a partir de las hojas de angana (Figura 2.4a). Esto se debe a que esta biomasa produce un carbón con estructura amorfa. El mismo comportamiento amorfo se reportó por Tsolele y col. [3] para el caso de cáscara de macadamia mostrando picos en 24, 37 y 44° (Figura 2.5b). En el caso del carbón activado preparado a partir de cáscara de cacahuate y coco, Tun y col. [29] reportaron un pico de difracción dominante ubicado en $2\theta = 20^\circ - 30^\circ$ (Figura 2.4c) que al igual que los autores anteriores, reveló la presencia de una estructura amorfa [29]. En el caso de cáscara de arroz (Figura 2.4d), Mai Tung y col. [33] mencionaron que se pueden atribuir dos picos de difracción típicos a valores 2θ de 22.5 y 43° que son reflexiones de los planos cristalinos (0 0 2) y (1 1 0) del grafito, respectivamente. Finalmente, Márquez y col. [34] mencionan que la muestra original (aserrín de pino) es de naturaleza amorfa y no se observaron picos de 20 a 80°, pero que se observan picos agudos cuando se mezcla aserrín de pino con el agente activador y que es correspondiente a una muestra más cristalina (Figura 2.4e).

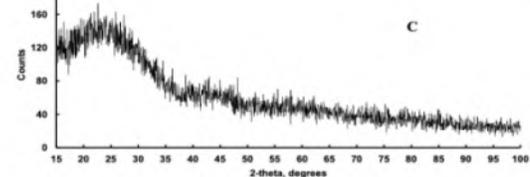
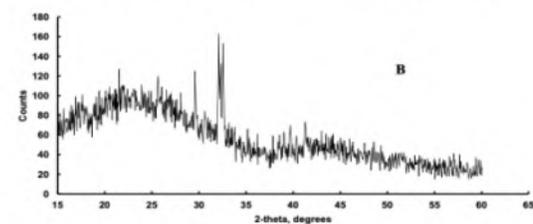
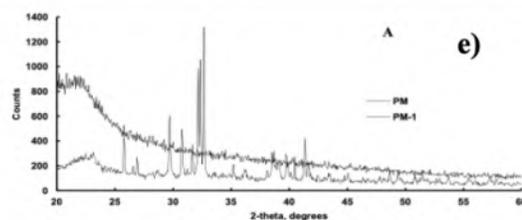
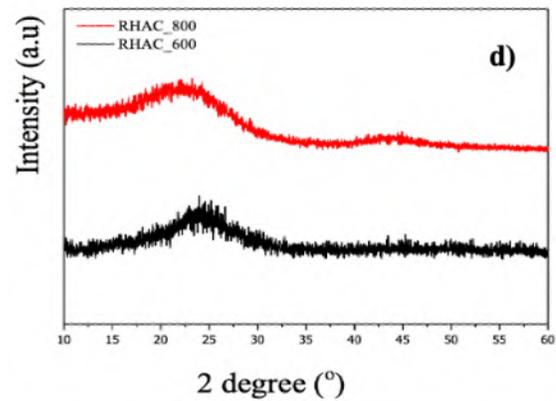
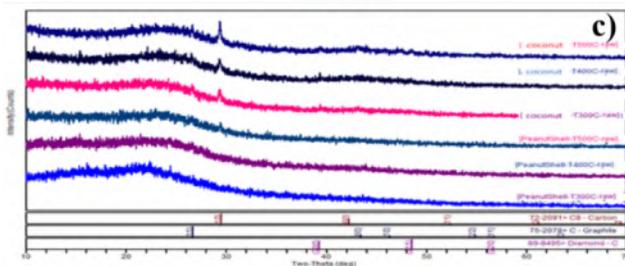
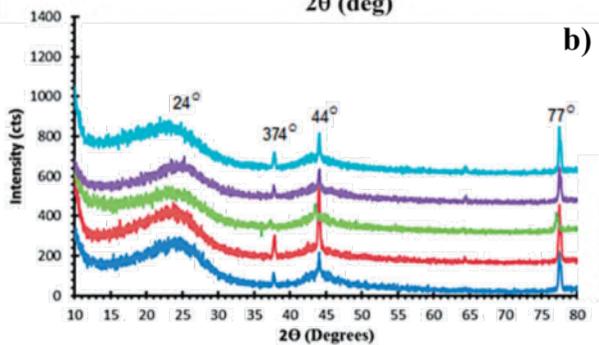
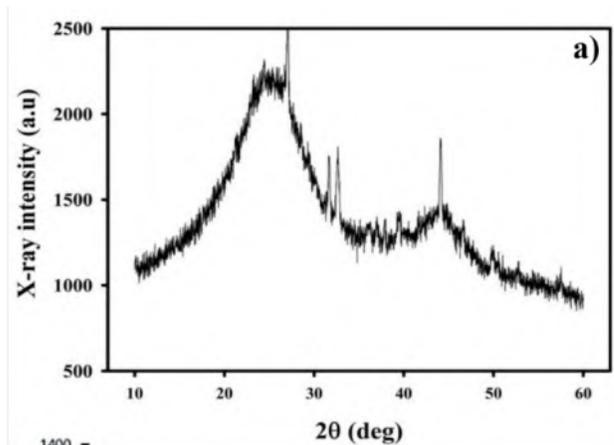


Figura 2.4 Patrones de difracción de carbones activados a partir de diferentes biomásas: a) hoja de angusana a 850 °C y $ZnCl_2$ 1 mol/L [24], b) cáscara de macadamia a 700 °C; 20, 40 y 55% de HNO_3 [3], c) cáscara de cacahuate y coco a 300, 400 y 500 °C [29], d) cáscara de arroz a 600 y 800 °C; proporción 1:2 de K_2CO_3 [33] y e) aserrín de pino a 500 y 800 °C [34].

2.5.2 Microscopía electrónica de barrido (MEB)

Con la finalidad de conocer la morfología del carbón activado, se ha empleado la microscopía electrónica de barrido (MEB), la cual ofrece una alta resolución en las muestras a examinar [29]. Kokora y col. [26] reportaron las micrografías de la Figura 2.5, donde se observa que el incremento en el tamaño de poro se favorece con un aumento en la concentración del agente activador debido a que hay una mayor liberación de oxígeno e hidrógeno después del contacto con $ZnCl_2$ lo que favorece el desarrollo de porosidad.

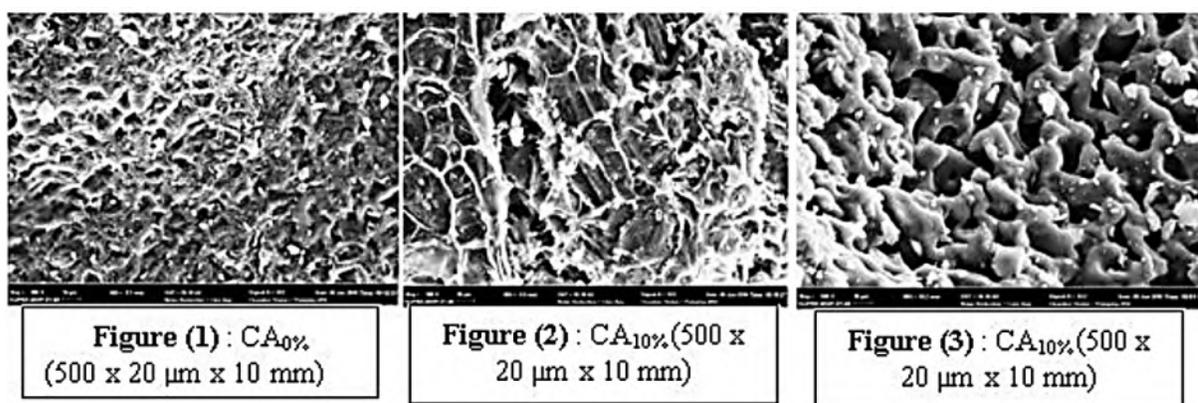


Figura 2.5 Micrografías de carbones activados obtenidos a partir de cáscara de café con diferente contenido de $ZnCl_2$ como activador (1) 0%, (2) 10% y (3) 30% [26].

Tun y col. [29] observaron y reportaron poros más grandes en el caso de carbón obtenido de la cáscara de coco que con el de cáscara de cacahuate a una temperatura elevada (Figura 2.6).

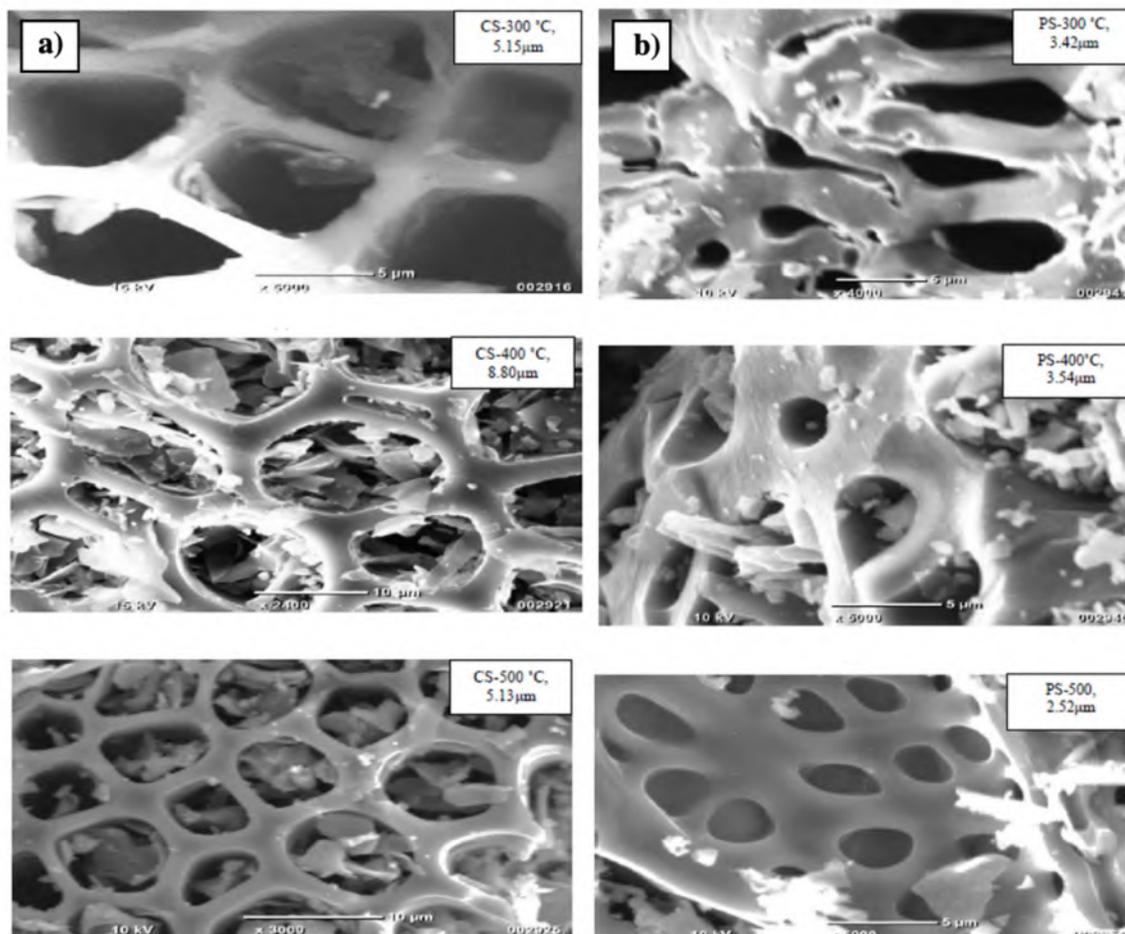


Figura 2.6 Micrografía de carbón activado obtenido a partir de a) cáscara de coco a 300, 400 y 500 °C; b) cáscara de cacahuate a 300, 400 y 500 °C [29].

Por otro lado, Jamnongkan y col. [35] han reportado la preparación de carbón activado a partir de desechos de cáscara de durian tratado con KOH como activador y tratado en un rango de 400 a 800 °C. Los autores propusieron tres diferentes condiciones de tratamiento, en la Figura 2.7 se presentan los resultados obtenidos. El primer tratamiento consistió en la carbonización de la biomasa a 600 °C por 3 horas en ausencia de activador (Char); el segundo corresponde a la biomasa carbonizada con dos etapas sucesivas de activación a 400 °C por 1 hora seguida de otra a 600 °C por 3 horas (DH3), mientras que el tercero corresponde a las etapas de activación de a 400 °C por 1 hora seguido de otra a 800 °C por 3 horas (DH5). Los autores encontraron que el carbón activado

resultante tiene una estructura porosa con apariencia rugosa y que el tamaño de los poros disminuye con el incremento de la temperatura de activación.

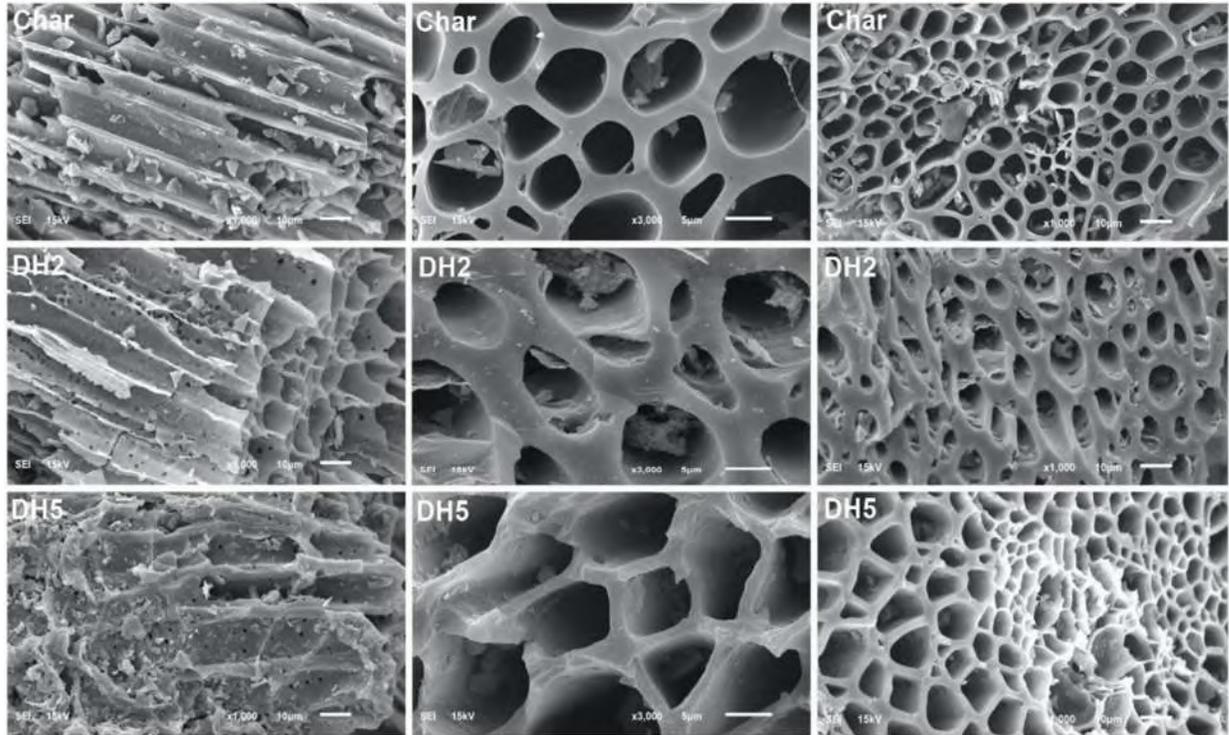


Figura 2.7 Micrografías de carbones activados preparados a partir de cáscara de durian: Char, biomasa carbonizada a 600°C por 3 horas; DH3, biomasa carbonizada con activación a 400 °C por 1 hora y a 600 °C por 3 horas en presencia de KOH; DH5, biomasa carbonizada con activación a 400 °C por 1 hora y a 800 °C por 3 horas [35].

En cuanto al carbón activado modificado con varios activadores (HNO_3 , NaOH , KMnO_4 y FeSO_4) Deng y col. [36] mostraron la morfología de la muestras de la Figura 2.8a) a d) en donde se observan poros más prominentes y estructuras irregulares en el carbón activado modificado con respecto a carbón activado inicial (Figura 2.8 e).

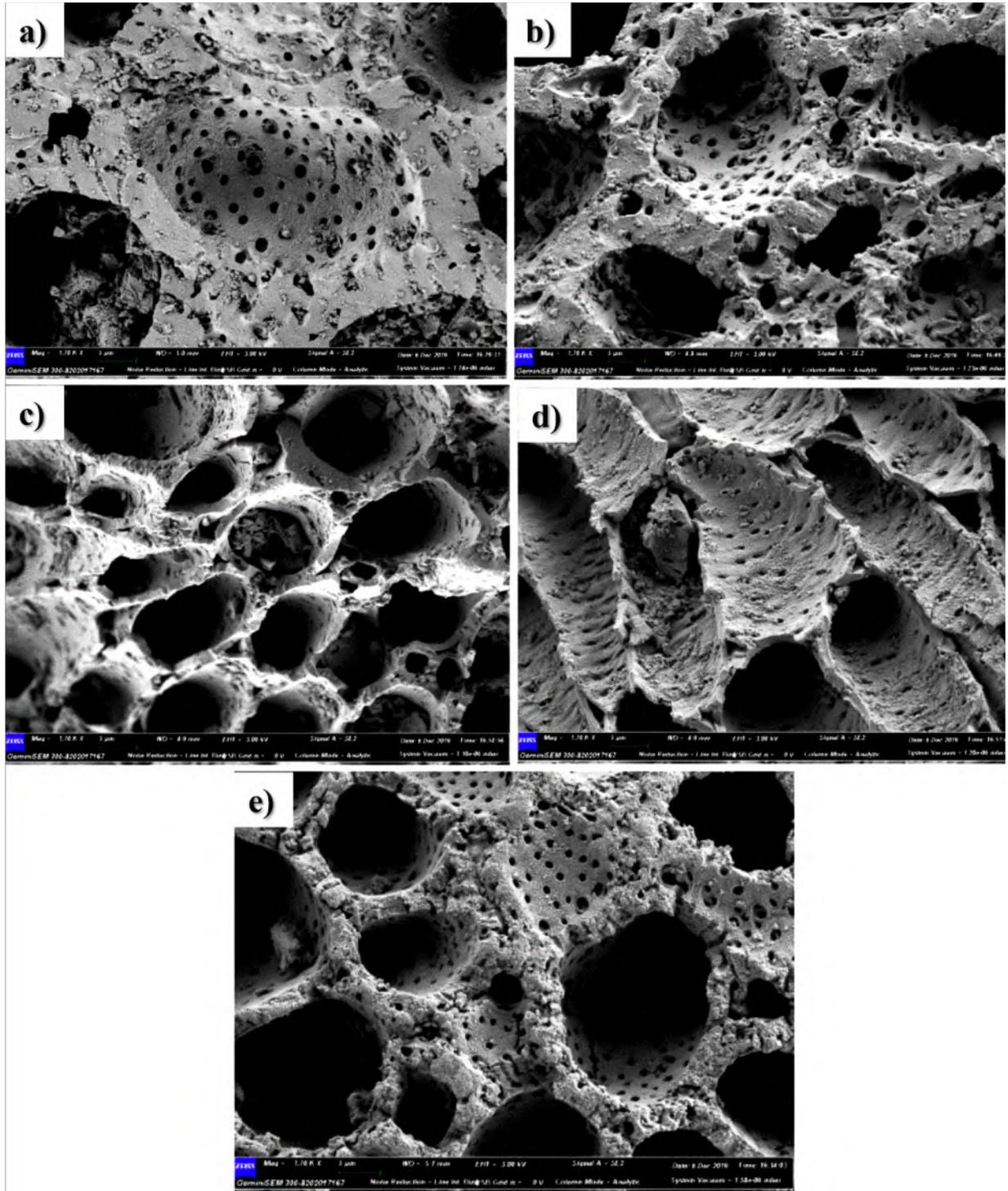


Figura 2.8 Micrografías de carbones activados modificados con: a) HNO_3 , b) NaOH , c) KMnO_4 , d) FeSO_4 y e) sin modificador [36].

Finalmente, estudios recientes de Basheer y col. [37] reportaron una distribución homogénea del tamaño de los poros en la superficie de fibras de palma, formando una estructura de panal para cuando la biomasa es carbonizada y posteriormente activada con KOH como agente activador a una temperatura entre 700 °C (Figura 2.9).

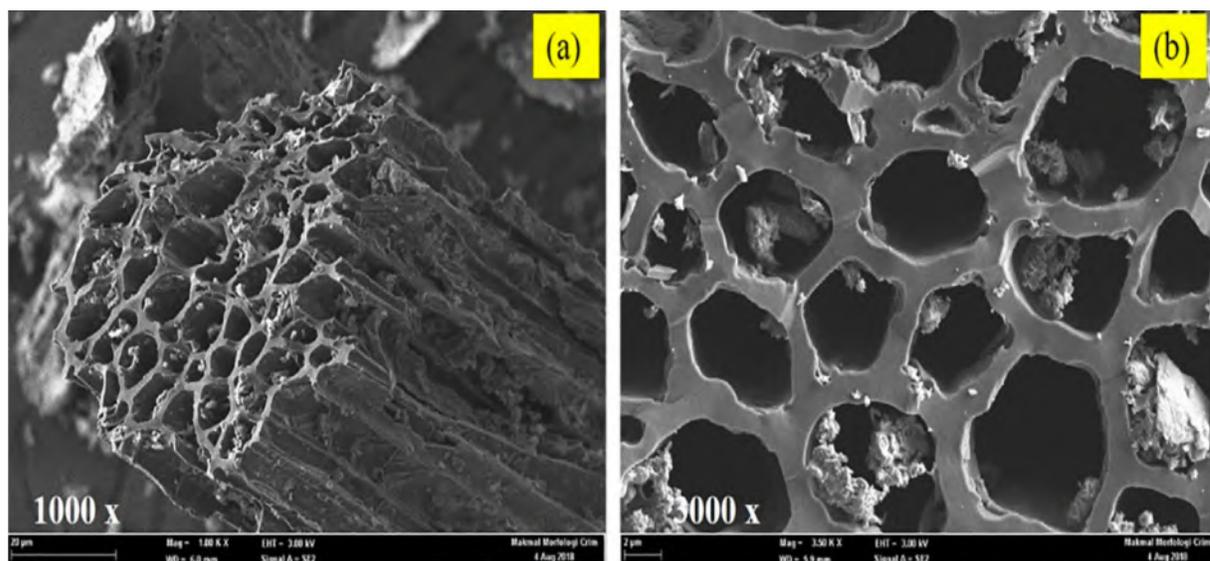


Figura 2.9 Micrografía de carbón activado obtenido a partir de fibra de palma con KOH a 700 °C a diferentes magnificaciones [37].

2.5.3 Espectroscopía infrarroja (FTIR)

La espectroscopía infrarroja (FTIR) es una técnica muy útil para identificar los grupos funcionales que se encuentran presentes en el material. Tun y col. [29] reportaron cambios en bandas características relacionadas a los grupos oxigenados que dan evidencia de la activación del carbón preparado a partir de cáscara de coco y cacahuete con vibraciones de estiramiento de los enlaces O-H, C-H, C=O y C=C. La presencia de bandas entre 3000 cm^{-1} y 3300 cm^{-1} están asociadas a materiales con propiedades de adsorción fuertes [29]. Por su parte, Siruru y col. [30] relacionaron cambios similares para el carbón obtenido a partir de residuos de sagú (SPW, médula y SBW, corteza). Los cambios en el espectro son atribuidos al tipo de proceso de activación, pirólisis (PC) o activación hidrotérmal (HTC). Los cambios evidentes se relacionan con los enlaces C=C, -CH₃, -CH₂ y O-H (Figura 2.10a). Para la semilla de acaí se reportó que la banda en 1700 cm^{-1} es atribuida

al estiramiento vibracional de C-O de los ácidos carboxílicos o cetonas mientras que la de 1600 cm^{-1} corresponde al estiramiento de C-O, enlace de grupo carbonilo (Figura 2.10b) [31].

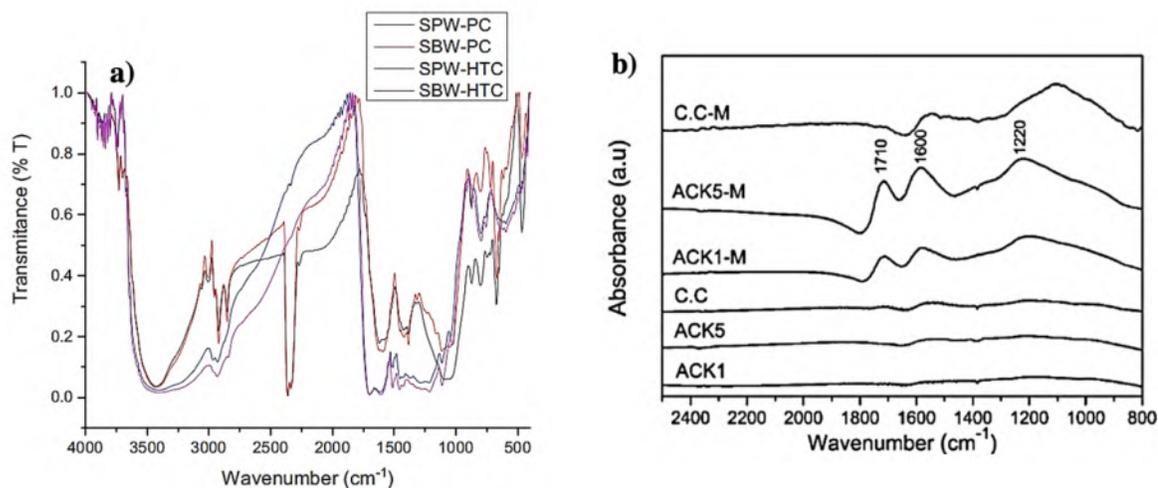


Figura 2.10 Espectros de infrarrojo FTIR para carbones activador a partir de a) residuos de corteza (SBW) y médula (SPW) de sagú mediante un proceso de pirólisis (PC) o hidrotermal (HTC) [30], b) semilla de acaí a 850 °C y relación de activador 1:1(ACK1) y 1:5(ACK5) [31].

2.5.4 Espectroscopía Raman

Esta técnica ha sido ampliamente utilizada para evidenciar el grado de grafitización de carbones activados [31]. Los espectros obtenidos por Queiroz y col. [31] mostrados en la Figura 2.11 presentaron dos bandas típicas, la primera a 1580 cm^{-1} es la denominada banda G, y la segunda a 1340 cm^{-1} , corresponde a la banda D.

La banda G surge de los átomos de carbono grafiticos con hibridación sp^2 que corresponden al modo vibratorio de la red de grafito con la simetría E_{2g} . La banda D surge debido a la disposición desordenada y la baja simetría de la red de grafito. La obtención de valores bajos de la relación de intensidades de las bandas antes mencionadas (I_D/I_G) se relaciona con bajos defectos estructurales lo que asegura mayor estabilidad de carbón activado.

Scapin y col. [38] reportan para la cáscara de arroz dos bandas anchas bien definidas centradas en 1347 cm^{-1} y 1585 cm^{-1} , que corresponden a las bandas D y G, respectivamente. El tamaño de cristalito encontrado fue de $7.5 \pm 1.7\text{ nm}$, mostrando un pequeño número de porciones cristalinas en el biocarbón.

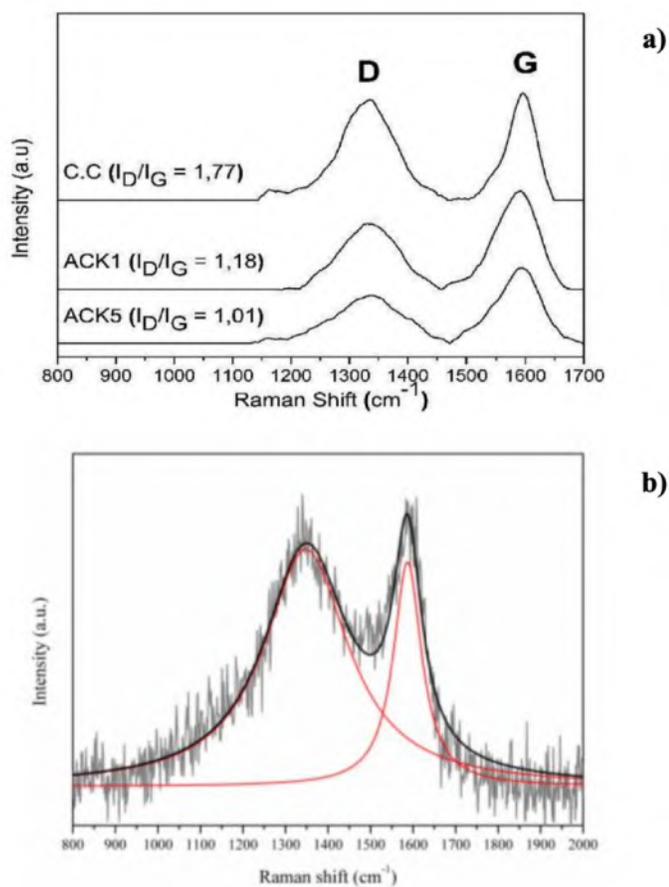


Figure 2.11 Espectros Raman de carbón activado obtenido de a) semillas de acaí con diferentes relaciones de activador KOH/biomasa, ACK1 (1:1) y ACK5 (5:1) así como su comparación con un carbón activado comercial (C.C.) [31], b) cáscara de arroz usando K_2CO_3 como activador [38].

2.5.5 Área superficial

El análisis de superficie BET permite obtener el área superficial y el diámetro de poro del material a analizar. Yalcin y col. [32] reportaron un valor de 923 m²/g en el carbón obtenido de hueso de durazno en un rango de 300-800 °C y ZnCl₂ como agente activador. Ferreira y col. [21] obtuvieron un valor de 76.04-310.94 m²/g para el caso de carbón activado a partir de torta de semilla de ricino pirolizado a 800 °C y 40% de H₃PO₄. Finalmente Xian Fa y col. [39] muestran un valor de 1799.8 m²/g a una temperatura de 900 °C y K₂CO₃ para la pirólisis de la planta de lirio. Este parámetro es de gran relevancia ya que permite comparar las características de los carbones activados a partir de biomasa con el carbón activado comercial.

2.5.6 Índice de yodo

El índice de yodo relaciona la capacidad de adsorción de yodo (I₂) por el carbón activado y se emplea para valorar este tipo de materiales debido a que el yodo es una molécula pequeña capaz de adsorberse en una monocapa. Su medición se realiza en base a los métodos estándar reportados por la ASTM [40]. El resultado se relaciona directamente con los sitios activos para la adsorción de aniones y con el tipo de poros generados predominantes durante la carbonización y activación. Por lo que este parámetro es de gran interés para este proyecto.

Algunos autores han reportado valores 939 mg I₂/g para cáscara de avellana pirolizada a 600 °C sin agente activador, 1200 mg I₂/g para hueso de durazno pirolizado en un rango de 300-800 °C con ZnCl₂ como agente activador y de 474 mg I₂/g hasta 706 mg I₂/g para cáscara de coco [18, 29]. Mozammel y col. [25] encontraron que el índice de yodo aumentó con el incremento de temperatura durante la activación, debido a la creación de poros suplementarios y superficie interna (Figura 2.12). No obstante, a bajas temperaturas, la activación es limitada debido a la poca porosidad del carbón, a pesar un rendimiento mayor (*burn off*) ya que se pierde menor masa.

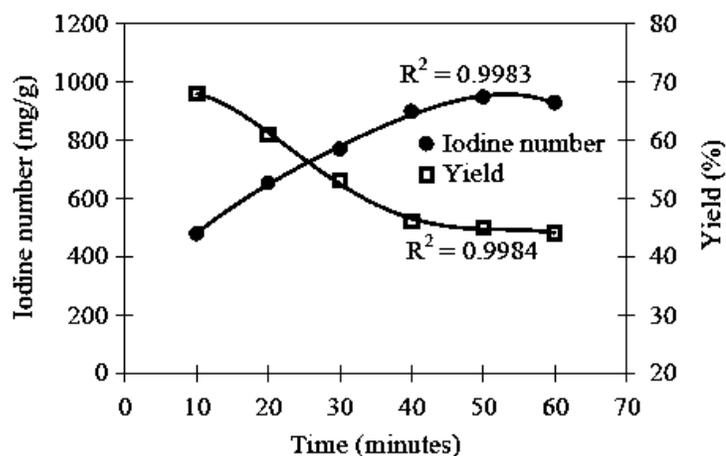


Fig. 2. Effect of time on the activation and yield.

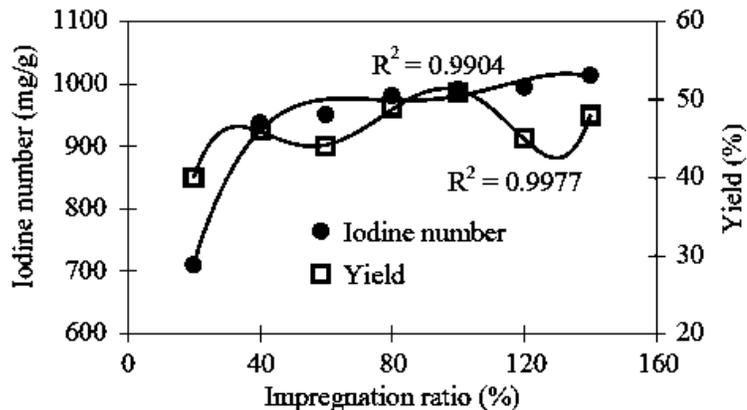


Figura 2.12 Índice de yodo del carbón activado preparado a partir de la cáscara de coco en función del tiempo de activación y del contenido de activador $ZnCl_2$ (relación de impregnación) [25]

Mianowski y col. [41], evaluaron el comportamiento del valor del índice de yodo para diferentes muestras de carbones activados y relacionaron su área superficial, encontrando que el índice de yodo se relaciona de forma lineal con el área superficial como se muestra en el Figura 2.13. Un alto coeficiente de correlación entre el área superficial BET y el índice de yodo se cumple para carbones activados cuyo valor de índice de yodo se encuentra entre 200 y 850 mg I_2/g , lo que da una precisión de 10 mg I_2/g que corresponde a 10 m^2/g . Para valores superiores de índice de yodo

la precisión se disminuye. Esta correlación hace que el índice de yodo sea un método más simple y accesible en comparación con el método BET.

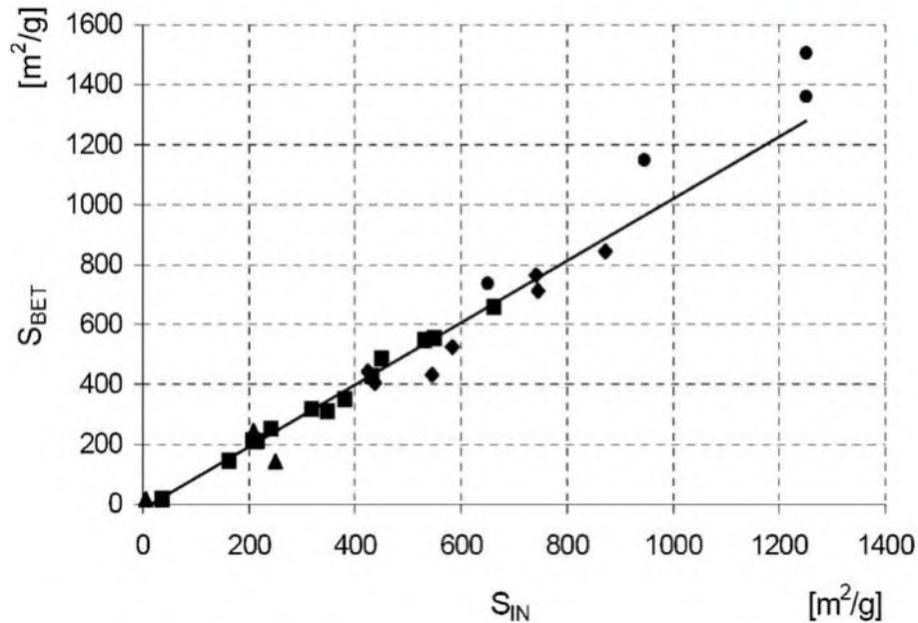


Figura 2.13 Correlación entre el área superficial BET y el índice de yodo para diferentes muestras de carbones activados [41].

2.6 Bagazo de Agave

El bagazo de agave es un residuo derivado de la industria tequilera, con el paso del tiempo este desecho ha causado problemas de acumulación debido a la alta producción de tequila y sus derivados [42]. Para el 2022 se ha tenido un registro de 1,060.1 miles de toneladas de agave para la producción de tequila y se estima que el 40% del agave procesado se convierte en bagazo de agave [12,33] lo que se traduce en un problema ambiental debido a que su degradación es muy lenta y requiere eliminarse por quema [44]. La Figura 2.14 muestra una gráfica del consumo de agave utilizado en la industria tequilera a través de los años.

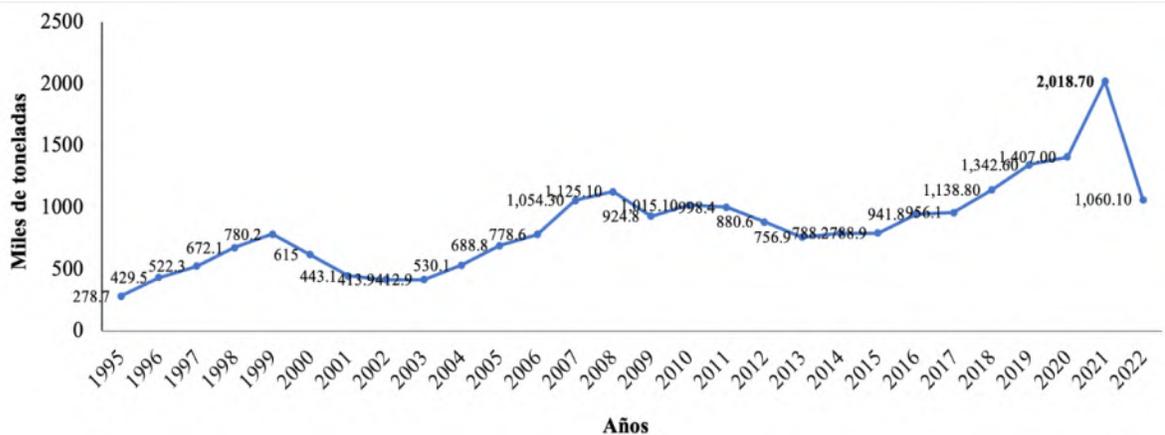


Figura 2.14 Consumo anual de agave para la producción de tequila [42].

El bagazo de agave es una biomasa porosa formada principalmente por fibras y recubierto por un material llamado matriz, el cual es el encargado de dar la estructura central al agave [12]. Está constituido principalmente por celulosa, hemicelulosa y lignina [13], componentes importantes en el proceso de preparación de carbón activado [20].

La Figura 2.15 muestra la estructura de una fibra de bagazo de agave, al igual que la distribución de sus componentes.

El bagazo de agave está conformado por un 38.72% de carbono (Tabla 2.5) lo que lo hace un buen candidato para la elaboración de carbón activado, sin mencionar la alta rigidez que la lignina le otorga y la cual es crucial en el proceso de carbonización. Contiene además un 31% de carbón fijo mientras que el contenido de materia volátil es de 51.26% [14].

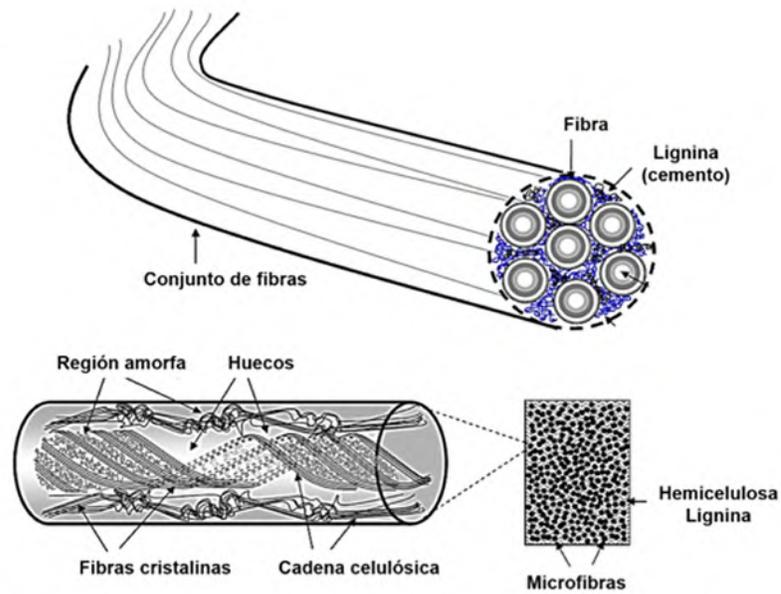


Figura 2.15 Estructura de una fibra de bagazo de agave [45].

Tabla 2.5 Porcentaje elemental y análisis proximal del bagazo de agave [14].

Elemento	Porcentaje (% peso)	Componente	Porcentaje (% peso)
Carbono	31.50	Humedad	11.25
Oxígeno	54.56	Materia volátil	51.26
Hidrógeno	5.8	Carbón fijo	31.00
Nitrógeno	0.54	Compuestos extraíbles	17.33
Azufre	0.37	Cenizas	6.50

Debido al proceso de obtención de tequila el bagazo de agave también cuenta con diferentes compuestos denominados extraíbles que pueden influir en las propiedades y calidad del producto final, estos se dividen en orgánicos e inorgánicos [46]. Los compuestos orgánicos extraíbles están constituidos principalmente por ácidos orgánicos, azúcares simples, oligosacáridos, almidón, fructanos, pectina, β -glucanos, lípidos y proteínas [47]. El bagazo de agave contiene 7% de azúcares reductores, los cuales son generados durante el proceso de fermentación que tuvo el agave

al elaborarse el tequila; adicionalmente contiene un cierto porcentaje de grasas, minerales y pectinas mostrados en la Tabla 2.6.

Tabla 2.6 Contenido de compuestos extraíbles reportados para el bagazo de agave [48].

Compuestos Extraíbles	Porcentaje (% peso)
Grasas	1
Minerales	6
Pectinas	1
Azúcares reductores	7

El bagazo de agave como material adsorbente, ha mostrado tener una elevada capacidad de adsorción de iones metálicos como Pb(II), Cd(II) y Zn(II) de medios acuosos ligeramente ácidos [49]. Por lo que, aunado a sus características antes mencionadas, este residuo es un excelente candidato para la preparación de carbón activado. Es importante remarcar que no se han encontrado reportes para el uso de esta biomasa para la adsorción de especies aniónicas como el $\text{Au}(\text{CN})_2^-$.

2.7 Capacidad de adsorción de carbones activados de residuos agrícolas

Diferentes residuos agrícolas han sido empleados para la elaboración de carbón activado y su posterior aplicación en la adsorción de complejos aniónicos $\text{Au}(\text{CN})_2^-$. Dentro de estos residuos se pueden mencionar la cáscara de macadamia, el hueso de durazno, la cáscara de avellana, la cáscara de coco, mazorca de maíz y racimo de palma (Ver Tabla 2.7).

El carbón activado a partir de cáscara de macadamia con HNO_3 como agente activador mostró una capacidad de adsorción de 9.30 mg/g con un tiempo de contacto de 5 horas, agitación de 150 rpm y una cantidad de carbón activado de 4 g/L [3]. Respecto a la cáscara de durazno modificada con ZnCl_2 , se alcanzó una adsorción de 10 mg/g empleando un tiempo de contacto de 24 h con una agitación de 100 rpm y una cantidad de carbón de 4 g/L [28]. Para el carbón obtenido de la cáscara de avellana se obtuvieron valores de 31 mg/g después de 8 horas de contacto [32]. Por otro lado para la cáscara de coco Rasoul y col. [50] reportan que la tasa de adsorción más alta fue de 87.11%

a un pH 11, agitación de 40 rpm, 1 g/L y 3 horas de contacto. En cuanto a la mazorca de maíz Quiáo Xiong y col. [51] reportan una adsorción del 98% con 2 horas de contacto y 25 °C en condiciones optimizadas. Finalmente para el racimo de palma se alcanzó un 55% de adsorción con un tiempo de contacto de 2.5 horas un pH 10 y 60 rpm [52].

Tabla 2.7 Condiciones de adsorción de $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ en carbones activados preparados a partir de biomásas.

Biomasa	Condiciones de preparación	Relación S/L	$[\text{Au}(\text{CN})_2^-]$ (mg/L)	Tiempo de adsorción (horas)	Agitación (rpm)	Capacidad de adsorción q (mg/g)	Porcentaje de adsorción (%)	Ref.
Cáscara de macadamia	CO_2 800-1000 °C	4g/L	5.5	8	150	9.30	74	[3]
Hueso de durazno	ZnCl_2 300-800 °C	0.1-2 g/150 mL	10	2	100	10	100	[28]
Cáscara de avellana	650 °C	-	100	8	-	31	90	[32]
Cáscara de coco	-	1.25 g/L	4	3	40	2	87.11	[50]

Relación S/L: relación sólido a líquido.

Como se puede inferir de la información antes mostrada, la adsorción de $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ en diferentes carbones activados generados de biomasa es moderada siendo además muy lenta requiriendo incluso varias horas para llevarse a cabo.

CAPÍTULO 3. DESARROLLO EXPERIMENTAL

En esta sección se describe la metodología experimental que fue empleada para el desarrollo del presente proyecto de investigación y que se encuentra esquematizados en la Figura 3.1.

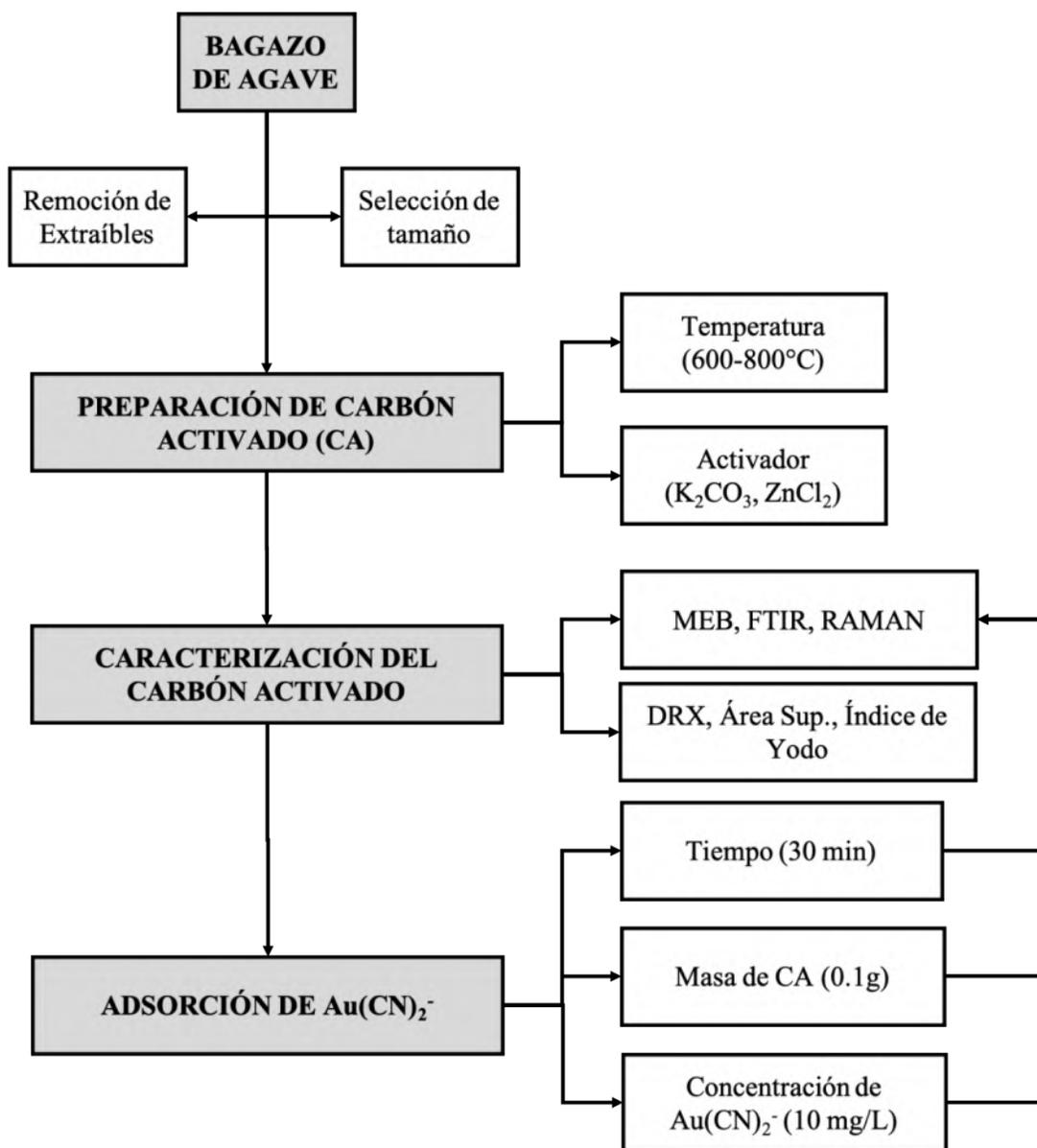


Figura 3.1 Diagrama del desarrollo experimental del proyecto incluyendo preparación de carbón activado a partir de bagazo de agave, caracterización y la adsorción de $\text{Au}(\text{CN})_2^-$.

3.1 Materiales y reactivos

El bagazo de agave empleado en este proyecto se obtuvo del estado de Jalisco. Una vez recibido, se secó en una mufla a 80 °C por 60 minutos para evitar su descomposición. Como se mostró en la sección 2.6, el bagazo de agave contiene compuestos extraíbles derivados de la fermentación del agave y es importante su eliminación dejando sólo celulosa, hemicelulosa y lignina, para tener un control en la composición durante el proceso de obtención del carbón activado. Para ello, el bagazo de agave se sometió a un proceso de remoción de estos compuestos extraíbles de acuerdo a los métodos estándar [53]. Para ello, se colocó el bagazo de agave en un cilindro de papel filtro, el cual fue introducido en un equipo de extracción Soxhlet. Se colocó acetona (Química Meyer, grado analítico) como medio de extracción en el matraz y se mantuvo la agitación magnética, controlando la temperatura en el intervalo 60 y 70 °C, durante 120 minutos. Posteriormente, se lavó tres veces con agua destilada caliente hasta eliminar los residuos de acetona. Fue secado en una mufla Lindberg/Blue M (Thermo Scientific) a 110 °C por 120 minutos. El bagazo de agave, denominado bagazo libre de extraíbles ya seco fue sometido a una clasificación por tamaño de partícula, seleccionando tamaños >800 µm con un tamiz No. 24. Para esto último, se colocó en una tamizadora marca Retsch, Modelo AS-200 con amplitud de 1 mm/g por un intervalo de tiempo de 10 minutos.

Los activadores utilizados en este proyecto fueron carbonato de potasio, K_2CO_3 y cloruro de zinc, $ZnCl_2$ (Química Meyer) preparados en 10, 30 y 60 % en peso para cada activador. Para ello, se pesaron las cantidades apropiadas del compuesto en una balanza analítica AB135-S (Metler-Toledo) y posteriormente se diluyeron usando agua destilada antes de ponerse en contacto con el bagazo libre de extraíbles.

3.2 Preparación de carbón activado a partir de bagazo de agave

Para la preparación del carbón activado se emplearon las condiciones indicadas en la Tabla 3.1, realizando experimentos en ausencia y en presencia de activador.

Tabla 3.1. Condiciones de preparación de carbones activados a partir de bagazo de agave.

Carbón activado	Activador	Concentración de Activador (% en peso)	Temperatura de pirólisis (°C)
CA-400°C	Sin activador	-	400
CA-600°C		-	600
CA-800°C		-	800
CA-K ₂ CO ₃ -10%-400°C	K ₂ CO ₃	10	400
CA-K ₂ CO ₃ -30%-400°C		30	400
CA-K ₂ CO ₃ -60%-400°C		60	400
CA-K ₂ CO ₃ -10%-600°C		10	600
CA-K ₂ CO ₃ -30%-600°C		30	600
CA-K ₂ CO ₃ -60%-600°C		60	600
CA-K ₂ CO ₃ -10%-800°C		10	800
CA-K ₂ CO ₃ -30%-800°C		30	800
CA-K ₂ CO ₃ -60%-800°C		60	800
CA-ZnCl ₂ -10%-400°C	ZnCl ₂	10	400
CA-ZnCl ₂ -30%-400°C		30	400
CA-ZnCl ₂ -60%-400°C		60	400
CA-ZnCl ₂ -10%-600°C		10	600
CA-ZnCl ₂ -30%-600°C		30	600
CA-ZnCl ₂ -60%-600°C		60	600
CA-ZnCl ₂ -10%-800°C		10	800
CA-ZnCl ₂ -30%-800°C		30	800
CA-ZnCl ₂ -60%-800°C		60	800

En el primer caso, el bagazo de agave libre de extraíbles se colocó en un crisol de alúmina en un horno tubo Eurotherm 3216 y se pirolizó a 400, 600 y 800 °C durante 1 hora con un flujo de nitrógeno (N₂) y a una velocidad de calentamiento de 5 °C/min.

Para preparar los carbones activados en presencia activador, el bagazo de agave libre de extraíbles se mezcló con las soluciones de reactivos activadores (K₂CO₃, o ZnCl₂) a la concentración requerida (10, 30 o 60 % peso) durante 24 horas, bajo agitación continua de 250 rpm, con la finalidad de favorecer la interacción entre la biomasa y la solución activadora. Después el bagazo de agave libre de extraíbles impregnado de activador, se separó de la solución para ser sometida a un proceso de secado a 110 °C durante 5 horas, para eliminar el contenido de humedad y posteriormente se llevó al proceso de pirólisis a las temperaturas de 400, 600 y 800 °C durante 1 hora con un flujo de nitrógeno (N₂) y a una velocidad de calentamiento de 5 °C/min. Posteriormente, la muestra se dejó enfriar hasta temperatura ambiente.

Para la eliminación de las impurezas de los carbones activados preparados a partir de bagazo de agave, se realizó un lavado bajo condiciones reportadas [54]. La muestra pirolizada se lavó varias veces con agua destilada caliente, y finalmente con agua destilada fría hasta un pH del filtrado neutro. A continuación, el carbón activado fue puesto en ebullición con una disolución de HCl de 1 mol/L a reflujo para eliminar las impurezas y reducir la cantidad de cenizas. Luego, se lavó varias veces con agua destilada caliente, y finalmente con agua destilada fría hasta que no se detectaron iones de cloruro. Finalmente se secó a 110 °C durante 24 horas. Todas las muestras de carbón activado se mantuvieron en un desecador hasta su caracterización.

El rendimiento del carbón activado (Y_{CA}) fue calculado como sigue: [54]:

$$Y_{CA} = \frac{w_{CA}}{w_b} \times 100 \quad (3.1)$$

Donde w_{CA} es la masa del carbón activado obtenido mientras que w_b corresponde a la masa de la biomasa.

3.3 Caracterización del carbón activado preparado

La caracterización de los carbones activados obtenidos del bagazo de agave pirolizado sin activador o en presencia de activador, se realizó por difracción de rayos X (DRX), microscopía electrónica de barrido (MEB), espectroscopía infrarroja (FTIR), espectroscopía Raman, análisis de superficie BET e índice de yodo, con la finalidad de conocer la estructura, morfología, los grupos funcionales principales, el grado de grafitización, el área superficial, así como la capacidad de adsorción de especies aniónicas. La metodología seguida para cada caso se describe en las secciones siguientes.

3.3.1 Difracción de rayos X

La caracterización de la biomasa pirolizada y los carbones activados obtenidos se realizó en un difractómetro Bruker, D8 Advance DaVinci con una radiación Cu-K α , en el rango 2θ de 10° a 80° a un paso de 0.020° .

3.3.2 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)

Para examinar la morfología, se utilizó un microscopio electrónico de barrido (MEB) marca JEOL JSM-6400 con detector EDS (espectrometría de dispersión de energía de rayos X) para el análisis elemental de las muestras.

3.3.3 Espectroscopía de Infrarrojo con Transformada de Fourier (FTIR)

Se realizó un análisis por espectroscopía de infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR) en un equipo Bruker, modelo Tensor 27. Las muestras fueron preparadas en pastillas de KBr (Sigma-Aldrich, grado espectroscópico). Los espectros se obtuvieron en un rango de $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$ con resolución de 4 cm^{-1} , para observar las frecuencias de vibración de los grupos funcionales que están presentes en la biomasa pirolizada y los carbones activados obtenidos.

3.3.4 Espectroscopía Raman

La espectroscopía Raman fue usada para evaluar el grado de grafitización de los carbones activados obtenidos. Para ello, el análisis fue realizado en un microscopio Raman DXR de Thermo Fisher Scientific (Laboratorio Nacional de Caracterización de Propiedades Físicoquímicas y Estructura Molecular, LACAPFEM UG-UAA-CONACYT). Para el análisis de las muestras, se utilizó un láser de 455 nm con un objetivo 10X.

3.3.5 Índice de yodo

El índice de yodo fue utilizado para determinar el tipo de porosidad presente en el carbón activado, así como la capacidad de adsorción de aniones. Se siguieron los procedimientos estándar de acuerdo con la norma ASTM D4607-94 [40] para la evaluación de todas las muestras de carbones activados en presencia de activador. Se prepararon disoluciones de yoduro de potasio, KI (Química Meyer) 0.1 N como fuente de yoduro, de yodato de potasio, KIO_3 (Química Meyer) 0.1 N como patrón primario y de tiosulfato de sodio $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (Química Meyer) como valorante en una concentración 0.16 N.

Una masa de 0.1 g de cada uno de los carbones activados obtenidos a las diferentes condiciones mostradas en la Tabla 3.1, se puso en contacto con una disolución de HCl al 5% y se llevó al punto de ebullición por 30 segundos; se dejó enfriar a temperatura ambiente y se le agregó una solución de yodo (I_2) preparada previamente en una concentración de 0.18 N para lograr la adsorción. Posteriormente, la solución fue filtrada a vacío usando membranas Millipore de ésteres de celulosa con 0.22 μm de tamaño de poro promedio. Finalmente, el yoduro remanente en el filtrado fue titulado volumétricamente usando una disolución valorante de tiosulfato de sodio, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.16 N, hasta obtener un color amarillo claro usando almidón como indicador. La cantidad de yodo (I_2) adsorbida expresada en mg por gramo de carbón activado ($\text{mg I}_2/\text{g}$) corresponde al valor del índice de yodo para cada una de las muestras.

3.4 Adsorción de $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ en carbón activado

Para los experimentos de adsorción se empleó una sal de $\text{KAu}(\text{CN})_2$ obtenida de Sigma Aldrich como fuente de complejo aniónico. Se disolvió la cantidad apropiada de reactivo para obtener una

concentración de 10 mg/L del complejo aniónico en medio básico pH = 11 preparado a partir de NaOH (Karal).

Todos los experimentos de adsorción fueron realizados a temperatura ambiente. Se pesaron 0.1 g de carbón activado obtenido de bagazo de agave libre de extraíbles (a las diferentes temperaturas y porcentajes de activador) y se pusieron en contacto con 50 mL de la solución que contiene $Au(CN)_2^-$. Las muestras se mantuvieron en agitación magnética por 30 minutos. Al terminar los experimentos, el carbón activado fue separado por filtración a vacío como fue descrito previamente y la concentración de $Au(CN)_2^-$ en las soluciones acuosas al inicio y después de la adsorción fue determinada por espectroscopía de absorción atómica de flama en un equipo AAnalyst 200 Perkin-Elmer (Departamento de Química, División de Ciencias Naturales y Exactas, Universidad de Guanajuato). Para algunas muestras seleccionadas se evaluó la adsorción del complejo $Au(CN)_2^-$ usando 0.2 g de carbón activado manteniendo el resto de los parámetros constante.

La capacidad de adsorción ($q_{Au(CN)_2^-}$) fue calculada por medio de la ecuación [11]:

$$q_{Au(CN)_2^-} = \frac{([Au(CN)_2^-]_0 - [Au(CN)_2^-]_f) V}{w_{CA}} \quad (3.2)$$

Donde, $[Au(CN)_2^-]_0$ y $[Au(CN)_2^-]_f$ son las concentraciones iniciales y finales del complejo en mg/L respectivamente, V es el volumen de la solución expresado en litros y w_{CA} es la masa del carbón activado obtenido del bagazo de agave empleada para el experimento, en gramos.

El porcentaje de adsorción fue obtenido con la siguiente expresión:

$$\% \text{ de adsorción} = \frac{[Au(CN)_2^-]_0 - [Au(CN)_2^-]_f}{[Au(CN)_2^-]_0} \times 100 \quad (3.3)$$

Adicionalmente, se evaluó la adsorción de $Au(CN)_2^-$ a las mismas condiciones empleando un carbón activado comercial en polvo (Química Meyer) para comparar la eficiencia y capacidad de adsorción de los carbones activados producidos a partir del bagazo de agave.

CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En este capítulo se presentan los resultados obtenidos del proceso de obtención de carbón activado a partir de bagazo de agave realizando la caracterización del producto obtenido por varias técnicas como DRX, MEB, FTIR, Raman e índice de yodo. Finalmente se abordan los resultados obtenidos del proceso de adsorción del complejo $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ en función de las condiciones de preparación del carbón activado y haciendo una comparación con el carbón activado comercial.

4.1 CARACTERIZACIÓN DEL CARBÓN ACTIVADO PREPARADO

4.1.1 Difracción de Rayos X (DRX)

De los resultados obtenidos en el estudio de DRX, la Figura 4.1 muestra los difractogramas del bagazo de agave libre de extraíbles y bagazo de agave libre de extraíbles pirolizado a 400 °C sin ningún agente activador, denominado CA-400°C.

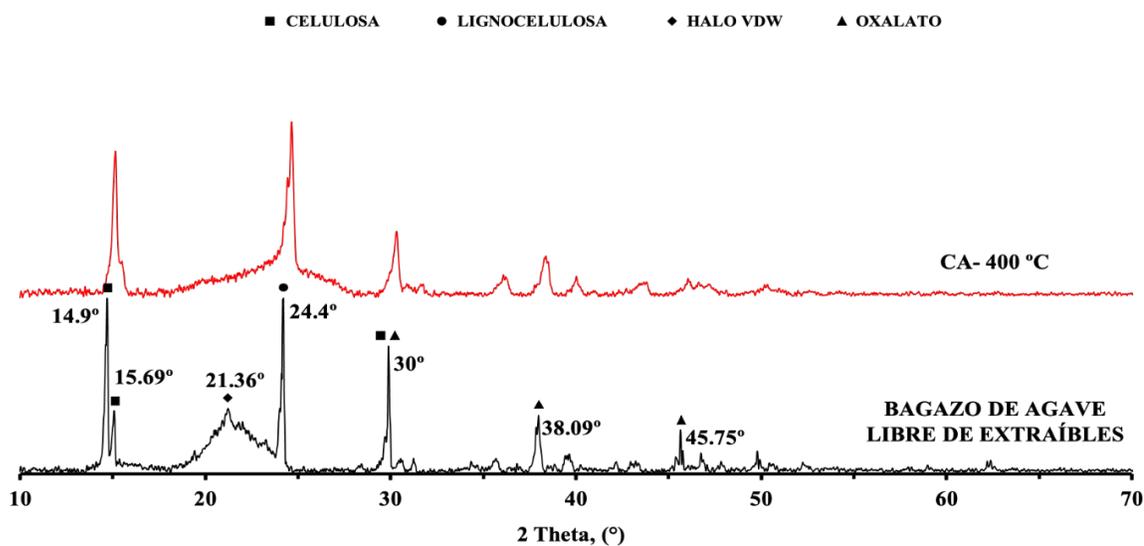


Figura 4.1 Difractogramas del bagazo de agave libre de extraíbles (línea color negro) y bagazo de agave pirolizado a 400 °C sin activador, CA-400°C (línea color rojo).

Para el patrón de difracción del bagazo de agave libre de extraíbles se pueden observar cuatro picos principales. Tres de ellos a 14.9, 15.69 y 30° que corresponden a la celulosa y un pico a 24.4° que está asociado con compuestos lignocelulósicos [11], [55]. Además se logra distinguir un pico ancho a 2θ 21.36° que es conocido como halo de Van der Waals, éste aparece comúnmente en materiales poliméricos y se forma por enlaces de hidrógeno logrando una red cristalina relacionada a la celulosa [11]. Los picos a 2θ 30, 38.09 y 45.75° fueron indexados además como oxalato de calcio monohidratado o whewellita, $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (COD 9000763) el cual se encuentra en diferentes tipos de plantas cactáceas como el bagazo de agave [14]. Este difractograma concuerda con lo reportado por Liñan-Montes y col. [55] y Cholico-González y col. [14].

Respecto al difractograma del bagazo de agave libre de extraíbles después del proceso de pirólisis a 400 °C sin ningún tipo de agente activador, se puede apreciar que los picos correspondientes a 2θ 14.9, 15.69 y 30° relacionados a la celulosa sufrieron ligeras modificaciones, así como el halo de Van der Waals, el cual ya no es visible en el difractograma, lo que indica que la estructura cristalina de la celulosa fue modificada. Los picos correspondientes al oxalato de calcio también se vieron afectados con el proceso de pirólisis, debido a la transformación del oxalato de calcio monohidratado $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ a calcita o carbonato de calcio CaCO_3 y CO que ocurre entre 374 y 419 °C por la reacción 4.1 [56] y que corresponde al rango de temperatura entre el cual fue realizada la pirólisis del bagazo de agave libre de extraíbles.



La Figura 4.2 muestra los difractogramas de los carbones activados obtenidos de bagazo de agave en presencia del K_2CO_3 como activador a concentraciones (10, 30 y 60% en peso) y a diferentes temperaturas de pirólisis (400, 600 y 800 °C). En la Figura 4.2a (para 10% en peso de activador), se puede apreciar que a 400 °C, el difractograma es muy similar al del bagazo de agave (ver Figura 4.1), sin embargo, el halo de Van der Waals sufre modificaciones notorias; de igual forma son notables los cambios en los picos correspondientes a la celulosa, así como los picos a 2θ 48.2 y 49.5° que corresponden a calcita, CaCO_3 (PDF 00-024-0027).

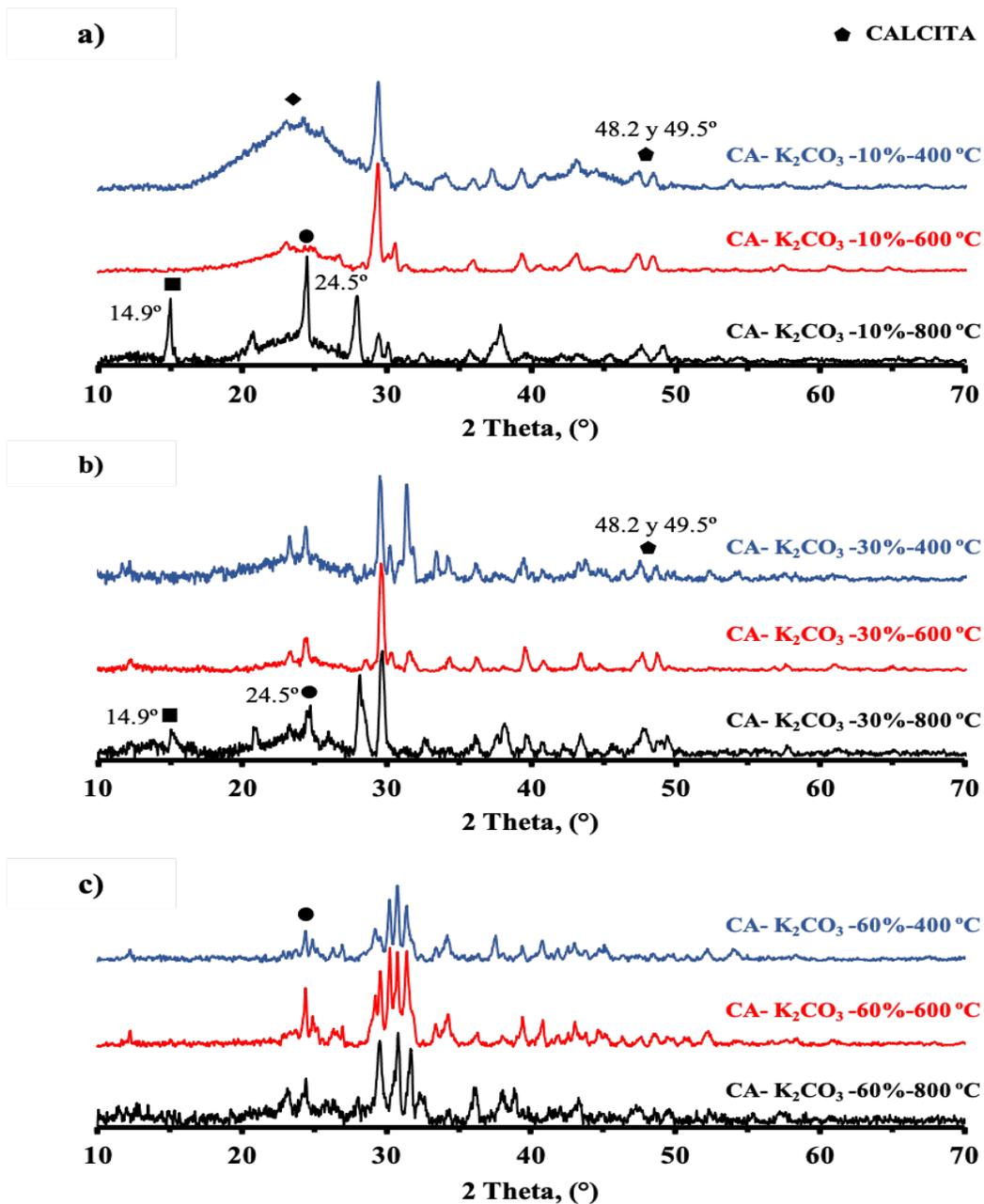


Figura 4.2 Difractogramas de rayos X (DRX) de carbonos activados obtenidos de bagazo de agave en función de la temperatura (400, 600 y 800 °C), usando diferentes concentraciones de K_2CO_3 como activador: a) 10%, b) 30% y c) 60% en peso.

Por otro lado, en el difractograma a 600 °C se aprecia que el halo de Van der Waals ha desaparecido casi por completo, mientras que los picos 2θ 14.9, 15.69° asociados a la celulosa y el pico 2θ 24.4° relacionado con materiales lignocelulósicos sufrieron modificaciones significativas. Para el caso

de 800 °C, la desaparición de los picos relacionados a la celulosa es evidente lo que confirma su transformación durante la pirólisis.

Al incrementar la concentración del activador al 30% en peso (Figura 4.2b), los cambios observados son mayores que los descritos en la Figura 4.2a. A 400 °C se puede apreciar que los picos a 2θ 14.9, 24.4 y 30° son de baja intensidad mientras que a la temperatura de 600 °C el pico 2θ 14.9° desapareció por completo. Es notable que los difractogramas a estos porcentajes de activador presentan más ruido, lo que se atribuye a la amorficidad del carbón activado obtenido. Por último, en la Figura 4.2c, se muestran los difractogramas para los carbones activados preparados con una concentración de 60% en peso de K_2CO_3 . Se puede apreciar que a temperaturas de 400 °C, el difractograma ya no contiene señales como el halo de Van der Waals. Estos cambios son atribuidos a la presencia del activador que al estar en mayor concentración origina cambios sustanciales en la estructura del bagazo de agave libre de extraíbles.

Por otro lado, en la Figura 4.3 se presentan los difractogramas de carbón activado a diferentes temperaturas, usando $ZnCl_2$ a concentraciones de 10, 30, y 60% en peso de activador. En los difractogramas de la Figura 4.3a, correspondiente a 10% en peso de $ZnCl_2$ se puede apreciar que a 400 °C el halo de Van de Waals sufre modificaciones de forma muy similar a la observada cuando el activador es K_2CO_3 . Los picos 2θ 14.9, 24.4 y 30° relacionados a celulosa, materiales lignocelulósicos y oxalato de calcio aún están presentes en el material, mientras que a 600 °C los picos a 2θ 14.9 y 24.4° ya no aparecen en el difractograma. Además, aparece el pico a 2θ 31.9 relacionado a oxalato de zinc (PDF 00-037-0718). Por otro lado, a 800 °C los picos que se observaban en los difractogramas a las temperaturas de 400 y 600 °C prácticamente han desaparecido, mientras que los picos 2θ 34.4 y 36.8° fueron asignados a carbón lignito (PDF 00-005-0625). Al incrementar la concentración de activador, además de los cambios descritos previamente se observa que la formación de oxalato de zinc es mayor cuando se incrementa la concentración de activador a 30 y 60% en peso, Figuras 4.3b y c respectivamente.

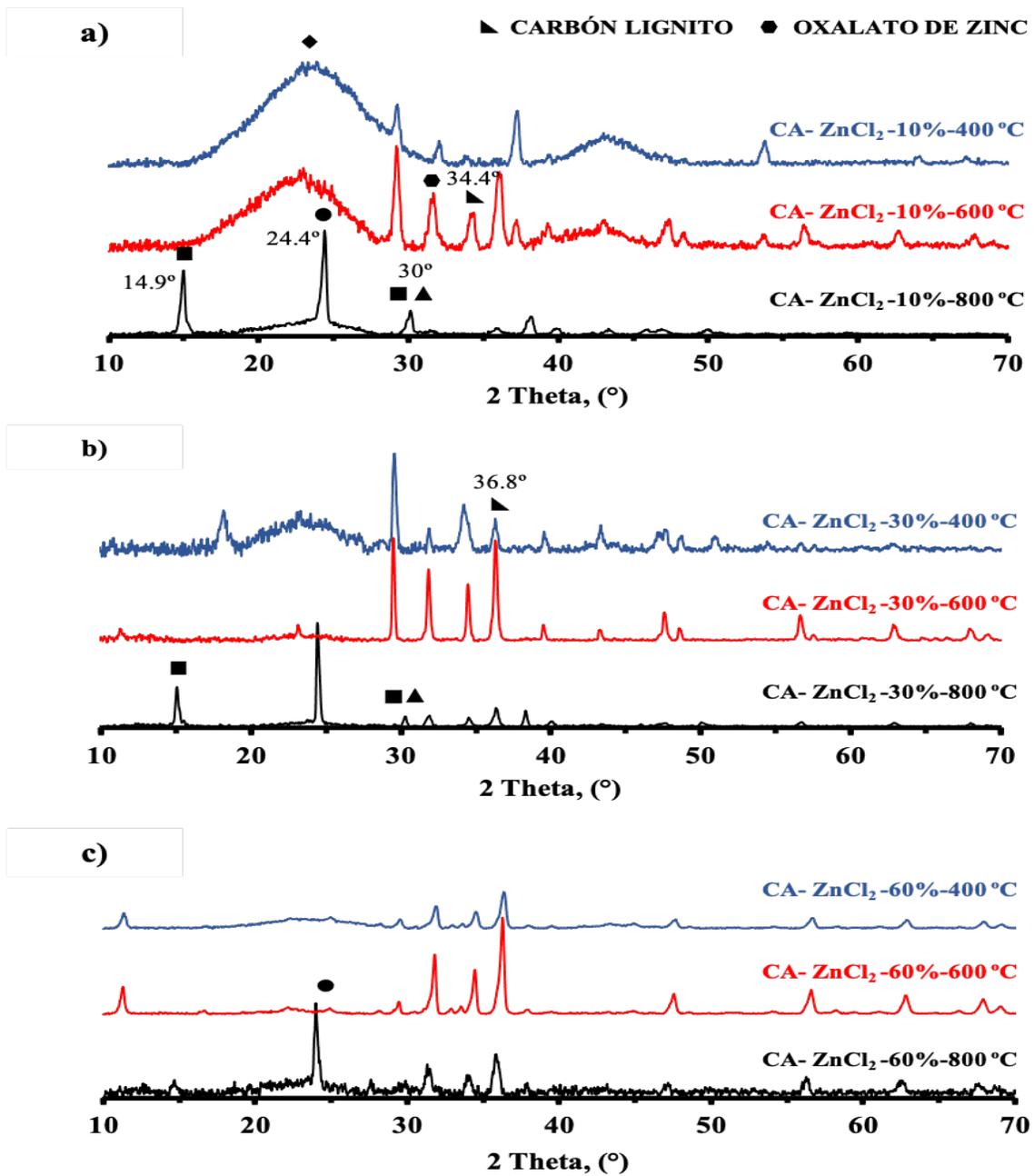


Figura 4.3 Difractogramas de rayos X (DRX) de carbones activados obtenidos de bagazo de agave libre de extraíbles en función de la temperatura (400, 600 y 800 °C), usando ZnCl₂ como activador: a) 10%, b) 30% y c) 60% en peso.

Los resultados obtenidos de difracción de rayos X demuestran que al aumentar el porcentaje de agente activador la interacción que tiene con el bagazo de agave es mucho mayor, logrando una mayor modificación en la biomasa, esto se puede apreciar desde los difractogramas a 10% de porcentaje de ambos activadores. De igual manera el aumento de la temperatura favorece los cambios en la biomasa en el proceso de pirólisis, logrando mucho mayor amorficidad en el carbón activado y modificaciones aún más notorias a temperaturas elevadas.

Los carbones activados obtenidos después del proceso de pirólisis a las diferentes condiciones de temperatura y concentración de activador fueron sometidos a un lavado con HCl para retirar cualquier tipo de impureza (oxalato de calcio, $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$; carbonato de calcio, CaCO_3 ; residuo de ZnCl_2 o K_2CO_3). Una vez realizado el lavado, se obtuvieron los difractogramas que se muestran en la Figura 4.4, para ambos activadores en 10% en peso y pirólisis a 800°C . Como se puede observar para ambos carbones activados, los picos correspondientes a calcita y a oxalato de zinc han desaparecido por completo, dando como resultado un difractograma sin picos pronunciados, lo que revela su amorficidad.

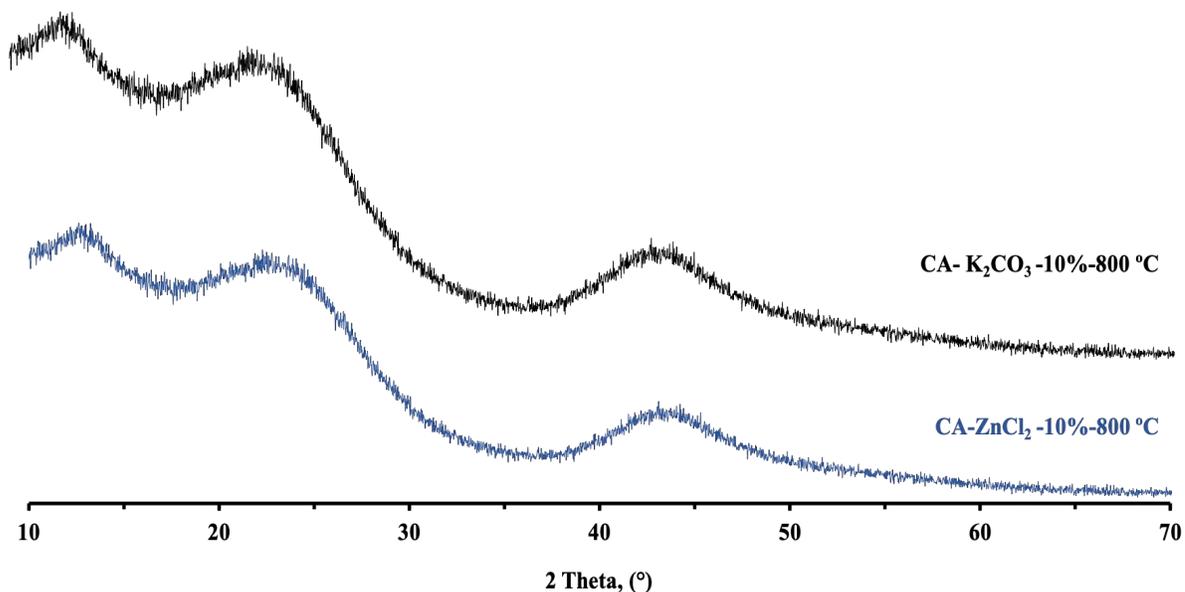


Figura 4.4 Difractogramas de rayos X (DRX) de carbones activados obtenidos de bagazo de agave libres de extraíbles usando ZnCl_2 y K_2CO_3 como activador a 10% en peso y 800°C , después del lavado con HCl.

4.1.2 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)

Para conocer el efecto que tiene la pirólisis del bagazo de agave libre de extraíbles y el uso del activador en la preparación de los carbones activados sobre la morfología, las muestras fueron analizadas por Microscopía Electrónica de Barrido (MEB).

La Figura 4.5 exhibe las micrografías obtenidas a diferentes magnificaciones para el bagazo de agave libre de extraíbles y el bagazo libre de extraíbles pirolizado a 400 °C sin activador. En las Figuras 4.45a y b se pueden apreciar a 100x y 500x, respectivamente los diferentes fragmentos de las fibras de bagazo de agave, así como su morfología superficial que muestra una alta rugosidad. Cuando el bagazo de agave es pirolizado a 400 °C, se puede apreciar que las fibras conservan su morfología (Figuras 4.5c) debido a la alta estabilidad térmica que tiene la lignina [14], uno de los componentes principales de esta biomasa. En la sección transversal de la fibra de bagazo de agave libre de extraíbles pirolizado a 400 °C mostrada en la Figura 4.5d, se logra apreciar una serie de conductos o túbulos los cuales presentan residuos que pudieron ser generados por la transformación del oxalato de calcio a carbonato de calcio de acuerdo a la reacción 4.1 indicada anteriormente y que pueden tener lugar a esta temperatura.

La caracterización por MEB de los carbones activados preparados a partir de bagazo de agave como función de la temperatura de pirólisis, 400, 600 y 800 °C usando como activador K_2CO_3 a 10, 30 y 60 % en peso se muestran en las Figuras 4.6, 4.7 y 4.8, respectivamente. Las micrografías de la Figura 4.6a y b, obtenidas a 100x y 500x, muestran la sección longitudinal y transversal de las fibras de bagazo de agave tratadas a 400 °C donde se puede observar aun la morfología inicial de las fibras. En ellas también se puede apreciar una estructura en forma de colmena con diversos orificios que atraviesan toda la fibra de una forma periódica con algunos de los túbulos que conforman la fibra de bagazo de agave conteniendo residuos atribuidos a la presencia del activador. En las Figuras 4.6c y d, para la temperatura de 600 °C, se pueden apreciar uno de los lados de una fibra carbonizada en donde el incremento de los orificios y su periodicidad son apreciables. Mientras que, a una temperatura de 800 °C, las Figuras 4.6e y f, muestran las fibras pirolizadas en donde es evidente que la estructura interna de los túbulos está completamente despejada, lo que demuestra que el aumento de temperatura ayuda a despejar los canales de las fibras, lo que puede

promover una mayor superficie activa en el carbón generado. Es notable que la destrucción de las fibras es mayor con un aumento de temperatura siendo muy marcado para 800 °C. Este mismo efecto fue observado por Tun y col. [29] en el caso de carbón activado obtenido de la cáscara de coco y cáscara de cacahuete.

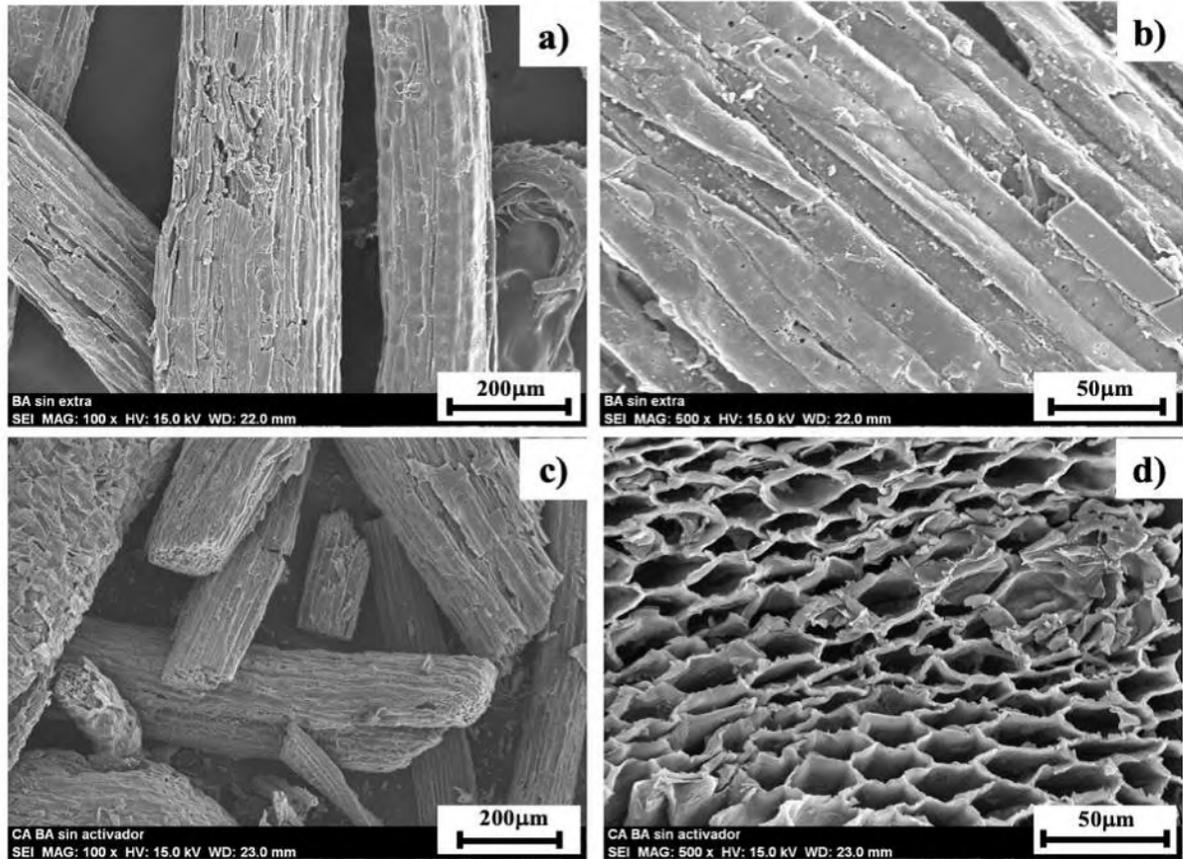


Figura 4.5 Micrografías de: a) y b) bagazo de agave libre de extraíbles y c) y d) bagazo de agave pirolizado a 400 °C sin agente activador a diferentes magnificaciones (100x y 500x).

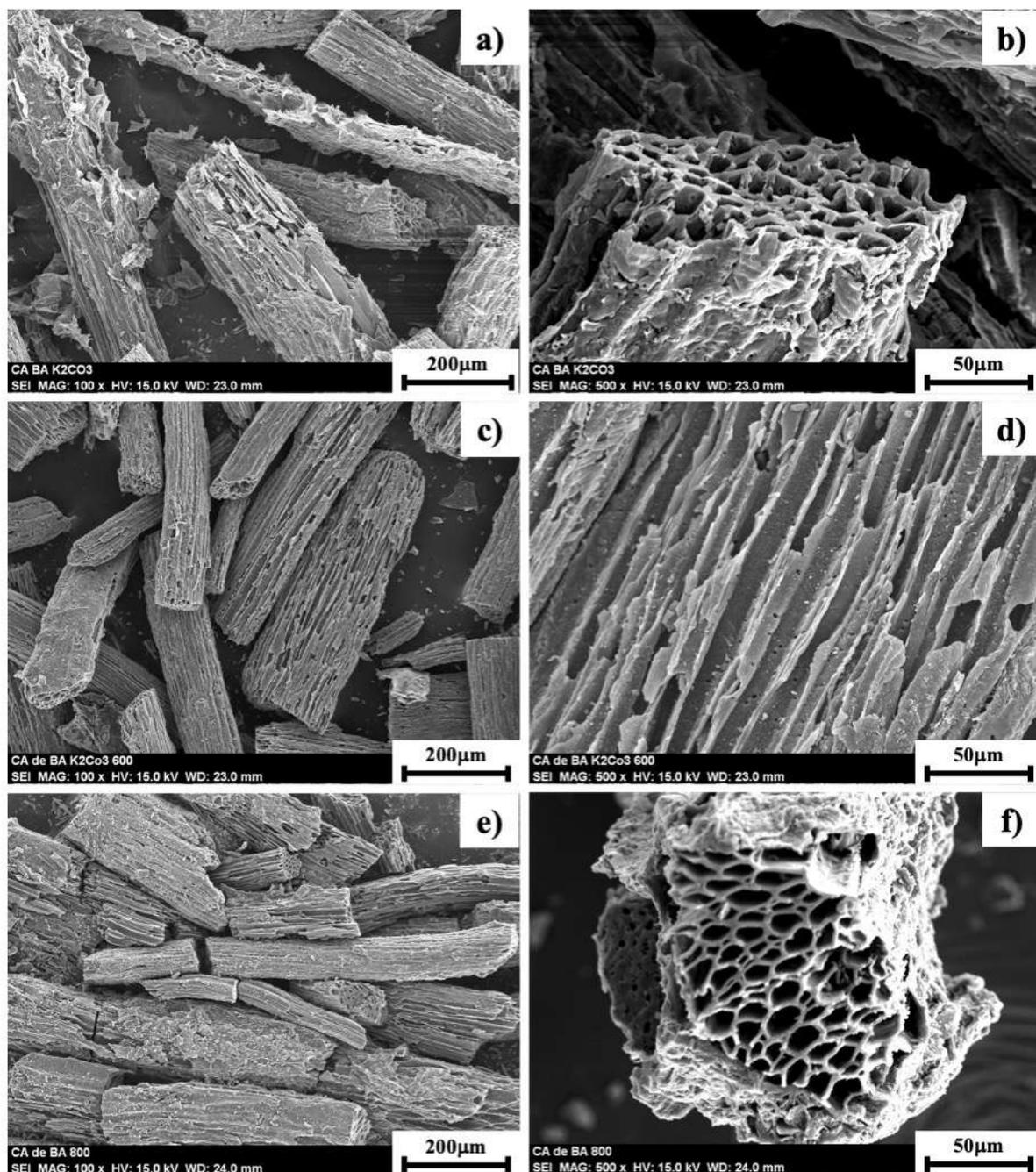


Figura 4.6 Micrografías de carbón activado preparado a partir de bagazo de agave con K_2CO_3 (10% en peso) a diferentes temperaturas de pirólisis: a) y b) 400 °C; c) y d) 600 °C; e) y f) 800 °C a 100x y 500x, respectivamente.

En las micrografías de la Figura 4.7a y b, para 30 % en peso de activador K_2CO_3 , se puede apreciar que los túbulos que conforman la fibra se encuentran mucho más despejados que la Figura 4.6 y el deterioro de la fibra es mayor, lo que se puede percibir en la imagen a 100x en donde se muestran varias secciones de fibras que presentan la fragmentación de la capa externa. Por otro lado, en las Figuras 4.7c y d se aprecian pequeños orificios periódicos, así como una segmentación mayor de las fibras, relacionado con el incremento de la temperatura (600 °C), siendo este efecto más notable para las micrografías e y f de las Figura 4.7.

Para el caso de los carbones activados a 60 % en peso de activador K_2CO_3 , se obtuvieron las micrografías mostradas en la Figura 4.8, donde se puede apreciar que, a diferencia de las figuras anteriores con menor contenido de activador, éstas presentan burbujas en la superficie de las fibras desde 400 °C, las cuales pueden atribuirse a un encapsulamiento de gases como el CO o CO_2 que no pudieron liberarse por completo y que son generados durante la pirólisis como producto de la descomposición tanto de la biomasa como del activador. Las secciones transversales presentadas en las Figuras 4.8d y f para 600 y 800 °C, respectivamente, muestran como los tubos internos se encuentran colapsados y poco homogéneos. Las muestras obtenidas a 60 % en peso de K_2CO_3 , en general presentan mayor degradación de la superficie, lo que confirma la interacción del agente activador con los compuestos lignocelulósicos de las fibras de bagazo de agave.

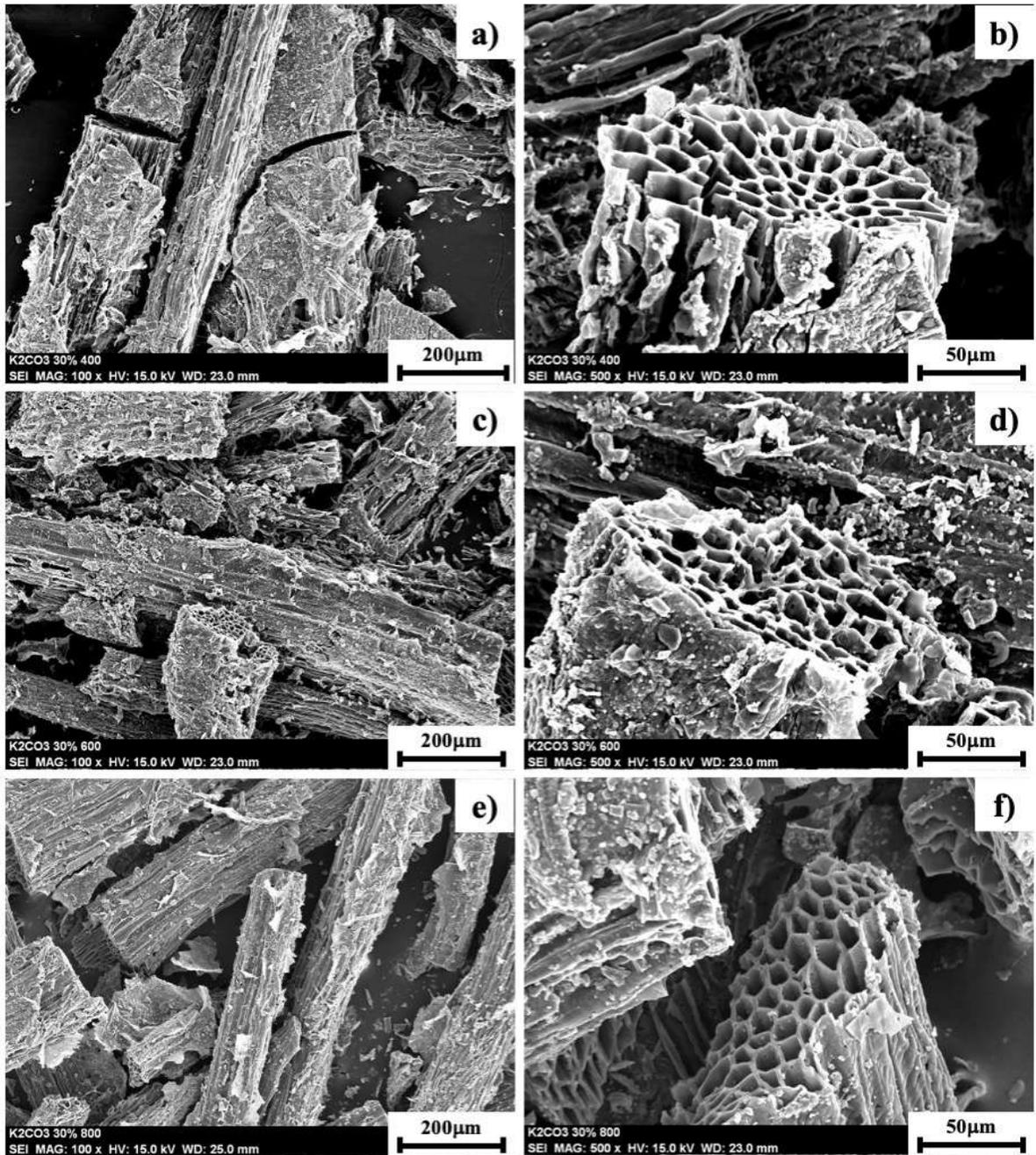


Figura 4.7 Micrografías de carbón activado preparado a partir de bagazo de agave con K_2CO_3 (30 % en peso) a diferentes temperaturas de pirólisis: a) y b) 400 °C; c) y d) 600 °C; e) y f) 800 °C a 100x y 500x, respectivamente.

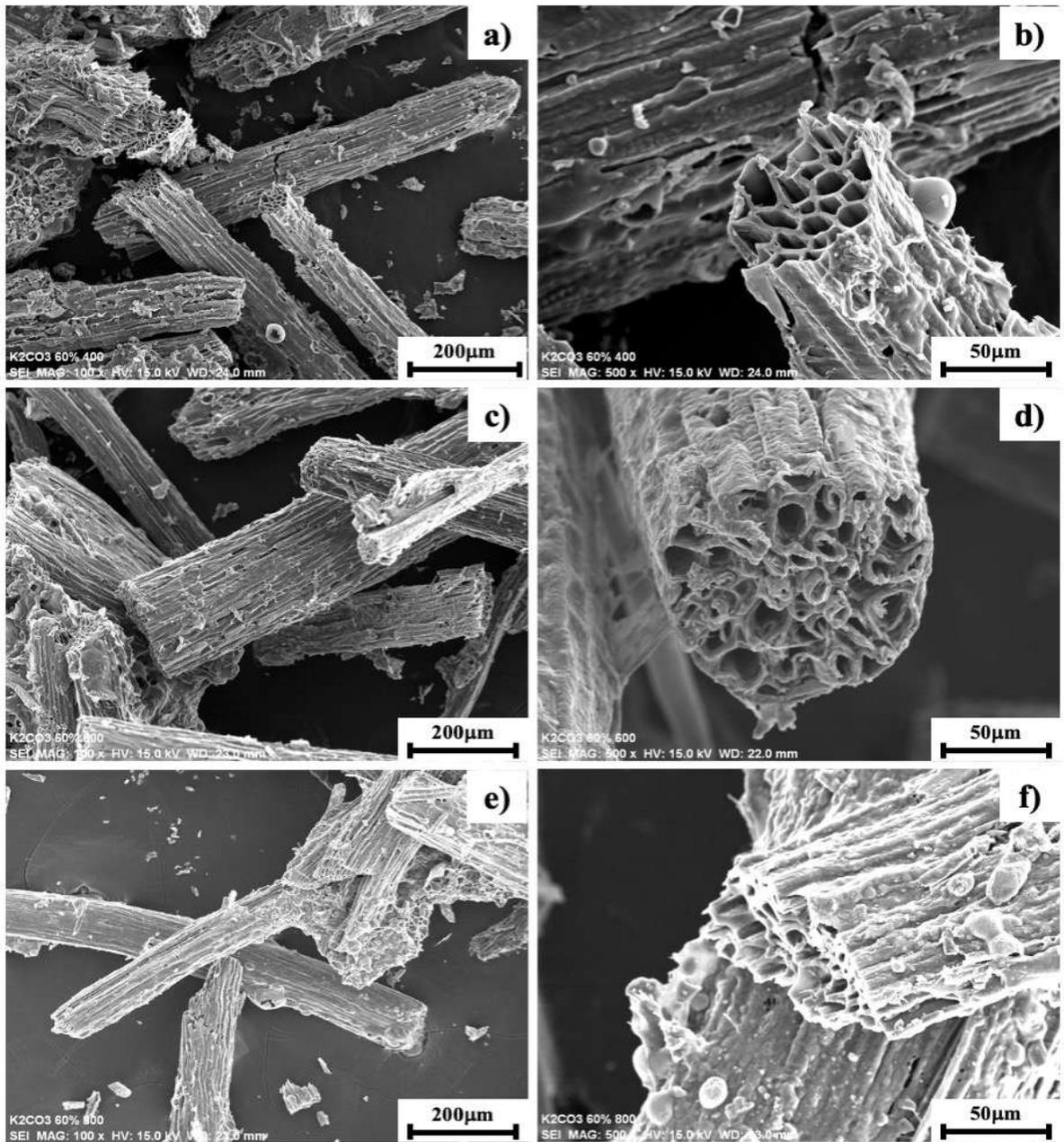


Figura 4.8 Micrografías de carbón activado preparado a partir de bagazo de agave con K_2CO_3 (60 % en peso) a diferentes temperaturas de pirólisis: a) y b) 400 °C; c) y d) 600 °C; e) y f) 800 °C a 100x y 500x, respectivamente.

En lo que respecta al ZnCl_2 como activador, después del proceso de pirólisis de las fibras de bagazo de agave, se obtuvieron las micrografías de las Figuras 4.9, 4.10 y 4.11 para 10, 30 y 60 % en peso de activador, respectivamente, mostrando en cada caso el efecto de la temperatura. Para 10 % en peso de ZnCl_2 como activador (Figura 4.9), las muestras presentaron desde los 400 °C pequeños orificios distribuidos por toda la superficie. También se puede apreciar un ligero deterioro que sufrió la capa superficial de la fibra donde es perceptible el esqueleto interno mostrando la estructura de panal que se ha visto en las imágenes anteriores. Al incrementar la temperatura es más evidente el daño sufrido por la fibra. En lo que respecta al uso de un 30 % en peso de activador (Figura 4.10), el daño en las fibras de bagazo es evidente a cualquier condición de temperatura. En la micrografía de la Figura 4.10d se puede apreciar la estructura interna de la fibra expuesta en donde los canales que la componen tienen una pequeña cantidad de residuos y presentan orificios periódicos favoreciendo el incremento en la porosidad. Kokora y col. [26] reportaron que el incremento en el tamaño de poro se debe a un aumento en la concentración del agente activador ya que éste acelera la liberación de oxígeno e hidrógeno como producto de la pirólisis de la biomasa. Sin embargo, un incremento en la concentración del activador al 60 % ocasiona un mayor colapso en los túbulos de las fibras además de poderse apreciar la formación de pequeños cristales probablemente de activador debido a la alta concentración empleada (Figura 4.11).

Al comparar las muestras preparadas con este activador con las obtenidas a las mismas condiciones con K_2CO_3 , se puede ver que el daño en la morfología de la fibra es más notable con K_2CO_3 que con ZnCl_2 generando mayor porosidad que pueda representar mayor actividad en la adsorción.

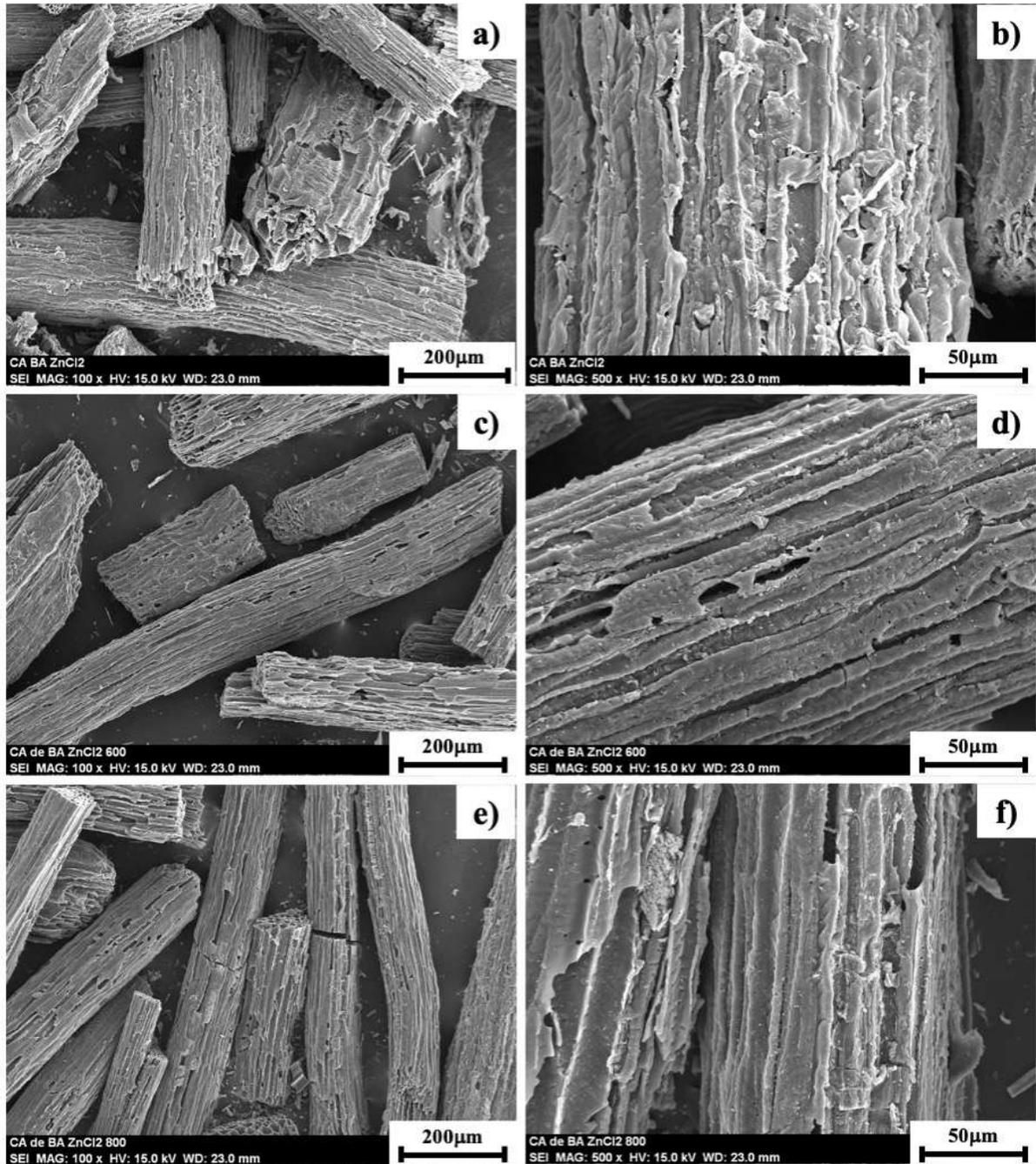


Figura 4.9 Micrografías de carbón activado preparado a partir de bagazo de agave con ZnCl_2 (10% en peso) a diferentes temperaturas de pirólisis: a) y b) 400 °C; c) y d) 600 °C; e) y f) 800 °C a 100x y 500x, respectivamente.

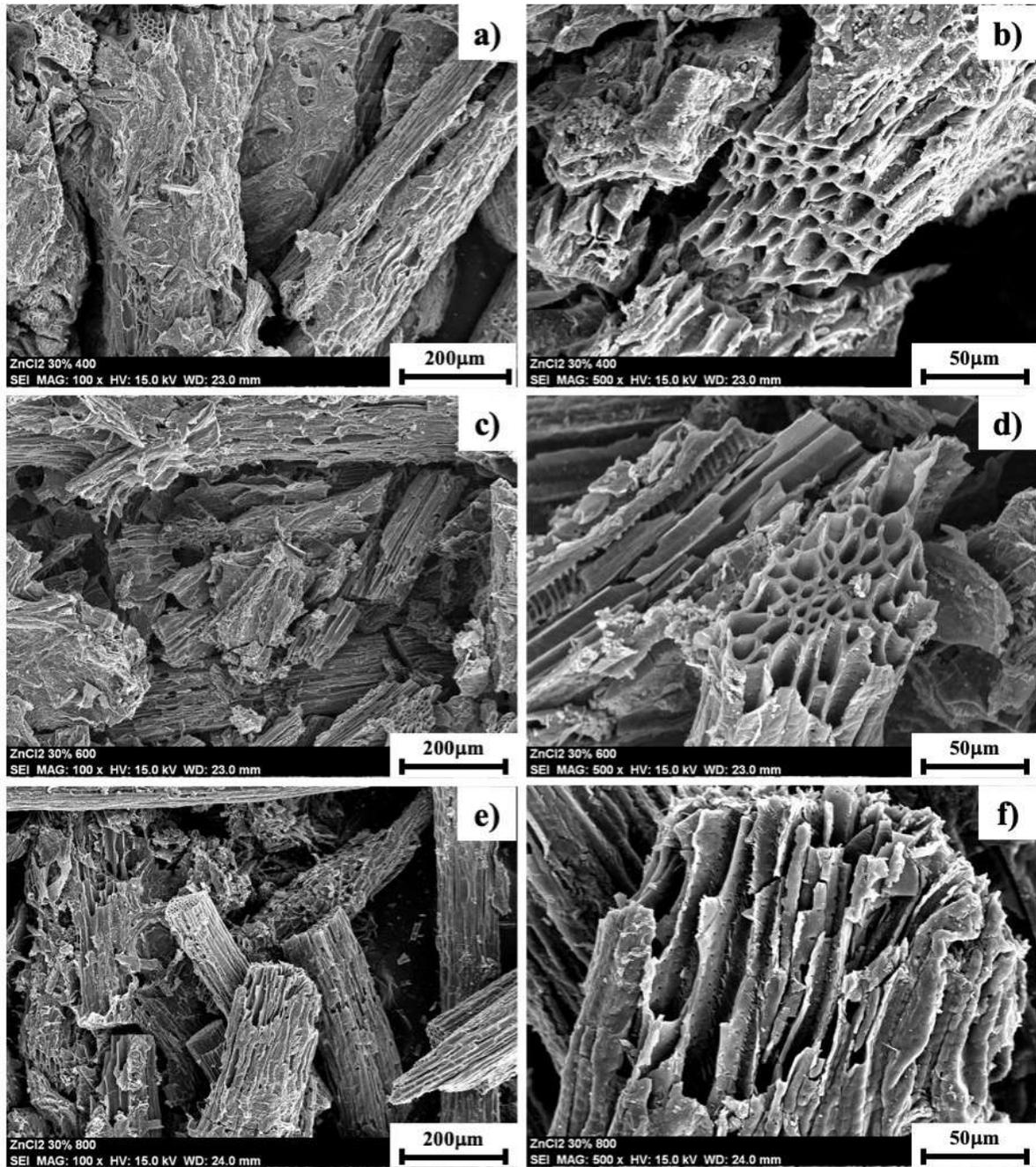


Figura 4.10 Micrografías de carbón activado preparado a partir de bagazo de agave con ZnCl₂ (30% en peso) a diferentes temperaturas de pirólisis: a) y b) 400 °C; c) y d) 600 °C; e) y f) 800 °C a 100x y 500x, respectivamente.

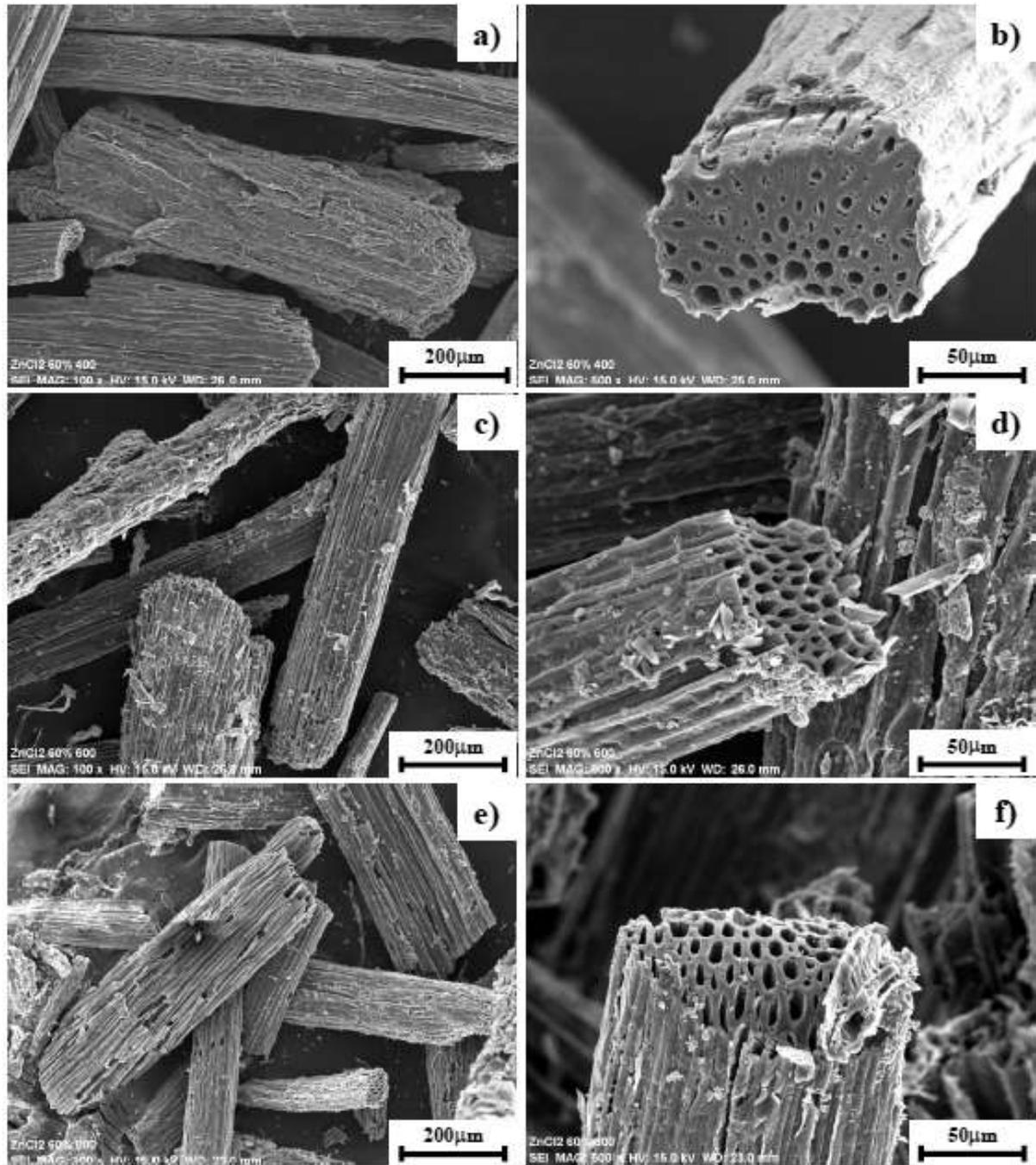


Figura 4.11 Micrografías de carbón activado preparado a partir de bagazo de agave con $ZnCl_2$ (60% en peso) a diferentes temperaturas de pirólisis: a) y b) 400 °C; c) y d) 600 °C; e) y f) 800 °C a 100x y 500x, respectivamente.

4.1.3 Espectroscopía de infrarrojo con Transformada de Fourier (FTIR)

En la Figura 4.12 se muestran los espectros de FTIR obtenidos para el bagazo de agave libre de extraíbles y después de su pirólisis a 400, 600 y 800 °C sin activador. Para el bagazo de agave libre de extraíbles, se puede observar que una de las bandas más amplias está ubicada en 3422 cm^{-1} y es atribuida a grupos hidroxilo (O-H) principalmente de la celulosa. También se puede apreciar la banda a 1736 cm^{-1} que se atribuye a los grupos carbonilo (C=O) de la hemicelulosa en el bagazo de agave [55]. La banda correspondiente a 1638 cm^{-1} se atribuye a compuestos aromáticos que están relacionados con la lignina como lo expone Liñan-Montes y col. [55]. La banda asociada a 1257 cm^{-1} , corresponde a la vibración de enlace C-O-C asociada a la cadena del biopolímero de la celulosa mientras que las ubicadas en 1049 y 899 cm^{-1} se relacionan a la estructura del anillo de la glucopiranososa (unidad repetitiva de la celulosa) [57]. El espectro concuerda con el reportado por la literatura por Liñan-Montes y col. [40] y Tronc y col. [41].

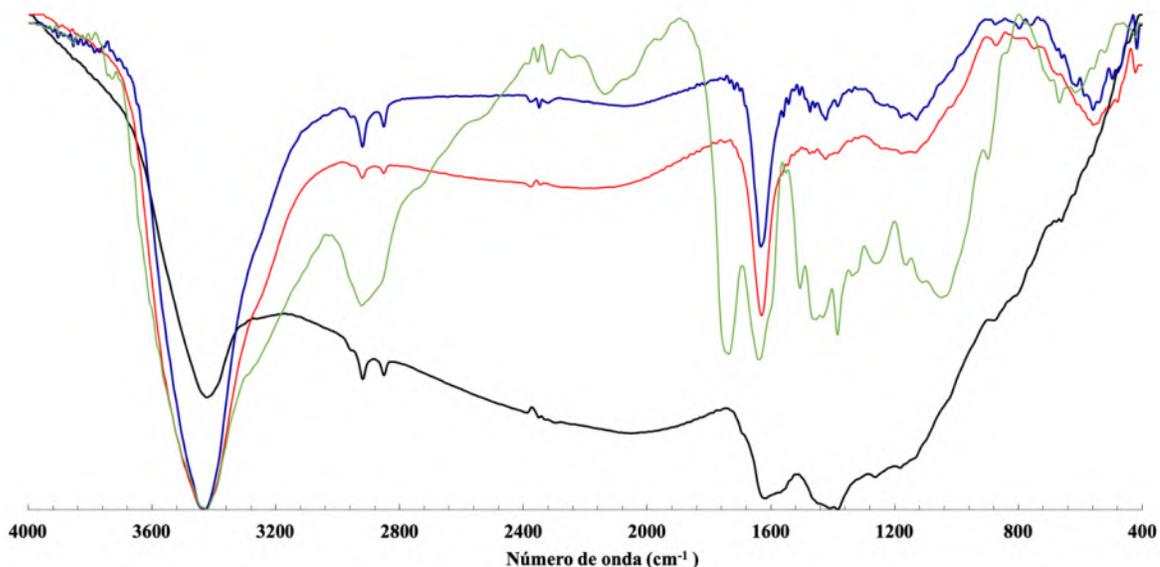


Figura 4.12 Espectros de FTIR del bagazo de agave libre de extraíbles y pirolizado a diferentes temperaturas sin agente activador.

En cuanto al espectro del bagazo de agave después del proceso de pirólisis a diferentes temperaturas (Figura 4.12), se puede observar una modificación en la banda correspondiente a 3422 cm^{-1} (grupos hidroxilo) de la celulosa especialmente a 600 y $800\text{ }^{\circ}\text{C}$. En los espectros desaparece la banda a 1257 cm^{-1} desde $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ debido a que a esta temperatura se degrada la celulosa generando anillos aromáticos [58]. La celulosa comienza su degradación en un rango de temperatura de 315 a $400\text{ }^{\circ}\text{C}$, cuando la temperatura es mayor a $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ casi toda la celulosa ha sido pirolizada [59]. También se puede apreciar que la banda 1170 cm^{-1} aparece en el FTIR del bagazo de agave pirolizado a 600 y $800\text{ }^{\circ}\text{C}$. La banda a 1736 cm^{-1} correspondiente a la hemicelulosa, muestra modificaciones relevantes, esto debido a que sus componentes como lo es la xilosa y la glucosa presentan cambios en los enlaces desde temperaturas entre 150 y $240\text{ }^{\circ}\text{C}$, además suceden despolimerizaciones de sus cadenas principales entre 290 y $310\text{ }^{\circ}\text{C}$ [59], mientras que a temperaturas mayores de $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ la estructura se convierte en compuestos aromáticos, existiendo también la producción de CH_4 a 550°C así como la liberación de H_2 a 800°C [58]. Por otro lado, la banda ubicada a 1638 cm^{-1} se relaciona a la lignina que sufre modificaciones de cadenas alquílicas y la ruptura de algunos enlaces en un rango de temperatura de 150 a $400\text{ }^{\circ}\text{C}$, a mayores temperaturas, los grupos metoxilo reaccionan y se fragmentan, convirtiéndose a grupos $-\text{OH}$, $-\text{CH}_3$ o $-\text{H}$ según lo reportado por Collar y col. [58]. La pirólisis del bagazo de agave a temperaturas entre 500 y $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ produce CH_4 y la formación de CO ocurre en un rango de temperaturas de 500 a $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ el cual es proveniente de grupos éter y grupos hidroxilo presentes en la biomasa [58]. Todos los espectros a diferentes temperaturas presentan bandas relacionadas a la lignina en un rango de 1622 y 1631 cm^{-1} debido a que en atmósfera inerte los anillos aromáticos vinculados a la lignina son muy estables aún a altas temperaturas [14].

En la Figura 4.13 se muestran los espectros de FTIR obtenidos para el carbón activado a partir de bagazo de agave después del proceso de activación con K_2CO_3 a 10% en peso y a las diferentes temperaturas de pirólisis (400 , 600 y $800\text{ }^{\circ}\text{C}$). Se aprecia una similitud entre los espectros correspondientes a la pirólisis sin y con agente activador. Las bandas 2917 , 2850 , 1622 y 1383 cm^{-1} no sufrieron cambios notables, lo que indica que el porcentaje de activador junto con las variaciones de temperatura no causan grandes modificaciones a la lignina y celulosa asociadas a estas bandas. Sin embargo, los cambios se puede apreciar en las bandas a 2917 y 2850 cm^{-1} atribuidas al estiramiento simétrico y asimétrico del enlace C-H como el metil y el metileno [60].

La banda a 1255 cm^{-1} se puede asociar al estiramiento del enlace O-H de éteres, alcoholes y fenoles grupos funcionales generados durante la activación [31].

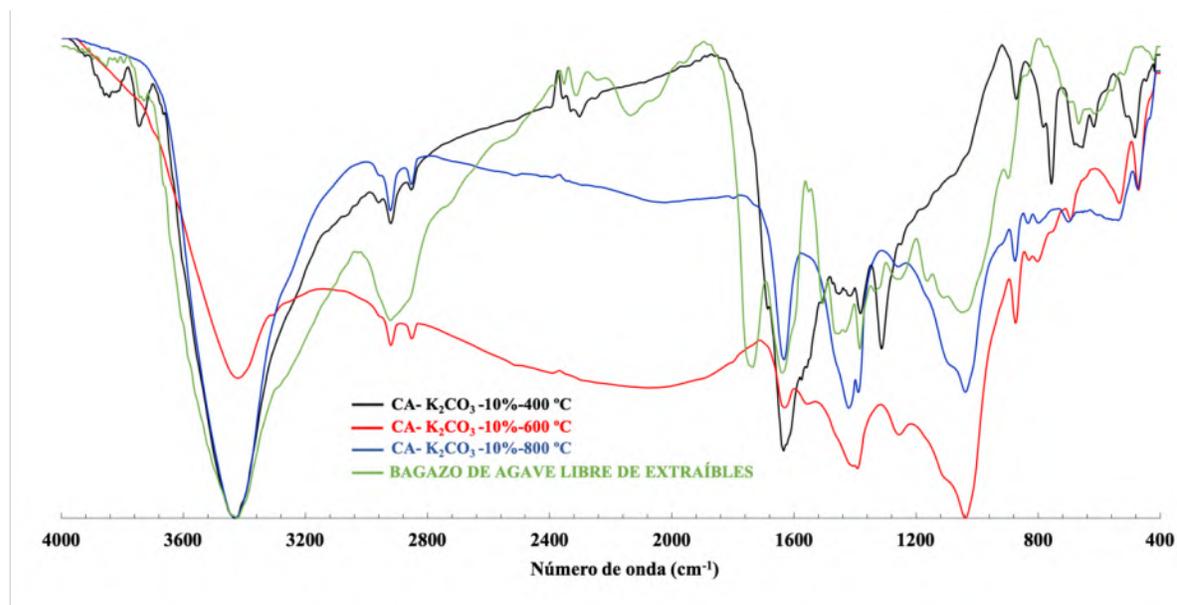


Figura 4.13 Espectros de FTIR de carbones activados con K_2CO_3 a 10 % en peso a 400, 600 y 800 °C.

En las Figuras 4.14 y 4.15 se muestran los espectros de FTIR obtenidos para el carbón activado a partir de bagazo de agave a las diferentes temperaturas de pirólisis (400, 600 y 800 °C) después del proceso de activación con K_2CO_3 a 30 y 60 % en peso, respectivamente. La banda a 1255 cm^{-1} y que está relacionada a enlace O-H de éteres, alcoholes y fenoles [31] desapareció por completo en los espectros, así como casi todas las bandas entre el rango de 1000 a 1300 cm^{-1} las cuales se identifican al enlace C-O que se encuentra en ácidos, alcoholes, fenol, éteres y ésteres como se mencionó anteriormente, lo que indica que estos grupos funcionales se alteran durante la pirólisis desde 400 °C pero a mayores concentraciones de activador en el proceso (30 y 60% en peso). La banda a 873 cm^{-1} relacionada a la glucopiranososa se puede apreciar en los espectros a 400 y 600 °C sin embargo en el espectro a 800 °C la banda se disipa casi por completo.

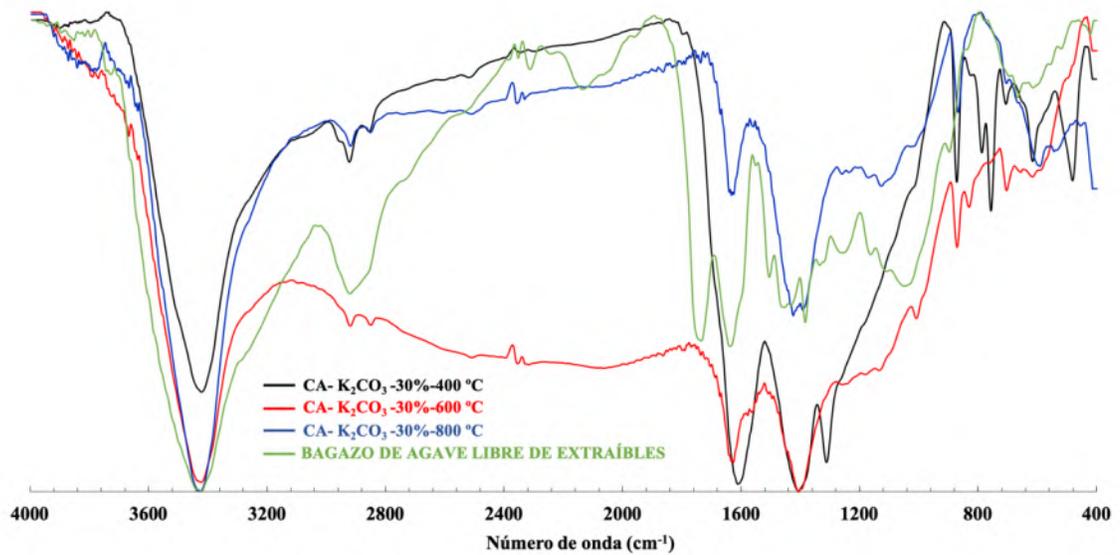


Figura 4.14 Espectros de FTIR de carbones activados con K₂CO₃ a 30 % en peso a 400, 600 y 800 °C.

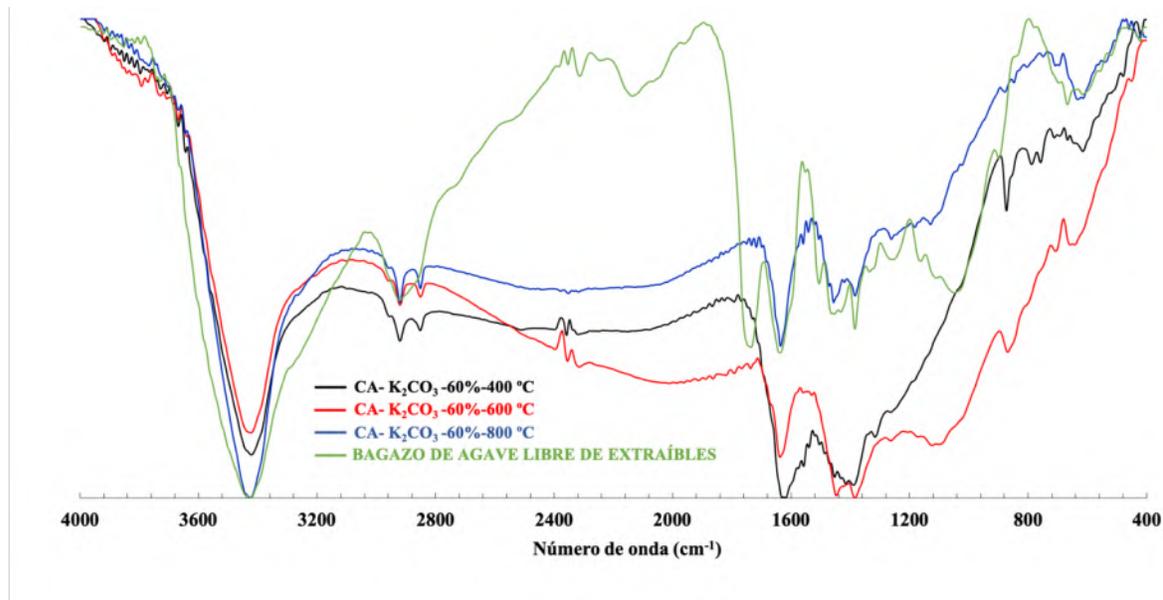


Figura 4.15 Espectros de FTIR de carbones activados con K₂CO₃ a 60 % en peso a 400, 600 y 800 °C.

En lo que respecta al ZnCl₂, en la Figura 4.16 se muestran los espectros FTIR correspondientes a 10 % en peso del agente activador. Los espectros muestran poco cambio observado en las bandas

a 3426, 2917, 2850, 1622 y 1383 cm^{-1} , lo que es muy similar a lo que se describió para el caso del K_2CO_3 como activador. Sin embargo, es notable que la banda 1386 cm^{-1} relacionada a compuestos de lignina y celulosa disminuye más a 800 $^\circ\text{C}$ al igual que la banda asociada a la unidad repetida de la celulosa la cual también se ve disminuida a alta temperatura.

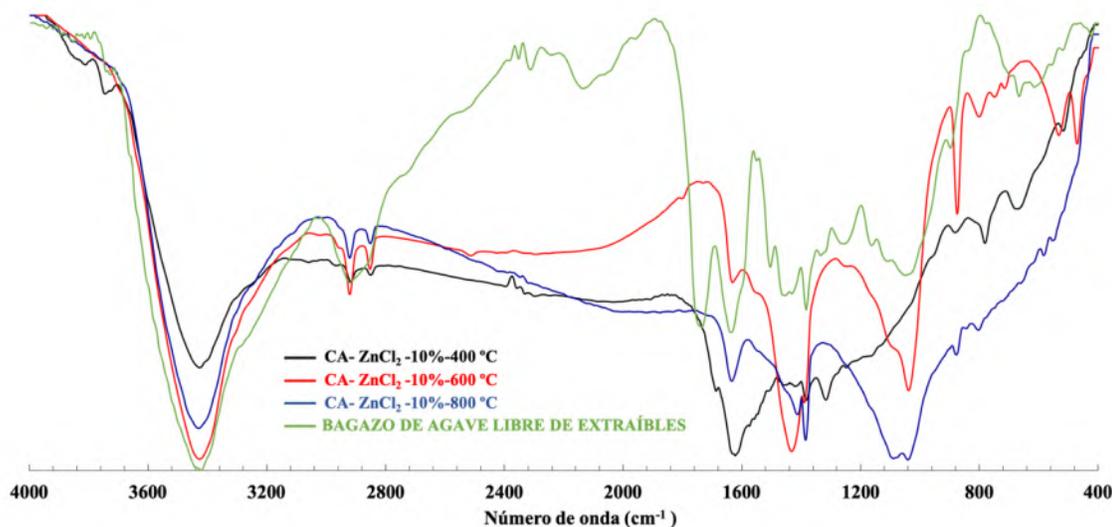


Figura 4.16 Espectros de FTIR de carbones activados con ZnCl_2 a 10 % en peso a 400, 600 y 800 $^\circ\text{C}$.

Por otro lado, en las Figura 4.17 y 4.18 se muestran los espectros FTIR obtenidos para los carbones activados usando ZnCl_2 a 30 y 60 % en peso, respectivamente. Las bandas ubicadas entre 3423 y 1612 cm^{-1} sufren un ligero cambio respecto a la temperatura lo que indica que, al elevar el porcentaje de agente activador, los componentes de celulosa y lignina correspondientes a las bandas mencionadas empiezan a sufrir cambios. En cuanto a las bandas atribuidas a ácidos, alcoholes, fenoles, éteres y ésteres se puede observar que a 400 $^\circ\text{C}$ aún son notorias, pero al aumentar la temperatura, éstas se disipan casi por completo, lo que sucede de igual forma con la banda 874 cm^{-1} correspondiente al anillo de glucopiranososa. Según lo reportado por Nieto Delgado y col. [9] en las primeras etapas de la activación química de los compuestos lignocelulósicos, el ZnCl_2 puede actuar como agente deshidratante dividiendo los grupos hidroxilo presentes en el biopolímero lo que se puede identificar con la casi desaparición de las bandas relacionadas a ácidos,

alcoholes, fenoles, éteres y ésteres ($1000-1300\text{ cm}^{-1}$) a medida que la temperatura aumenta, pero con cambios notorios desde los $400\text{ }^{\circ}\text{C}$. Además, el ZnCl_2 promueve la formación de dobles enlaces dentro de la cadena del biopolímero y la división del mismo lo que se confirma con la desaparición paulatina de las bandas mencionadas anteriormente al incrementar el actividad y agregando la banda 874 cm^{-1} que ya no se observa desde los $400\text{ }^{\circ}\text{C}$.

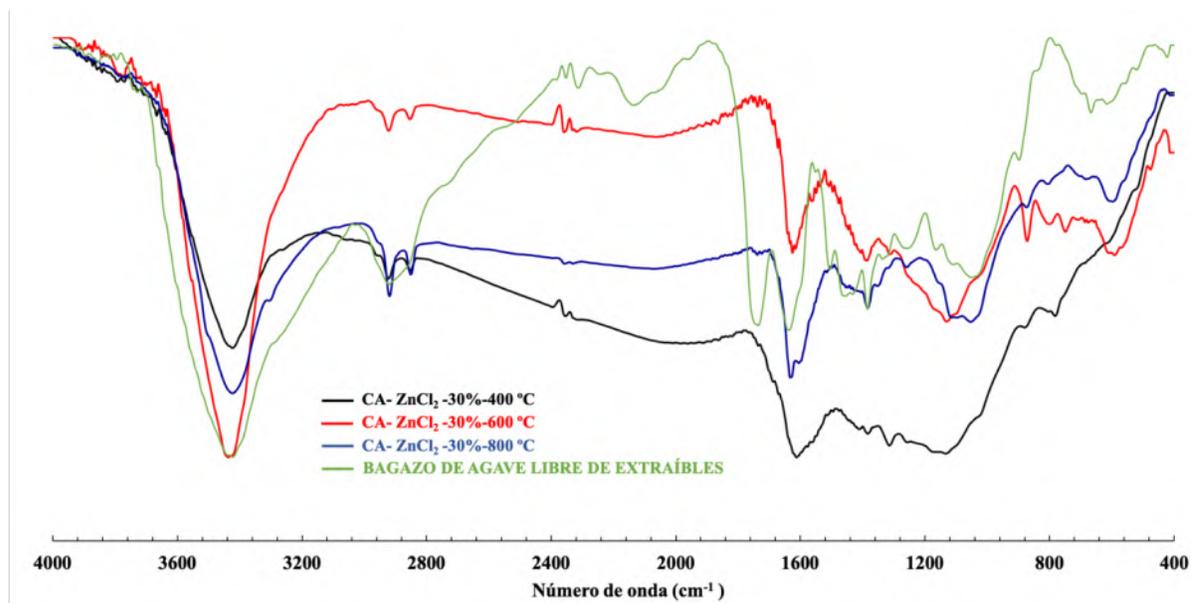


Figura 4.17 Espectros de FTIR de carbones activados con ZnCl_2 a 30% en peso a 400, 600 y $800\text{ }^{\circ}\text{C}$.

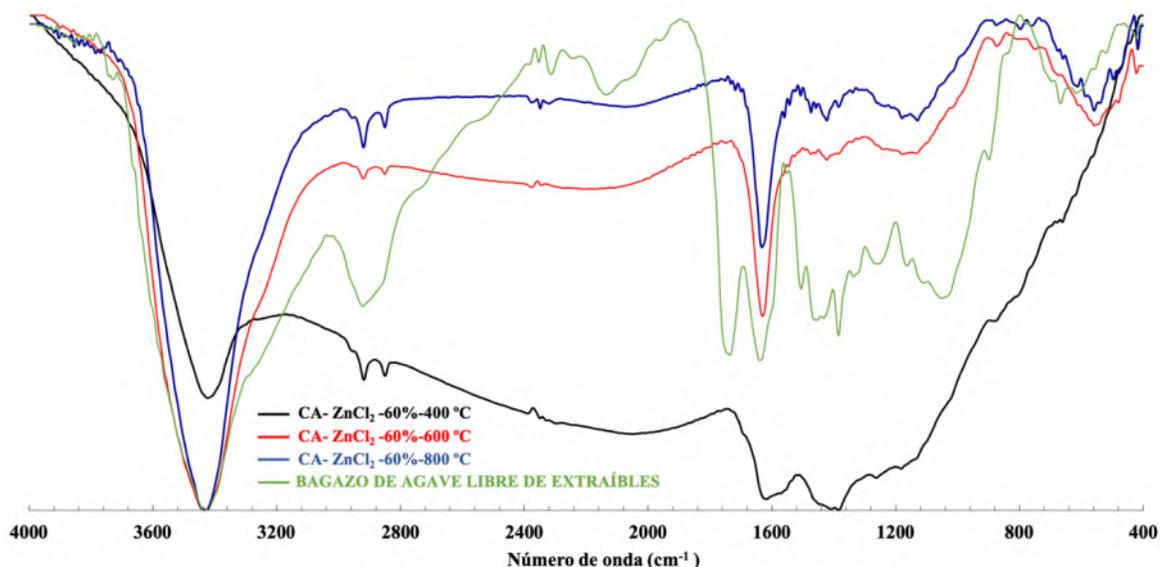


Figura 4.18 Espectros de FTIR de carbones activados con ZnCl_2 a 60 % en peso a 400, 600 y 800 °C.

4.1.4 Espectroscopía Raman

En la Figura 4.19 se muestran los espectros Raman obtenidos del bagazo de agave sin extraíbles y después de su pirólisis a 600 °C sin activador. Para el bagazo de agave libre de extraíbles se puede observar dos bandas pronunciadas alrededor de 1350 y 1600 cm^{-1} que se atribuyen a las bandas G y D respectivamente, la banda G se refiere a la estructura gráfica que es más ordenada, simétrica y cristalina mientras que la banda D se refiere a la estructura del carbón desordenada o a los defectos [61]. Según lo reportado por Enelise y col. [38] la banda G es característica de estiramiento de cadenas C=C y anillos, mientras que la banda D está asociada con el modo vibracional de los anillos aromáticos lo que igualmente es reportado por Lazzarini y col. [62]. Para el bagazo de agave libre de extraíbles, la banda G es más pronunciada que la banda D lo que indica una presencia mayor de estructura gráfica ordenada, sin embargo, en el espectro correspondiente a la biomasa pirolizada la banda D muestra una mayor intensidad lo que permite deducir que el proceso de pirólisis causa un desacomodo en la estructura ordenada de la biomasa, obtenido un carbón con una conformación más desordenada.

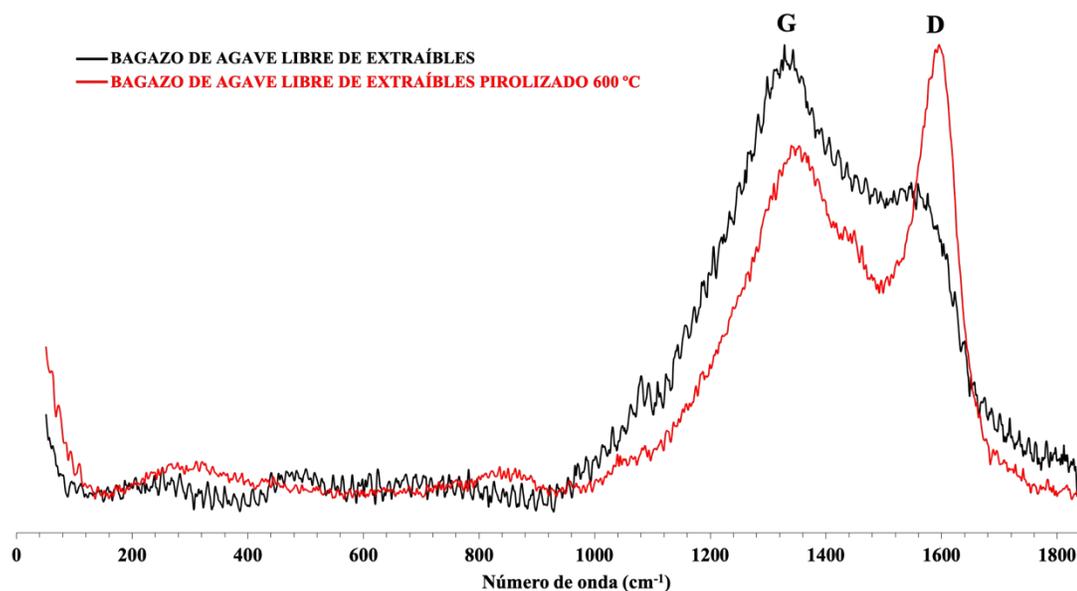


Figura 4.19 Espectros Raman de bagazo de agave libre de extraíbles y bagazo de agave pirolizado a 600 °C.

La Figura 4.20 muestra los espectros Raman obtenidos para los carbones activados usando K_2CO_3 a 30 % en peso a diferentes temperaturas. Se aprecian las bandas ubicadas alrededor de 1350 y 1600 cm^{-1} correspondientes a las bandas G y D como en el caso anterior. A 400 °C la diferencia entre la banda G y D es más notoria que para las otras condiciones de 600 y 800 °C, siendo la banda D la de mayor intensidad. Al aumentar la temperatura de pirólisis la diferencia entre estas bandas es menor, lo que permite deducir que se tendrían cantidades similares de estructura ordenada y desordenada.

Por otro lado, la Figura 4.21 desglosa los espectros Raman obtenidos para los carbones activados usando $ZnCl_2$ a 30 % en peso, a 400, 600 y 800 °C. Se aprecian igualmente las bandas cercanas a 1350 y 1600 cm^{-1} correspondientes a las bandas G y D y sus modificaciones observadas son similares a las obtenidas con K_2CO_3 como activador.

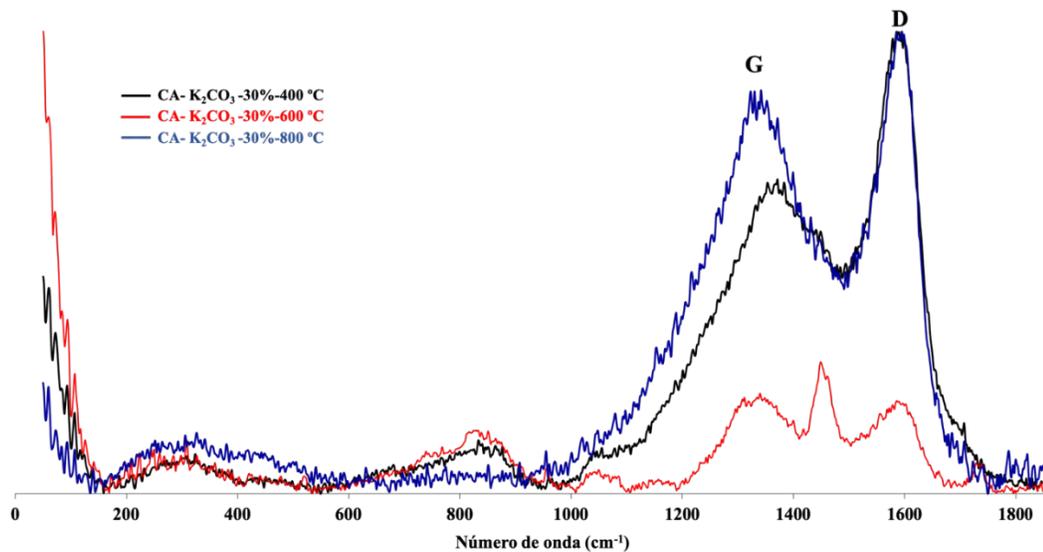


Figura 4.20 Espectros Raman de carbones activados con K_2CO_3 a 30 % en peso a 400, 600 y 800 °C.

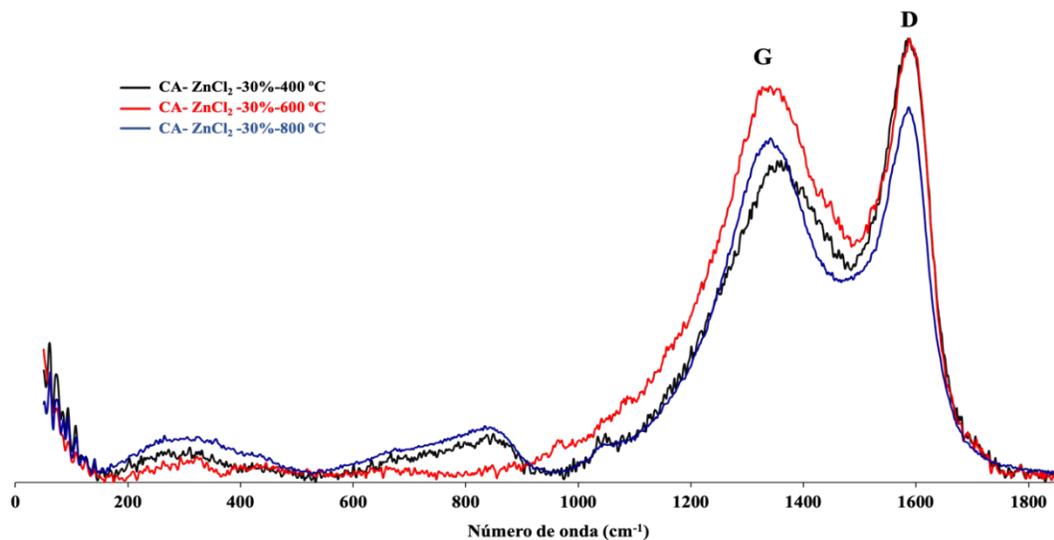


Figura 4.21 Espectros Raman de carbones activados con $ZnCl_2$ a 30 % en peso a 400, 600 y 800 °C.

En la Tabla 4.1 se condensan los datos obtenidos de las intensidades de las bandas G (I_G) y D (I_D) obtenidas a partir de los espectros Raman de las figuras anteriores y a las diferentes condiciones

analizadas. Además se incluye la relación I_D/I_G , la cual es una medida de los bordes de zona de los conglomerados que depende de los tamaños y distribuciones de estos mismos [33].

Tabla 4.1 Intensidad Raman de las bandas D y G y relación I_D/I_G para las muestras analizadas.

Muestra	Intensidad banda D (u.a.)	Intensidad banda G (u.a.)	Relación I_D/I_G
BA	669.443	464.988	1.440
CA-400°C	406.934	526.916	0.772
CA-K ₂ CO ₃ -30%-400°C	174.778	262.611	0.666
CA-K ₂ CO ₃ -30%-600°C	60.454	55.201	1.095
CA-K ₂ CO ₃ -30%-800°C	162.313	186.442	0.871
CA-ZnCl ₂ -30%-400°C	185.16	258.366	0.717
CA-ZnCl ₂ -30%-600°C	693.378	780.479	0.888
CA-ZnCl ₂ -30%-800°C	198.716	217.118	0.915

Como se puede observar el valor de la relación I_D/I_G para el bagazo de agave y el bagazo de agave pirolizado a 600 °C es de 1.44 y 0.772, respectivamente; mientras que este valor cambia a 1.095 para K₂CO₃ y 0.888 para ZnCl₂ como activadores a la misma temperatura. Esta variación es debida a la interacción que hay entre la biomasa y los agentes activadores, causando modificaciones a la estructura original del bagazo de agave, siendo más notable el cambio cuando el ZnCl₂ es el activador. Como se mostró en la sección 2.5.4, una disminución de esta relación de intensidades indica menor cantidad de defectos estructurales y por tanto mayor estabilidad de carbón activado. En este contexto, los valores obtenidos de esta relación cuando la biomasa es pirolizada en ausencia o presencia de activador, aseguran menor cantidad de defectos que la biomasa sin tratamiento. Los menores valores de la relación I_D/I_G se logran a bajas temperaturas (400°C) para ambos activadores, siendo de 0.666 y 0.717 para K₂CO₃ y ZnCl₂, respectivamente, lo que es un indicativo de mejores características de los carbones activados preparados.

4.1.5 Índice de yodo

Para conocer la capacidad de adsorción de especies aniónicas, así como relacionar el área superficial obtenida para los carbones activados generados a partir de bagazo de agave a diferentes temperaturas además del tipo y porcentaje en peso de activador, se realizaron diversos experimentos para conocer el índice de yodo (expresado en mg I₂/g) y los resultados obtenidos se muestran en la Tabla 4.2. Como referencia se determinó el valor del índice de yodo para un carbón comercial en polvo.

Se puede observar que para la mayoría de los casos el índice de yodo aumenta al incrementar el porcentaje de activador al igual que con un incremento en la temperatura obteniendo un valor máximo de 795.43 mg I₂/g a 800 °C y 30% de activador para el K₂CO₃ y de 748.88 mg I₂/g a 400 °C y 60% de activador para el caso de ZnCl₂. Estos valores se logran debido a que mayor contenido de activador, hay mayor interacción con la superficie de la biomasa y al ser sometida a pirólisis posteriormente se tiene mayor liberación de gases CO₂ y CO como productos de la descomposición de la biomasa a temperaturas mayores (800 °C). Esto crea microporos dentro de los mesoporos acorde a lo reportado por S. Mopoung y col. [63]. El resultado obtenido para el índice de yodo concuerda con lo que se mostró en los resultados de MEB, donde se observó que existe mayor deterioro de la biomasa cuando ésta es tratada con mayor contenido de activador, así como al ser pirolizada a temperaturas mayores.

En contraste con el valor obtenido para un carbón activado comercial (1400 mg I₂/g), los valores registrados para los carbones activados preparados a partir de bagazo de agave son inferiores. No obstante, estos se encuentran dentro del rango reportado para carbones activados generados a partir de biomasa como la cáscara de coco donde se obtuvieron valores entre 474 mg I₂/g y 706 mg I₂/g [29].

Tabla 4.2 Índice de yodo obtenido para los carbones activados preparados a partir de bagazo de agave a diferentes condiciones de temperatura y porcentaje de activador.

Carbón activado	Activador	Concentración de Activador (% en peso)	Temperatura de pirólisis (°C)	Índice de Yodo (mg I₂/g)
CA-K ₂ CO ₃ -10%-400°C	K ₂ CO ₃	10	400	562.723
CA-K ₂ CO ₃ -30%-400°C		30	400	562.723
CA-K ₂ CO ₃ -60%-400°C		60	400	748.887
CA-K ₂ CO ₃ -10%-600°C		10	600	469.641
CA-K ₂ CO ₃ -30%-600°C		30	600	516.182
CA-K ₂ CO ₃ -60%-600°C		60	600	562.723
CA-K ₂ CO ₃ -10%-800°C		10	800	469.641
CA-K ₂ CO ₃ -30%-800°C		30	800	795.428
CA-K ₂ CO ₃ -60%-800°C		60	800	609.264
CA-ZnCl ₂ -10%-400°C	ZnCl ₂	10	400	562.723
CA-ZnCl ₂ -30%-400°C		30	400	702.346
CA-ZnCl ₂ -60%-400°C		60	400	748.887
CA-ZnCl ₂ -10%-600°C		10	600	376.559
CA-ZnCl ₂ -30%-600°C		30	600	516.182
CA-ZnCl ₂ -60%-600°C		60	600	562.723
CA-ZnCl ₂ -10%-800°C		10	800	469.641
CA-ZnCl ₂ -30%-800°C		30	800	655.805
CA-ZnCl ₂ -60%-800°C		60	800	655.805
Carbón activado comercial	-	-	-	1400.46

Adicionalmente, es importante mencionar que los valores de índice de yodo, son equivalentes a los valores de área superficial que se obtendría a partir de mediciones BET para los carbones activados de acuerdo con lo reportado por Mianowski y col. [41]. Así, si el índice de yodo es de 795.43 mg I₂/g (800 °C y 30% de K₂CO₃) se tiene un área superficial de 795.43 m²/g. Los valores de área superficial se encuentran dentro del rango de lo reportado para la preparación de carbones activados a partir de biomásas como la hoja de anguina [24], torta de semilla de ricino [21] y cáscara de café [26].

4.1.6 Rendimiento de preparación del carbón activado

El rendimiento de preparación de los carbones activados se evaluó a partir de la pérdida de masa durante la pirólisis y se calculó usando la ecuación 3.2. En la Figura 4.22, se resumen los valores de rendimiento de preparación de los carbones activados para las diferentes condiciones evaluadas (temperatura, tipo y concentración de activador) y para comparación se incluyen los valores de rendimiento de preparación en ausencia de activador.

Como se puede notar, la Figura 4.22 muestra que el mayor rendimiento de preparación de carbón activado (70.12%) o menor pérdida de masa se logra cuando el bagazo de agave es pirolizado sin activador a 400°C. Para esta misma muestra, al incrementar la temperatura de pirólisis, el rendimiento de preparación disminuye a 65.22% y 62.77% para 600 y 800 °C, respectivamente.

Cuando el carbón activado es preparado en presencia de activador, el rendimiento de preparación disminuye drásticamente al incrementar su contenido al igual que al aumentar la temperatura. Así para cuando se emplea el ZnCl₂, el mayor rendimiento de preparación (32.27%) fue logrado a 400°C y un contenido de activador del 10%. Por otro lado, se logró un rendimiento similar (32.9%) cuando el activador es K₂CO₃ a las mismas condiciones. Lo anterior muestra que entre el uso de K₂CO₃ o ZnCl₂, el rendimiento de preparación es muy similar, por lo que los mayores cambios están asociados al incremento de la temperatura.

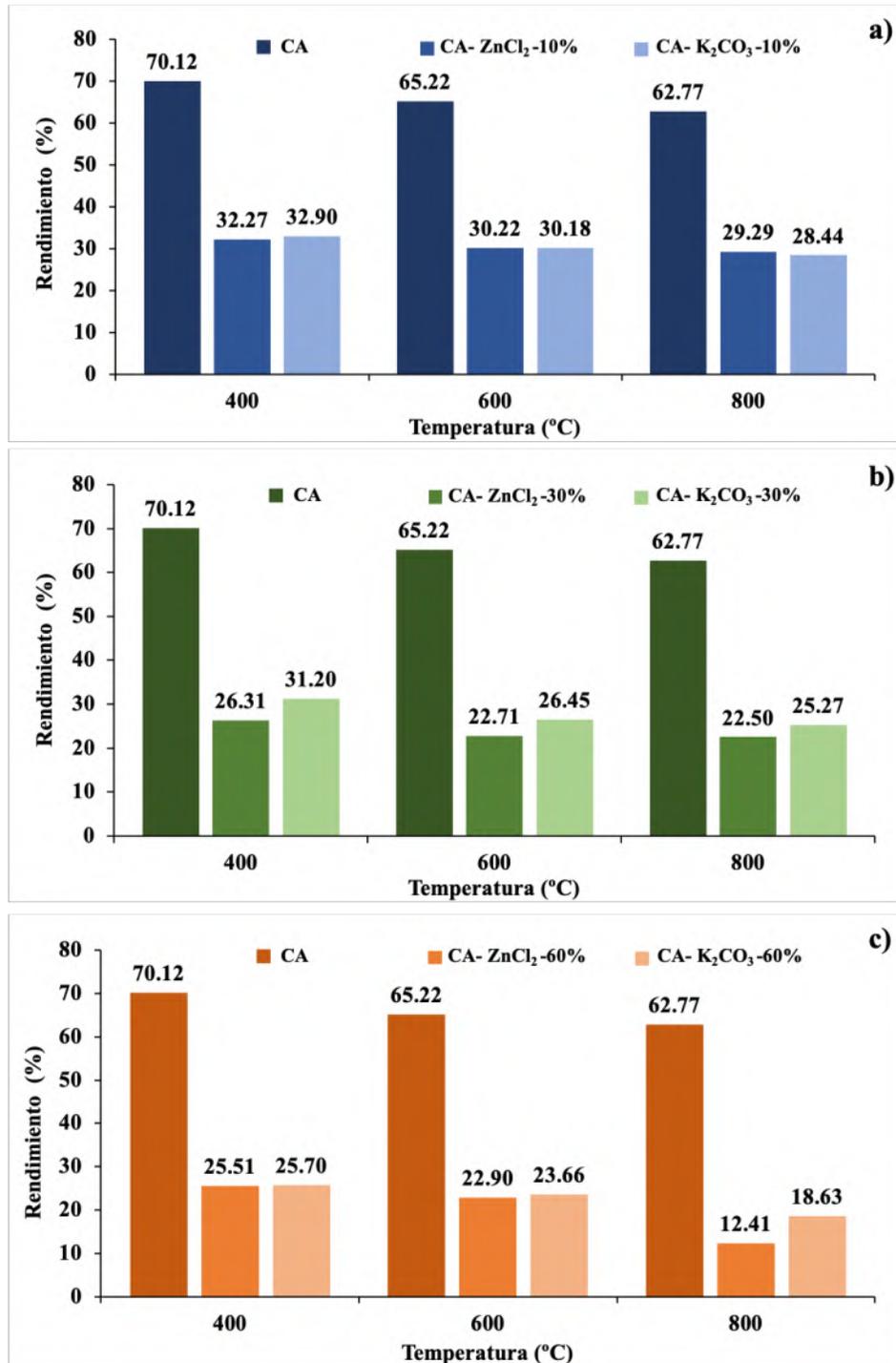


Figura 4.22 Comparación del rendimiento del carbón activado preparado a partir de bagazo de agave después del proceso de pirólisis sin agente activador, con K₂CO₃ y ZnCl₂ empleando: a) 10%, b) 30% y c) 60% de activador.

4.2 ADSORCIÓN DE $\text{Au}(\text{CN})_2^-$

4.2.1 Adsorción de $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ con bagazo de agave libre de extraíbles y con carbón activado comercial

Para evaluar el comportamiento de la adsorción del complejo $\text{Au}(\text{CN})_2^-$, primero se realizaron experimentos con el bagazo libre de extraíbles sin tratamiento de pirólisis y sin activador para conocer su capacidad de adsorción. Adicionalmente, se evaluó la adsorción con carbón activado comercial para poder realizar una comparación con los resultados que se obtuvieron con el carbón activado preparado a partir de bagazo de agave. Los resultados de adsorción de $\text{Au}(\text{CN})_2^-$, en función de la masa de adsorbente para estos dos casos se presentan en la Figura 4.23. El valor de la capacidad de adsorción q (mg/g) fue calculado a partir de la ecuación 3.2.

Es notable que el bagazo de agave libre de extraíbles no presenta afinidad por el complejo $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ para llevar a cabo la adsorción, siendo prácticamente nula. Para el carbón activado comercial, se puede observar que a cantidades muy pequeñas de carbón activado como lo es el caso de 0.01 g no se lleva a cabo el proceso de adsorción de complejos de $\text{Au}(\text{CN})_2^-$. Sin embargo, al analizar valores de la capacidad de adsorción para masas mayores como en el caso de 0.1 g se logra un valor de 2.61 mg/g siendo el máximo observado en la Figura 4.23. A medida que la masa de carbón activado va aumentando los valores de capacidad de adsorción van disminuyendo. Esto se debe a que al aumentar la masa de carbón activado comercial se incrementan los sitios activos disponibles para la adsorción.

El porcentaje de adsorción de $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ se calculó a partir de la ecuación 3.3 y el resultado se presenta en la Figura 4.24. Contrario al comportamiento de la capacidad de adsorción, el porcentaje de adsorción de $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ por el carbón activado comercial aumenta conforme se incrementa la cantidad de masa. Para masas de 0.2 g de carbón activado el porcentaje de adsorción es de 71.11 % mientras que para la masa de 0.5 g se logra un porcentaje de 80.14%. Los cambios que existen entre la masa de 0.5 y 0.7 g no son sustanciales y solo se alcanzan porcentajes de adsorción de 89.16 %. En el caso del bagazo de agave, el máximo porcentaje de adsorción obtenido fue de 0.5%, sin observarse un incremento con la masa, lo que muestra su baja afinidad por el complejo.

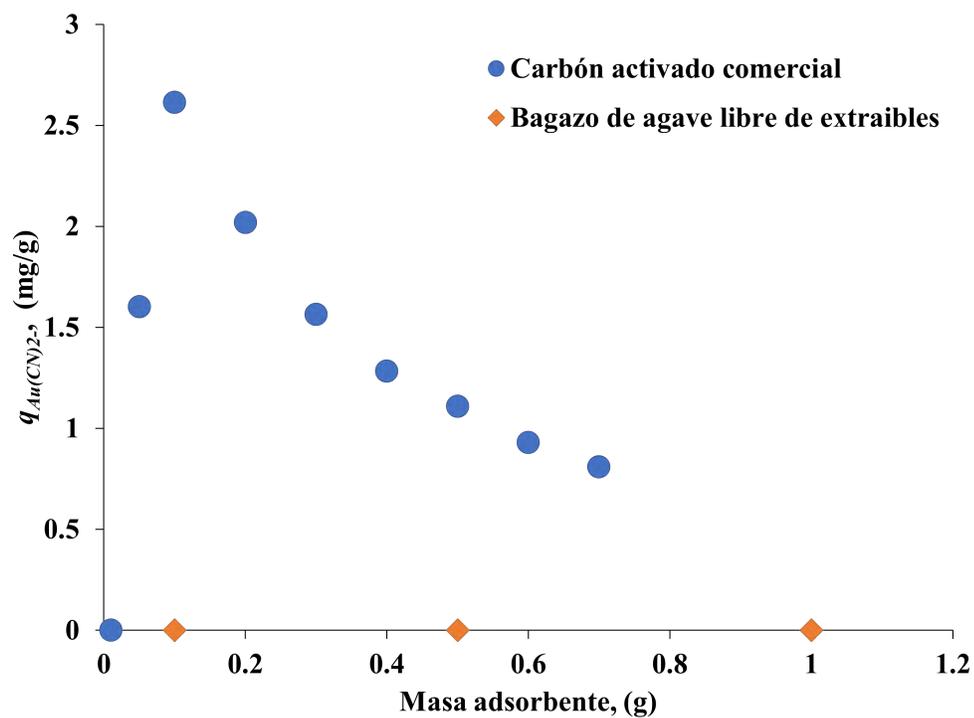


Figura 4.23 Efecto de la masa de adsorbente (bagazo de agave y carbón activado comercial) en la capacidad de adsorción de $Au(CN)_2^-$. $[Au(CN)_2^-]_0 = 12.89$ mg/L, pH=11, V=50 mL. Velocidad de agitación 250 rpm, tiempo 30 min, T ambiente.

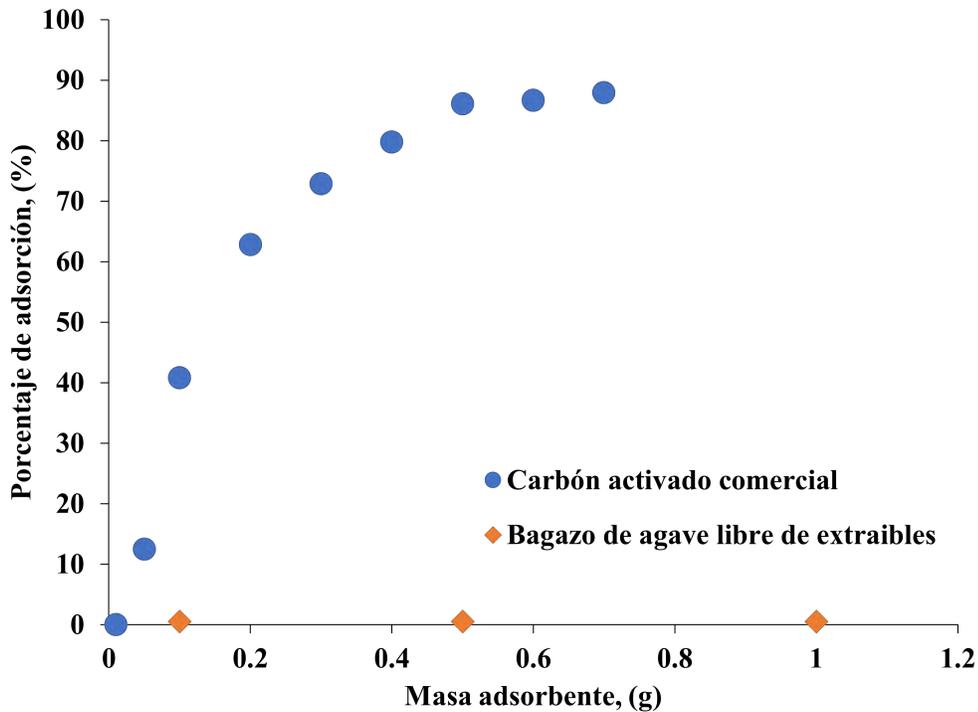


Figura 4.24 Efecto de la masa de adsorbente (bagazo de agave y carbón activado comercial) en el porcentaje de adsorción de $\text{Au}(\text{CN})_2^-$. $[\text{Au}(\text{CN})_2^-]_0 = 10.2 \text{ mg/L}$, $\text{pH}=11$, $V=50 \text{ mL}$. Velocidad de agitación 250 rpm, tiempo 30 min, T ambiente.

4.2.2 Adsorción de $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ con carbón activado preparado a partir de bagazo de agave

Se realizaron experimentos de adsorción del complejo $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ con las muestras de carbón activado obtenidos a las diferentes condiciones de activación como se mostró en la Tabla 3.1. En cada caso, fue calculado el valor de la capacidad de adsorción $q_{\text{Au}(\text{CN})_2^-}$ así como el porcentaje de adsorción a partir de las ecuaciones 3.2 y 3.3, respectivamente.

En la Figura 4.25 se reportan los resultados obtenidos del proceso de adsorción con 0.1 g de carbón activado con K_2CO_3 . Como se puede apreciar los carbones activados presentan afinidad para llevar a cabo la adsorción del complejo de $\text{Au}(\text{CN})_2^-$. Los resultados mostraron que el proceso de activación influye en la capacidad de adsorción, siendo mayor para los carbones activados con mayor contenido de K_2CO_3 . La capacidad de adsorción de $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ que presenta el carbón

activado con 10% de activador y a 400°C, fue de 2.91 mg/g mientras que para un contenido de activador del 60% a la misma temperatura, se logra una capacidad de adsorción de 7.42 mg/g. Este resultado muestra que el K_2CO_3 promueve la generación de porosidad y sitios activos para la adsorción del complejo aniónico. También es notable un efecto creciente en la capacidad de adsorción con la temperatura de activación siendo más notable para el caso de 30% de activador; para 400, 600 y 800°C se obtienen valores de capacidad de adsorción de $Au(CN)_2^-$ de 5.14, 5.58 y 6.79 mg/g, respectivamente. Para 60% de activador ocurre el efecto contrario, a mayor temperatura de activación la capacidad de adsorción es menor, teniendo así valores de 7.42, 6.44 y 6.60 mg/g para 400, 600 y 800°C, respectivamente.

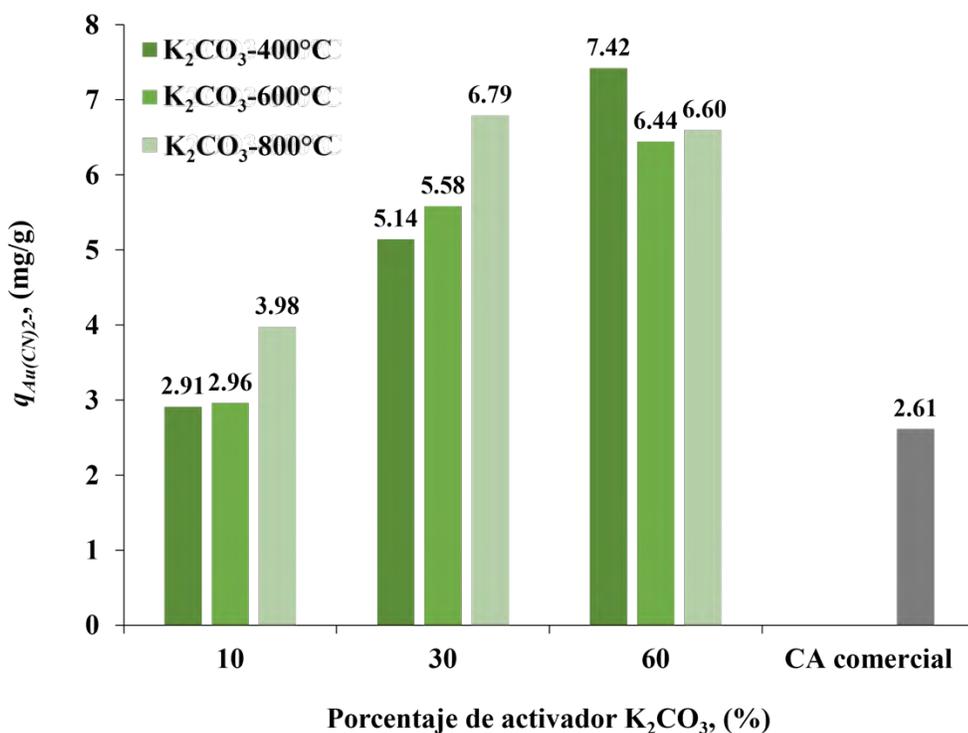


Figura 4.25 Capacidad de adsorción de $Au(CN)_2^-$ por carbones activados preparados con diferentes contenidos de K_2CO_3 y temperaturas. Adsorción: $[Au(CN)_2^-]_0 = 12.1$ mg/L, pH=11, V=50 mL, $w_{CA}=0.1$ g. Velocidad de agitación 250 rpm, tiempo 30 min, T ambiente.

Para el caso de la capacidad de adsorción de $Au(CN)_2^-$ que se obtiene con los carbones activados usando $ZnCl_2$ (Figura 4.26), se obtiene un comportamiento diferente al observado con el K_2CO_3 . En general, la capacidad de adsorción es mayor para bajos contenidos de activador (10%) teniendo

poco efecto la temperatura; 7.03, 6.39 y 6.90 mg/g para 400, 600 y 800°C, respectivamente. Es notable, que la capacidad de adsorción de $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ disminuye drásticamente cuando el porcentaje de ZnCl_2 empleado en la activación es de 30 y 60%. Esto se relaciona con el deterioro excesivo de la estructura de las fibras y el colapso de las paredes observado en las micrografías de las Figuras 4.10 y 4.11. Los valores obtenidos de q para los carbones activados con 30 y 60% son menores a 1 mg/g para la mayoría de los casos, reflejando una menor afinidad por el complejo de $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ respecto al activador K_2CO_3 .

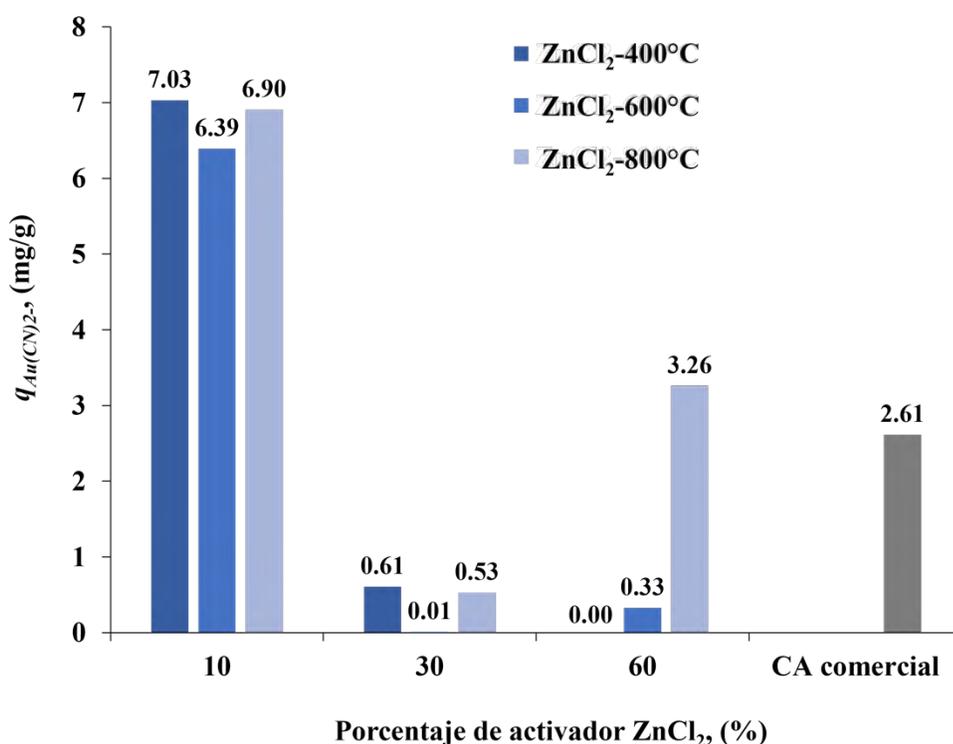


Figura 4.26 Capacidad de adsorción de $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ por carbones activados preparados con diferentes contenidos de ZnCl_2 y temperaturas. Adsorción: $[\text{Au}(\text{CN})_2^-]_0 = 12.1 \text{ mg/L}$, $\text{pH}=11$, $V=50 \text{ mL}$, $w_{CA}=0.1 \text{ g}$. Velocidad de agitación 250 rpm, tiempo 30 min, T ambiente.

En las Figuras 4.25 y 4.26, fue incluido el valor de la capacidad de adsorción de $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ por el carbón activado comercial, donde se tiene un valor de 2.61 mg/g para las mismas condiciones de adsorción empleadas con los carbones activados preparados a partir de bagazo de agave. Este valor es inferior a las capacidades de adsorción logrados con carbones activados con K_2CO_3 , incluso en condiciones de bajo contenido de activador y baja temperatura (10% y 400 °C). En cuanto a la

comparación de los carbones activados preparados con ZnCl_2 con el carbón activado comercial; aquellos preparados con bajo contenido de activador (10%) ofrecen mejor capacidad de adsorción de $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ que el carbón activado comercial. Estas diferencias tan notables, se deben a que el carbón activado comercial es un material con alta capacidad de adsorción de diversas especies, principalmente neutras y catiónicas, no aniónicas como el $\text{Au}(\text{CN})_2^-$, por lo que es poco selectivo. Así el uso de los activadores K_2CO_3 y ZnCl_2 promueven la generación de sitios activos para la adsorción de aniones, lo que confiere al carbón activado preparado a partir de bagazo de agave mayor afinidad por este tipo de especies.

De acuerdo a lo reportado en la literatura, los sistemas de adsorción de $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ usando carbones activados preparados a partir de biomásas, requieren de tiempos largos de adsorción: 2 horas, hueso de durazno [28]; 3 horas, cáscara de coco [50]; y 8 horas para cáscara de macadamia [3] y cáscara de avellana [32]. No obstante, los resultados obtenidos en este trabajo mostraron buenas capacidades de adsorción en un tiempo de 30 min lo que da ventaja con respecto a otros sistemas de adsorción de $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ reportados usando carbones activados a partir de biomásas.

En las Figuras 4.27a y b, se incluyen los resultados para el porcentaje de adsorción obtenidos con las muestras de carbón activado a las diferentes condiciones de activación para K_2CO_3 y ZnCl_2 , respectivamente. Los porcentajes de adsorción siguen la misma tendencia que la capacidad de adsorción siendo dependientes de las condiciones de activación. Para el caso del K_2CO_3 , el porcentaje de adsorción es creciente con el contenido de activador, así como con la temperatura de activación (Figura 4.27a). Para el carbón activado con 60% de K_2CO_3 y 400°C , se logra un 99.88% de adsorción siendo el máximo obtenido. En contraste, solo el 40.77% de $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ es adsorbido por el carbón activado comercial.

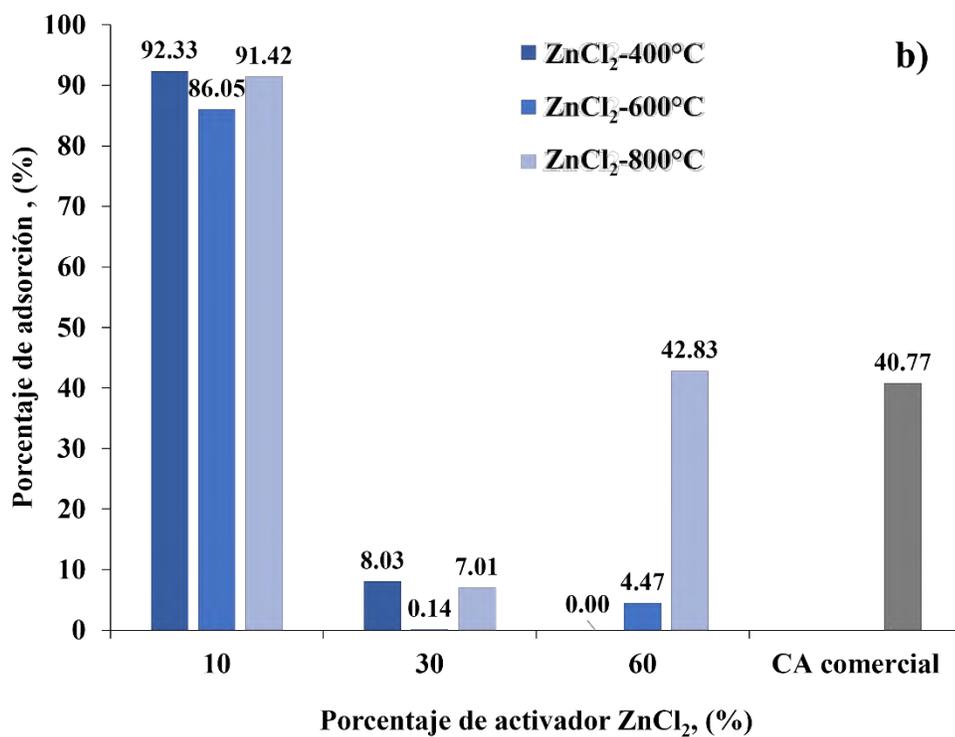
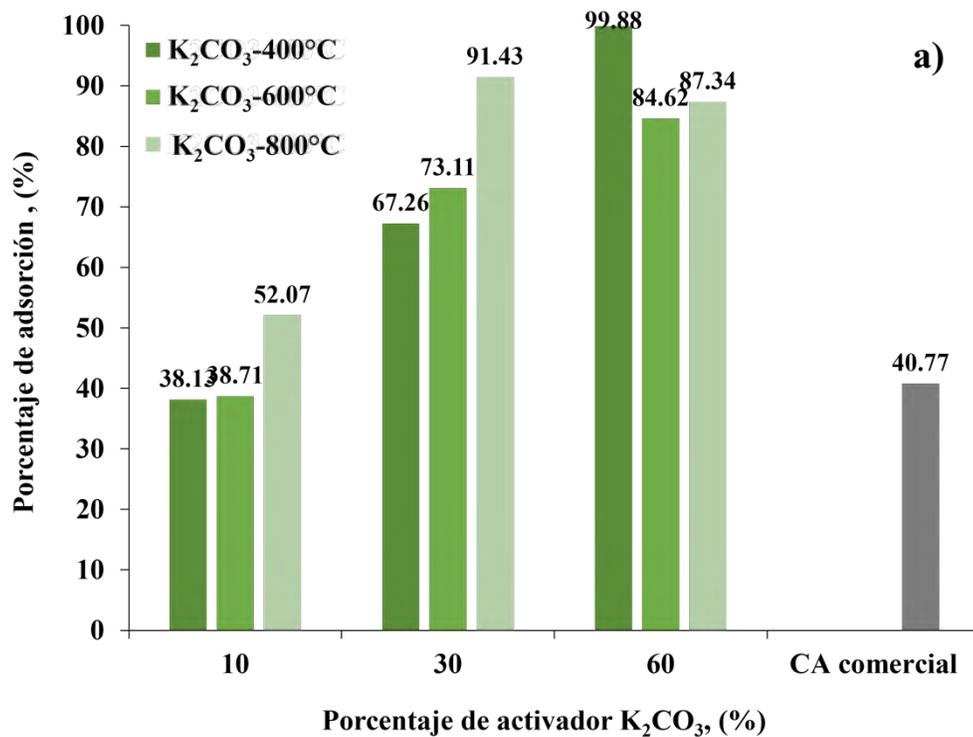


Figura 4.27 Porcentaje de adsorción de $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ por carbones activados preparados con: a) K_2CO_3 y b) ZnCl_2 a diferentes condiciones. Adsorción: $[\text{Au}(\text{CN})_2^-]_0 = 12.1 \text{ mg/L}$, $\text{pH}=11$, $V=50 \text{ mL}$, $w_{CA}=0.1 \text{ g}$. Velocidad de agitación 250 rpm, tiempo 30 min, T ambiente.

Por otro lado, se logran porcentajes de adsorción alrededor de 92.33, 86.05 y 91.42% cuando el ZnCl_2 es empleado como activador en 10% a temperaturas de 400, 600 y 800°C, respectivamente (Figura 4.27b). Estos porcentajes caen drásticamente cuando se eleva la concentración del activado.

Se realizaron experimentos adicionales con 0.2 g de muestra de algunos carbones activados preparados a partir de bagazo de agave a diferentes condiciones. Los resultados de capacidad de adsorción y porcentaje de adsorción de $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ se condensan en la Figura 4.28, donde además se incluyen los valores obtenidos para 0.1 g con fines de comparación.

Se aprecia que, al aumentar la masa de carbón activado para llevar a cabo la adsorción (Figura 4.28a), los valores obtenidos para la capacidad de adsorción de $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ empleando el $\text{CA-K}_2\text{CO}_3$ -10%-400°C, disminuyen ligeramente modificándose de 2.91 a 2.24 mg/g para 0.1 y 0.2 g, respectivamente. El mismo comportamiento se observa para el $\text{CA-K}_2\text{CO}_3$ -10%-800°C. Por otro lado, para los carbones activados con ZnCl_2 , se muestra que para todas las condiciones el valor de la capacidad de adsorción disminuye con un incremento en la masa, aunque dada la baja afinidad de estas muestras por el complejo $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ estos valores son muy pequeños (0.14 mg/g) e incluso cercanos a cero en algunos casos (Figura 2.28a).

Con respecto a los porcentajes de adsorción mostrados en la Figura 2.28b, se observa que, estos aumentan al incrementar la masa de carbón activado, excepto para aquellos casos en los que los carbones activados fueron preparados con ZnCl_2 . Esto sugiere que un aumento de masa en el proceso de adsorción no favorece al rendimiento para ninguno de estos carbones activados, con lo que los sitios activos durante su preparación no son afines para lograr la adsorción del complejo $\text{Au}(\text{CN})_2^-$.

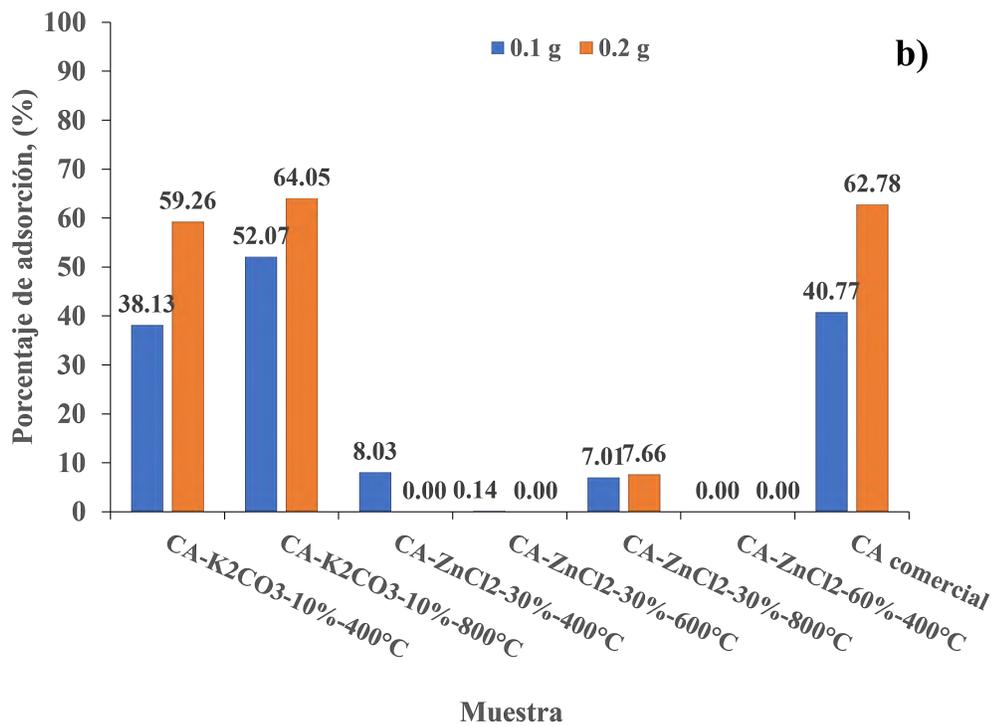
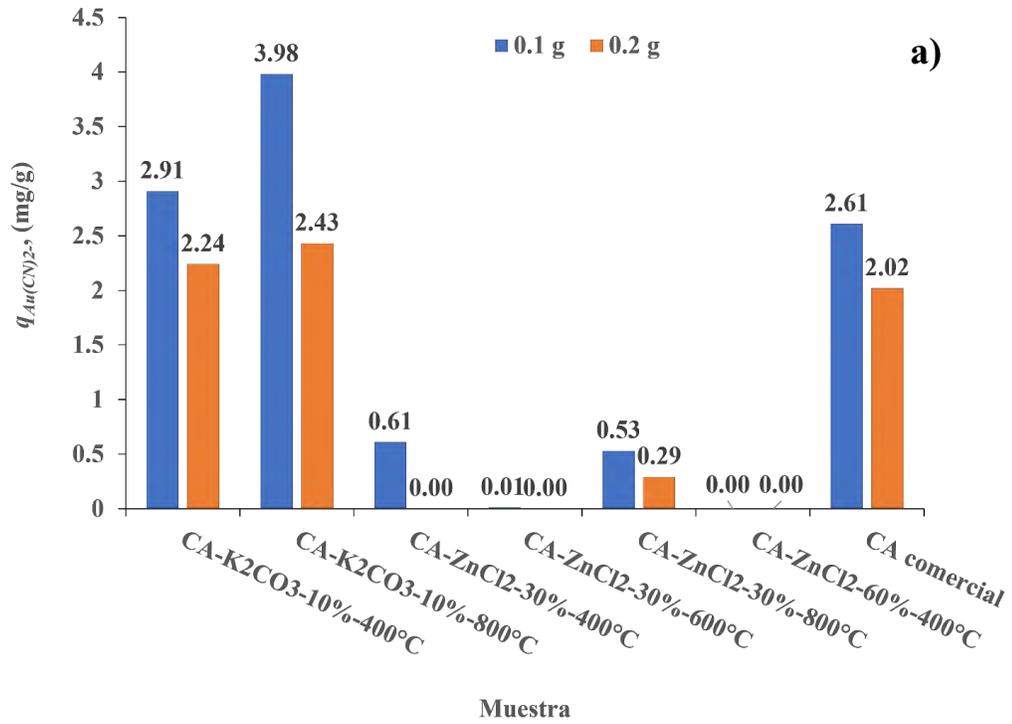


Figura 4.28 a) Capacidad de adsorción y b) porcentaje de adsorción de $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ para diferentes masas de carbones activados. Adsorción: $[\text{Au}(\text{CN})_2^-]_0 = 12.1 \text{ mg/L}$, $\text{pH}=11$, $V=50 \text{ mL}$, $w_{CA}=0.1$ y 0.2 g . Velocidad de agitación 250 rpm , tiempo 30 min , T ambiente.

De acuerdo a lo mostrado en la Tabla 4.2, ambos tipos de activadores mostraron valores de índice de yodo importantes por lo que promueven la generación de poros asociada un valor de área superficial. No obstante, a pesar estos resultados, la afinidad por el complejo $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ es diferente como se presentó en las Figuras 4.25 a 4.28. Este resultado se puede relacionar con el tamaño de poro que se genera durante la activación al emplear ya sea K_2CO_3 o ZnCl_2 . Mientras que la determinación del índice de yodo supone la adsorción de I_2 en el carbón activado, la molécula es de un tamaño pequeño (0.49 nm) [64] con respecto al del complejo $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ que tiene un tamaño de 0.79 nm [65]. En base a lo anterior, los carbones activados con K_2CO_3 , tienen poros de mayor tamaño que los generados con ZnCl_2 , lo que permite que el complejo sea capaz de adsorberse lo que explica el comportamiento de adsorción observado. Así, para lograr la adsorción de $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ las mejores condiciones de preparación de carbón activado a partir de bagazo de agave corresponden a 60% de K_2CO_3 y 400 °C, bajo estas condiciones el carbón activado resultante ofrece una capacidad de adsorción 7.42 mg/g y un porcentaje de adsorción de 99.88%.

CAPÍTULO 5. CONCLUSIONES

A partir de los resultados obtenidos en este trabajo de investigación, se desprenden las siguientes conclusiones:

- Después del proceso de pirólisis los resultado de DRX mostraron picos correspondientes a los compuestos principales del bagazo de agave: lignina, celulosa y hemicelulosa, así como la presencia de picos relacionados a oxalato de calcio que es comúnmente encontrado en plantas. La modificación de los picos fue más notoria al aumentar la temperatura en el proceso de pirólisis. Después del lavado del carbón activado, los difractogramas revelaron un comportamiento amorfo en las muestras.
- Las imágenes de microscopía electrónica de barrido permitieron evidenciar la modificación superficial que sufre el bagazo de agave al someterse a diferentes procesos de pirólisis (con K_2CO_3 o $ZnCl_2$ y sin activador). Al aumentar el porcentaje de concentración en ambos activadores se observó el desarrollo de porosidad. Esto combinado con un aumento de temperatura, promovió mayor porosidad despejando los túbulos que conforman a las fibras sometidas al proceso de pirólisis.
- En cuanto a los resultados de FTIR las bandas obtenidas mostraron los grupos funcionales correspondientes a lignina, celulosa y hemicelulosa. Después del proceso de pirólisis estas bandas fueron modificadas a medida que aumenta la concentración del agente activador y la temperatura, demostrando que el activador destruye la estructura inicial de la biomasa.
- A partir de los espectros Raman, se obtuvo que la relación entre la banda D y G disminuye cuando la biomasa es pirolizada en ausencia o presencia de activador, asegurando menor cantidad de defectos que la biomasa sin tratamiento.
- En cuanto al rendimiento de preparación de carbón activado, el porcentaje mayor alcanzado fue de 70.12% para el bagazo de agave pirolizado sin activador a 400°C. Cuando el carbón activado es preparado en presencia de activador, el rendimiento de preparación disminuye a 32.9% para K_2CO_3 , mientras que para $ZnCl_2$ se obtuvo un 32.27%, en ambos casos usando un 10% de activador y 400°C.
- El índice de yodo permitió evaluar la capacidad de adsorción de aniones de los carbones activados preparados a partir de bagazo de agave, así como relacionar ésta con el área

superficial generada durante la activación. Los carbones activados mostraron un valor de índice de yodo entre 376.55 y 795.42 mg I₂/g.

- Para el proceso de adsorción de Au(CN)₂⁻ con carbón activado se requiere poner en contacto 0.5 g de carbón activado comercial para obtener rendimientos de adsorción de 86%. La capacidad máxima de adsorción fue de 2.12 mg/g para carbón activado comercial, mientras que para el bagazo de agave sin tratamiento la adsorción es prácticamente nula.
- El proceso de activación mostró ser de gran influencia en la capacidad de adsorción de Au(CN)₂⁻. Para el uso de K₂CO₃ como activador (60%), los valores máximos de adsorción fueron de 7.42, 6.44 y 6.60 mg/g para 400, 600 y 800°C, respectivamente. Bajo estas condiciones se aseguran porcentajes de adsorción de 99.88, 84.63 y 87.34%, lo que es superior a carbón activado comercial (40.77%) evaluado a las mismas condiciones (0.1 g de carbón activado, 30 min). La capacidad de adsorción de Au(CN)₂⁻ por los carbones activados con ZnCl₂ fue mayor para bajos contenidos de activador (10%) teniendo poco efecto la temperatura: 7.03, 6.39 y 6.90 mg/g para 400, 600 y 800°C, respectivamente. Sin embargo, para 30 y 60% de activador, la capacidad de adsorción disminuyó drásticamente.
- Se seleccionaron las mejores condiciones de preparación de carbón activado a partir de bagazo de agave que corresponden a 60% de K₂CO₃ y 400 °C. Bajo estas condiciones, el carbón activado resultante ofrece una capacidad de adsorción 7.42 mg/g y un porcentaje de adsorción de Au(CN)₂⁻ del 99.88%, lo que demuestra que el bagazo de agave es un residuo que puede ser empleado para la preparación de carbones activados con aplicación específica.

RECOMENDACIONES Y TRABAJO FUTURO

- Una vez encontradas las mejores condiciones de preparación de carbones activados (60% de K_2CO_3 y 400 °C) con afinidad por $Au(CN)_2^-$, se propone evaluar de forma exhaustiva el sistema de adsorción para conocer la cinética y la capacidad máxima de adsorción, así como su respectivo modelado.
- Se recomienda valorar el proceso de activación con $ZnCl_2$ a menores porcentajes de activación (<10%), dado que los resultados obtenidos permiten deducir una mejora en el comportamiento de adsorción.
- Es recomendable evaluar además la selectividad que presentan los carbones activados por otros especies tanto aniónicas como neutras y catiónicas que puedan estar presentes en los lixiviados de minerales auríferos, lo que permita conocer su potencial aplicación en hidrometalurgia.
- El uso de este tipo de carbones activados para remoción de otros tipo de especies contaminantes (metales pesados, colorante, compuestos orgánicos) puede extender la aplicación que se pueda dar a este tipo de materiales.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] J. B. Hiskey and V. P. Atluri, “Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review : Dissolution Chemistry of Gold and Silver in Different Lixiviants Dissolution Chemistry of Gold and Silver in Different,” *Miner. Process. Extr. Metall. Rev.*, vol. 4, no. April 2013, pp. 95–134, 1988, doi: 10.1080/08827508808952634.
- [2] C. A. Fleming, “Hydrometallurgy of precious metals recovery,” *Hydrometallurgy*, vol. 30, pp. 127–162, 1992.
- [3] R. Tsolele, F. M. Mtunzi, M. J. Klink, and V. E. Pakade, “An alternative low-cost adsorbent for gold recovery from cyanide-leached liquors: Adsorption isotherm and kinetic studies,” *Adsorpt. Sci. Technol.*, vol. 37, no. 1–2, pp. 3–23, 2019, doi: 10.1177/0263617418802557.
- [4] D. Lakherwal, “Adsorption of heavy metals: A review,” *Int. J. Environ. Res. Dev.*, vol. 4, no. 1, pp. 41–48, 2014, doi: 10.1007/978-981-10-1950-0_8.
- [5] R. C. Bansal and M. Goyal, *Activated carbon adsorption*. CRC Press, 2005.
- [6] G. W. Castellan and M. E. C. Basín, *Fisicoquímica*, Segunda Ed. México: Addison-Wesley Iberoamericana, 1998.
- [7] E. Schröder, K. Thomauske, B. Oechsler, S. Herberger, S. Baur, and A. Hornung, “Activated Carbon from Waste Biomass,” *Intech*, vol. i, p. 13, 2012, doi: 10.1016/j.colsurfa.2011.12.014.
- [8] O. Ioannidou and A. Zabaniotou, “Agricultural residues as precursors for activated carbon production-A review,” *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, vol. 11, no. 9. pp. 1966–2005, Dec. 2007, doi: 10.1016/j.rser.2006.03.013.
- [9] C. Nieto-Delgado, M. Terrones, and J. R. Rangel-Mendez, “Development of highly microporous activated carbon from the alcoholic beverage industry organic by-products,” *Biomass and Bioenergy*, vol. 35, no. 1, pp. 103–112, 2011, doi: 10.1016/j.biombioe.2010.08.025.
- [10] M. A. Yahya, Z. Al-Qodah, and C. W. Z. Ngah, “Agricultural bio-waste materials as

- potential sustainable precursors used for activated carbon production: A review,” *Renew. Sustain. Energy Rev.*, vol. 46, pp. 218–235, 2015, doi: 10.1016/j.rser.2015.02.051.
- [11] A. M. Fernández Macedo, “Caracterización y aplicación de bagazo de agave como biosorbente para la remoción de Cd(II) de medios acuosos,” Facultad de Ingeniería Química. Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Morelia, 2019.
- [12] S. Kestur G., T. H. S. Flores-Sahagun, L. P. Dos Santos, J. Dos Santos, I. Mazzaro, and A. Mikowski, “Characterization of blue agave bagasse fibers of Mexico,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 45, pp. 153–161, Feb. 2013, doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2012.09.001>.
- [13] J. Saucedo-Luna, A. J. Castro-Montoya, M. M. Martinez-Pacheco, C. R. Sosa-Aguirre, and J. Campos-Garcia, “Efficient chemical and enzymatic saccharification of the lignocellulosic residue from Agave tequilana bagasse to produce ethanol by *Pichia caribbica*,” *J. Ind. Microbiol. Biotechnol.*, vol. 38, no. 6, pp. 725–732, 2011, doi: 10.1007/s10295-010-0853-z.
- [14] D. F. Cholico-González, N. Ortiz Lara, S. M. M. Alberto, R. Morales Estrella, R. Escudero García, and C. A. León Patiño, “Efficient Metallization of Magnetite Concentrate by Reduction with Agave Bagasse as Source of Reducing Agents,” *Int. J. Miner. Metall. Mater.*, vol. 28, no. 4, pp. 603–611, 2021.
- [15] J. Marsden and I. House, *The Chemistry of Gold Extraction*, Segunda Ed. Colorado, USA: Society for Mining, Metallurgy, and Exploration, 2006.
- [16] I. S. Kwak *et al.*, “Sequential process of sorption and incineration for recovery of gold from cyanide solutions: Comparison of ion exchange resin, activated carbon and biosorbent,” *Chem. Eng. J.*, vol. 165, no. 2, pp. 440–446, 2010, doi: 10.1016/j.cej.2010.09.027.
- [17] Y. F. Jia, C. J. Steele, I. P. Hayward, and K. M. Thomas, “Mechanism of adsorption of gold and silver species on activated carbons,” *Carbon N. Y.*, vol. 36, no. 9, pp. 1299–1308, 1998, doi: 10.1016/S0008-6223(98)00091-8.
- [18] W. Stange, “The process design of gold leaching and carbon-in-pulp circuits,” *J. South African Inst. Min. Metall.*, vol. 99, no. 1, pp. 13–25, 1999.

- [19] M. H. El-Naas and Manal. A. Alhaija, "Modeling of Adsorption Processes," in *Mathematical Modelling*, Christopher R. Brennan, Ed. Nova Publishers, Inc., 2011, pp. 1–22.
- [20] S. P. Sipangkar, M. Fatkhurrahman, and F. Al Farouq, "Utilization of coconut husk waste in the preparation of activated carbon by using chemical activators of KOH and NaOH Utilization of Coconut Husk Waste in the Preparation of Activated Carbon by Using Chemical Activators of KOH and NaOH," *AIP Conf. Proc.* 2255, vol. 060026, no. September, 2020.
- [21] L. M. Ferreira, R. R. de Melo, A. S. Pimenta, T. K. B. de Azevedo, and C. B. de Souza, "Adsorption performance of activated charcoal from castor seed cake prepared by chemical activation with phosphoric acid," *Biomass Convers. Biorefinery*, 2020, doi: 10.1007/s13399-020-00660-x.
- [22] W. K. Buah, J. S. Y. Kuma, T. Williams, and S. A. Ndur, "Activated Carbon Prepared in a Novel Gas Fired Static Bed Pyrolysis-Gasification Reactor for Gold Di-Cyanide Adsorption," *Ghana Min. J.*, vol. 15, no. 2, pp. 58–64, 2015.
- [23] Y. Ueki *et al.*, "Reaction behavior during heating biomass materials and iron oxide composites," *Fuel*, vol. 104, pp. 58–61, 2013, doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.fuel.2010.09.019>.
- [24] T. Taslim, M. N. Sari, A. Apriwandi, and E. Taer, "Activated carbon material based on angsana leaves (*Pterocarpus indicus*) prepared by ZnCl₂ activation method as electrode for high performance supercapacitor," *AIP Conf. Proc.* 2219, vol. 2220, p. 050003, 2020, doi: 10.1063/5.0003186.
- [25] H. M. Mozammel, O. Masahiro, and S. C. Bhattacharya, "Activated charcoal from coconut shell using ZnCl₂ activation," *Biomass and Bioenergy*, vol. 22, no. 5, pp. 397–400, 2002, doi: 10.1016/S0961-9534(02)00015-6.
- [26] M. L. and K. S. T. E. A.F. Kokora, K.N. Aboua, K.R. N'guettia, B.D. Soro, L.D. Kouadio, "Characterization of Activated Carbon Synthesized from Coffee Hulls," *J. Basic Environ. Sci.*, vol. 7, pp. 22–26, 2020.
- [27] G. E. J. Poinern, G. Senanayake, N. Shah, X. N. Thi-Le, G. M. Parkinson, and D. Fawcett,

- “Adsorption of the aurocyanide, Au (CN)₂⁻ complex on granular activated carbons derived from macadamia nut shells - A preliminary study,” *Miner. Eng.*, vol. 24, no. 15, pp. 1694–1702, 2011, doi: 10.1016/j.mineng.2011.09.011.
- [28] T. C. Maponga and C. Mahamadi, “Efficient Au(CN)₂⁻ adsorption using peach stone-derived granular activated carbon,” *Sci. Rep.*, vol. 9, no. 1, pp. 1–12, 2019, doi: 10.1038/s41598-019-39964-y.
- [29] Z. M. Tun, Z. M. Myat, T. T. Win, and Y. M. Maung, “Characterization of activated carbons from coconut and peanut shells biomass,” *J. Myanmar Acad. Arts Sci.*, vol. XVIII, no. 2, pp. 65–74, 2020.
- [30] H. Siruru, W. Syafii, I. N. J. Wistara, G. Pari, and I. Budiman, “Properties of sago waste charcoal using hydrothermal and pyrolysis carbonization,” *Biomass Convers. Biorefinery*, 2020, doi: 10.1007/s13399-020-00983-9.
- [31] C. E. F. da C. Leandro S. Queiroz, Luiz K.C. de Souza, Kelly Taise C. Thomaz, Erika Tallyta Leite Lima, Geraldo N. da Rocha Filho, Luis Adriano S. do Nascimento, Luiza H. de Oliveira Pires, Kelson do Carmo Freitas Faial, “Activated carbon obtained from amazonian biomass tailings (acai seed): Modification, characterization, and use for removal of metal ions from water,” *J. Environ. Manage.*, vol. 270, no. January, p. 110868, 2020, doi: 10.1016/j.jenvman.2020.110868.
- [32] M. Yalcin and A. I. Arol, “Gold cyanide adsorption characteristics of activated carbon of non-coconut shell origin,” *Hydrometallurgy*, vol. 63, no. 2, pp. 201–206, 2002, doi: 10.1016/S0304-386X(01)00203-1.
- [33] M. T. Tung, V. D. Luong, P. M. Trang, L. Van Tuyen, H. T. Bich Thuy, and N.-L. Wu, “The synthesis and characterization of high purity mixed microporous/mesoporous activated carbon from rice husk,” *Vietnam J. Chem.*, vol. 56, no. 6, pp. 684–688, 2018, doi: 10.1002/vjch.201800070.
- [34] F. Márquez-Montesino, N. Torres-Figueroa, A. Lemus-Santana, and F. Trejo, “Activated Carbon by Potassium Carbonate Activation from Pine Sawdust (*Pinus montezumae* Lamb.),” *Chem. Eng. Technol.*, vol. 43, no. 9, pp. 1716–1725, 2020, doi: 10.1002/ceat.202000051.

- [35] T. Jamnongkan *et al.*, “Study of the Enhancements of Porous Structures of Activated Carbons Produced from Durian Husk Wastes,” *Sustainability*, vol. 14, no. 10. 2022, doi: 10.3390/su14105896.
- [36] Z. Deng *et al.*, “Modification of coconut shell-based activated carbon and purification of wastewater,” *Adv. Compos. Hybrid Mater.*, vol. 4, no. 1, pp. 65–73, 2021, doi: 10.1007/s42114-021-00205-4.
- [37] A. O. Basheer, M. M. Hanafiah, M. A. Alsaadi, Y. Al-Douri, and A. A. Al-Raad, “Synthesis and optimization of high surface area mesoporous date palm fiber-based nanostructured powder activated carbon for aluminum removal,” *Chinese J. Chem. Eng.*, vol. 32, pp. 472–484, 2021, doi: <https://doi.org/10.1016/j.cjche.2020.09.071>.
- [38] E. Scapin *et al.*, “Activated carbon from rice husk biochar with high surface area,” *Biointerface Res. Appl. Chem.*, vol. 11, no. 3, pp. 10265–10277, 2021, doi: 10.33263/BRIAC113.1026510277.
- [39] X. F. Li, W. ting Chen, and L. Q. Dou, “Activated Carbon Prepared from Alternanthera philoxeroides Biomass by One-step K₂CO₃ Activation,” *BioResources*, vol. 12, no. 2, pp. 3340–3350, 2017, doi: 10.15376/biores.12.2.3340-3350.
- [40] ASTM International, *D 4607-94 Standard Test Method for Determination of Iodine Number of Activated Carbon*. West Conshohocken, PA. United States, 2006, pp. 1–5.
- [41] A. Mianowski, M. Owczarek, and A. Marecka, “Surface Area of Activated Carbon Determined by the Iodine Adsorption Number,” *Energy Sources, Part A Recover. Util. Environ. Eff.*, vol. 29, no. 9, pp. 839–850, May 2007, doi: 10.1080/00908310500430901.
- [42] Consejo Regulador del Tequila, “Información Estadística. Consumo de agave para Tequila y Tequila 100% de agave.,” 2022. <https://www.crt.org.mx/EstadisticasCRTweb/> (accessed Jul. 07, 2022).
- [43] M. C. Cedeño, “Tequila Production,” *Crit. Rev. Biotechnol.*, vol. 15, no. 1, pp. 1–11, Jan. 1995, doi: 10.3109/07388559509150529.
- [44] L. H. Velazquez-Jimenez, A. Pavlick, and J. R. Rangel-Mendez, “Chemical characterization of raw and treated agave bagasse and its potential as adsorbent of metal cations from water,” *Ind. Crops Prod.*, vol. 43, pp. 200–206, May 2013, doi:

<http://dx.doi.org/10.1016/j.indcrop.2012.06.049>.

- [45] A. Bessadok, D. Langevin, F. Gouanvé, C. Chappey, S. Roudesli, and S. Marais, “Study of water sorption on modified Agave fibres,” *Carbohydr. Polym.*, vol. 76, no. 1, pp. 74–85, Mar. 2009, doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2008.09.033>.
- [46] A. Álvarez Rodríguez, C. Pizarro Garcia, and M.-B. Folgueras Díaz, “Caracterización química de biomasa y su relación con el poder calorífico,” *Repos. Inst. la Univ. Oviedo*, pp. 1–12, 2012.
- [47] C. Hernández *et al.*, “Wheat straw, corn stover, sugarcane, and Agave biomasses: chemical properties, availability, and cellulosic-bioethanol production potential in Mexico,” *Biofuels, Bioprod. Biorefining*, vol. 13, no. 5, pp. 1143–1159, 2019, doi: [10.1002/bbb.2017](https://doi.org/10.1002/bbb.2017).
- [48] C. R. Ramirez-Cortina, M. S. Alonso-Gutierrez, and L. Rigal, “Valorización de residuos agroindustriales del tequila para alimentación de ruminantes,” *Rev. Chapingo, Ser. Ciencias For. y del Ambient.*, vol. 18, no. 3, pp. 449–457, 2012, doi: [10.5154/r.rchscfa.2011.08.059](https://doi.org/10.5154/r.rchscfa.2011.08.059).
- [49] D. Cholico-González, N. Ortiz Lara, A. M. Fernández Macedo, and J. Chavez Salas, “Adsorption Behavior of Pb(II), Cd(II), and Zn(II) onto Agave Bagasse, Characterization, and Mechanism,” *ACS Omega*, vol. 5, no. 7, pp. 3302–3314, 2020, doi: [10.1021/acsomega.9b03385](https://doi.org/10.1021/acsomega.9b03385).
- [50] R. Khosravi, A. Azizi, R. Ghaedrahmati, V. K. Gupta, and S. Agarwal, “Adsorption of gold from cyanide leaching solution onto activated carbon originating from coconut shell—Optimization, kinetics and equilibrium studies,” *J. Ind. Eng. Chem.*, vol. 54, pp. 464–471, 2017, doi: [10.1016/j.jiec.2017.06.036](https://doi.org/10.1016/j.jiec.2017.06.036).
- [51] Q. Xiong *et al.*, “An environmental-friendly approach to remove cyanide in gold smelting pulp by chlorination aided and corncob biochar: Performance and mechanisms,” *J. Hazard. Mater.*, vol. 408, no. August, p. 124465, 2021, doi: [10.1016/j.jhazmat.2020.124465](https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2020.124465).
- [52] N. S. Shafie, N. Zaini, and N. F. Ali, “Gold extraction via cyanide leaching using alkaline-based empty fruit bunch activated carbon,” *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.*, vol. 808, no. 1, 2020, doi: [10.1088/1757-899X/808/1/012010](https://doi.org/10.1088/1757-899X/808/1/012010).

- [53] ASTM International, *D1105-96(2013). Standard Test Method for Preparation of Extractive-Free Wood*. West Conshohocken, PA. United States, 2013.
- [54] T. Tay, S. Ucar, and S. Karagöz, “Preparation and characterization of activated carbon from waste biomass,” *J. Hazard. Mater.*, vol. 165, no. 1–3, pp. 481–485, Jun. 2009, doi: 10.1016/J.JHAZMAT.2008.10.011.
- [55] A. Liñán-Montes, S. M. De La Parra-Arciniega, M. T. Garza-González, R. B. García-Reyes, E. Soto-Regalado, and F. J. Cerino-Córdova, “Characterization and thermal analysis of agave bagasse and malt spent grain,” *J. Therm. Anal. Calorim.*, vol. 115, no. 1, pp. 751–758, 2014, doi: 10.1007/s10973-013-3321-y.
- [56] D. Hourlier, “Thermal decomposition of calcium oxalate: beyond appearances,” *J. Therm. Anal. Calorim.*, vol. 136, no. 6, pp. 2221–2229, 2019, doi: 10.1007/s10973-018-7888-1.
- [57] E. Tronc, C. A. Hernández-Escobar, R. Ibarra-Gómez, A. Estrada-Monje, J. Navarrete-Bolaños, and E. A. Zaragoza-Contreras, “Blue agave fiber esterification for the reinforcement of thermoplastic composites,” *Carbohydr. Polym.*, vol. 67, no. 2, pp. 245–255, Jan. 2007, doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2006.05.027>.
- [58] F. X. Collard and J. Blin, “A review on pyrolysis of biomass constituents: Mechanisms and composition of the products obtained from the conversion of cellulose, hemicelluloses and lignin,” *Renew. Sustain. Energy Rev.*, vol. 38, pp. 594–608, 2014, doi: 10.1016/j.rser.2014.06.013.
- [59] H. Yang, R. Yan, H. Chen, D. H. Lee, and C. Zheng, “Characteristics of hemicellulose, cellulose and lignin pyrolysis,” *Fuel*, vol. 86, no. 12–13, pp. 1781–1788, Aug. 2007, doi: 10.1016/j.fuel.2006.12.013.
- [60] I. I. Gurten, M. Ozmak, E. Yagmur, and Z. Aktas, “Preparation and characterisation of activated carbon from waste tea using K_2CO_3 ,” *Biomass and Bioenergy*, vol. 37, pp. 73–81, 2012, doi: 10.1016/j.biombioe.2011.12.030.
- [61] S. Wanprakhon and P. Pattaraphutanon, “Journal of Materials Science and Applied Energy Chemical and Surface Properties of Activated Carbon from Banana Peel by Dry Chemical Activation,” vol. 10, no. 3, pp. 96–105, 2021.
- [62] A. Lazzarini *et al.*, “A comprehensive approach to investigate the structural and surface

properties of activated carbons and related Pd-based catalysts,” *Catal. Sci. Technol.*, vol. 6, no. 13, pp. 4910–4922, 2016, doi: 10.1039/c6cy00159a.

- [63] S. Mopoung, P. Moonsri, W. Palas, and S. Khumpai, “Characterization and Properties of Activated Carbon Prepared from Tamarind Seeds by KOH Activation for Fe(III) Adsorption from Aqueous Solution,” *Sci. World J.*, 2015, doi: 10.1155/2015/415961.
- [64] A. J. Juhola, “Iodine adsorption and structure of activated carbons,” *Carbon N. Y.*, vol. 13, no. 5, pp. 437–442, 1975, doi: 10.1016/0008-6223(75)90016-0.
- [65] A. A. Fomkin, A. Y. Tsivadze, A. V. Shkolin, V. M. Mukhin, and V. I. Dudarev, “Carbon adsorbents used for gold recovery technology with cyanide,” *Prot. Met. Phys. Chem. Surfaces*, vol. 50, no. 6, pp. 689–693, 2014, doi: 10.1134/S2070205114060033.