

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA JUAN MISAEL SARACHO
FACULTAD DE CIENCIAS Y TECNOLOGÍA
CARRERA DE INGENIERÍA QUÍMICA

ACTIVACIÓN QUÍMICA DE CARBÓN DE LEÑA DE
QUEBRACHO COLORADO DE VILLAMONTES

Por:

PABLO ARDUZ MENDIETA

Modalidad de graduación Investigación Aplicada presentado a
consideración de la “UNIVERSIDAD AUTÓNOMA JUAN
MISAEL SARACHO”, como requisito para optar el grado
académico de Licenciatura en Ingeniería Química.

NOVIEMBRE DEL 2016

TARIJA - BOLIVIA

RESUMEN.

El presente proyecto es una investigación aplicada, el cual tiene como objetivo el determinar el mejor y más eficiente método de activación química de bajo coste de carbón de leña. Los diferentes métodos de activación química fueron estudiados y aplicados al Carbón de Leña Comercial de Quebracho Colorado de Villamontes – Tarija, debido a que este carbón es el más abundante y accesible de la región.

El alcance del presente trabajo es el de brindar información para que personas con conocimientos medio y/o bajos en la materia puedan obtener carbón activado químicamente con reactivos como el Ácido Fosfórico y el Cloruro de Calcio que son de bajo coste y accesibilidad y que no son sustancias controladas.

El carbón activado es un carbón altamente poroso que tiene la propiedad de retener en su interior moléculas de contaminantes en fase líquida y gaseosa (adsorción). En la antigüedad el carbón vegetal fue utilizado como filtro adsorbedor de olores y contaminantes para poder purificar y limpiar el agua y el aire. En la modernidad se desarrollaron procedimientos y técnicas para aumentar las propiedades de adsorción de los carbones (Activación).

Existen dos tipos de Activación las cuales son: Activación Química y Activación Física; la primera activa a los carbones mediante reacciones químicas con reactivos a temperaturas altas, la activación física activa a los carbones mediante presiones y temperaturas elevadas en una atmósfera controlada. Para el presente trabajo se realizó el estudio con la activación química debido a que es más sencilla y menos exigente (en condiciones) que la activación física. La materia prima utilizada en el estudio fue el Carbón Vegetal de Quebracho Colorado de Villamontes debido a que es un carbón comercial de fácil obtención y adquisición.

Para someter la materia prima al proceso de activación, se debió moler hasta llegar a un tamaño de partícula menor a 0,125 mm, luego se procedió a la impregnación con el reactivo precursor (Ácido Fosfórico o Cloruro de Calcio) y se procedió a activar a una de las temperaturas seleccionadas (400°C, 600°C u 800°C). De acuerdo a los resultados

obtenidos en los análisis de Azul de Metileno y Número de Iodo, el mejor procedimiento de activación química es la Activación con Ácido Fosfórico a una proporción de Carbón/Reactivo de 1/2 a una temperatura de 600°C, siendo este método de activación y la materia prima óptimos para producir carbón activado de forma artesanal con propiedades de adsorción comparables con un carbón activado comercial, el cual tiene un precio base de producción de 60.50 Bs el kilogramo.

INTRODUCCIÓN

INTRODUCCIÓN

I. ANTECEDENTES.

Es imposible determinar cuándo se inició el uso del carbón. El primer uso del carbón registrado en la historia data de 3750 a.C. cuando los egipcios y sumerios usaban el carbón de leña para la reducción del cobre, del zinc y minerales de estaño para la fabricación de Bronce, además para usarlo como combustible sin humo (Derbyshire, 1995).

Antes del uso de carbones con estructuras altamente porosas, lo que se llama hoy como carbón activado, se usó carbón de leña, o carbón de hulla o simplemente materiales carbonosos parcialmente devolatilizados como adsorbentes. El primer uso registrado data de 1550 a.C. cuando en Tebas (Grecia) usaban carbón de leña como adsorbente en ciertas prácticas médicas. Posteriormente en 400 a.C. Hipócrates recomienda filtrar el agua con carbón vegetal para eliminar malos olores y sabores además para prevenir enfermedades, incluyendo la epilepsia, ántrax y otras. Los primeros usos de carbón como adsorbente en el tratamiento del agua datan del 450 a.C. donde los fenicios usaban en sus barcos barriles para almacenar agua para beber con la base parcialmente quemada, dicha práctica se extendió hasta el siglo 18 como medio para prolongar el suministro de agua y la calidad de la misma en viajes transatlánticos (University of Kentucky Center for Applied Energy Research., s.f.).

A principios del siglo diecinueve se descubrió el poder de decoloración de los huesos carbonizados, y se utilizó en la industria del azúcar en Inglaterra. Estos huesos estaban disponibles como un material granulado que permitía el uso de la tecnología de percolación, donde el líquido a ser tratado se pasa en continuo a través de una columna. La composición del hueso calcinado es básicamente fosfato de calcio y un pequeño porcentaje de carbono, por lo tanto este material sólo se utilizó para la purificación de azúcar (Historia del Carbón Activado, s.f.). Esta aplicación permaneció en secreto durante 18 años hasta el año 1812 cuando apareció la primera patente en Gran Bretaña. La primera patente de regeneración térmica de carbón

activado data de 1817. En Alemania se desarrolló en 1841 un proceso continuo de fabricación y regeneración de carbón de hueso (Menéndez-Díaz, 2006).

El primer uso registrado de carbón activado como adsorbente de fase gaseosa fue en 1793 d.C., cuando el Dr. D.M. Kehl aplicó el carbón de leña para disminuir los olores emanados de la gangrena, también recomendó filtrar el agua con carbón de leña. En 1854 se usó por primera vez a gran escala el carbón como adsorbente en la fase gaseosa, cuando el alcalde de Londres ordenó poner filtros de carbón de leña en las cámaras de ventilación de las alcantarillas para evitar malos olores.

El término de adsorción fue utilizado en 1881 por Kayser para referirse al fenómeno de secuestro de gases en carbones. En esa época R. Von Ostrejko descubrió el carbón activado como lo conocemos actualmente, en 1901 patentó dos métodos para producir carbón activado:

- La carbonización de materiales lignocelulosos con cloruros de metales (activación química)
- La gasificación de carbones con vapor o dióxido de carbono a altas temperaturas (activación térmica)

En esa época Ostrejko también patentó el equipamiento para producir carbón activado. El primer carbón activado comercial fue producido en la República Checa en Aussig el 1914, para producirlo se usaba Cloruro de Zinc como activador químico.

Durante la primera guerra mundial se estimuló la producción y las aplicaciones del carbón activado. El uso de gases tóxicos como armas desarrolló el uso del carbón activado en máscaras de gases. Estados Unidos desarrolló carbón activado a partir de cáscara de coco, lo cual se logró la producción de carbón activado granular por primera vez, debido que hasta ese entonces el carbón activado se producía en polvo.

Luego de la primera guerra mundial el carbón activado no sólo se utilizaba en la industria azucarera, sino también como adsorbente en el tratamiento de aguas, adsorción y eliminación de vapores en fase gaseosa. El estudio de los carbones activados está incluido dentro de la Ciencia y Tecnología de los materiales de

Carbón, donde se incluyen diferentes materiales de carbón como los carbones negros, nanotubos de carbón, los fullerenos, etc. (Menéndez-Díaz, 2006)

En Bolivia como también en Tarija, las aplicaciones del carbón activado se encuentran principalmente en el tratamiento de aguas, decoloración de azúcar, jugos y jarabes. En Tarija los principales consumidores de carbón activado son las empresas embotelladoras de bebidas refrescantes, las cuales son EMBOL S.A. y CASCADA S.A., además de estas empresas existen otras varias las cuales hacen uso del carbón activado, como ser bodegas de vinos y singanis, embotelladoras de agua, laboratorios de análisis y sistemas de tratamiento terciarios de aguas residuales.

II. JUSTIFICACIÓN.

El carbón activado posee diferentes usos los cuales son variados y se utiliza en distintas industrias del departamento, el mismo no es tóxico, puede ser usado como materia y coadyuvante de proceso en industrias alimenticias, químicas, farmacéuticas, petroquímicas y otras.

La producción de carbón activado en Tarija puede fortalecer y coadyuvar al desarrollo de la industria del departamento y del país.

Tarija no produce carbón activado, por lo cual las diferentes industrias y/o empresas deben importarlo de otros lugares a precios que rondan los 30 dólares americanos como promedio el kilogramo. El alcance del proyecto es determinar cuál es el mejor método para activar químicamente con precursores baratos y de fácil acceso, lo cual permitirá planificar el diseño y el montaje una planta de producción de carbón activado, como un gran aporte a la economía del departamento y por ende a la del país, además de ofrecer procedimientos para que comunidades y personas independientes puedan obtener carbón activado para el uso en aplicaciones de beneficio y uso propio.

Existe una gran producción de carbón de leña en el departamento obtenido mayoritariamente de Quebracho Colorado en el departamento, el cual es principalmente para consumo interno; no posee un valor agregado, y es óptima para

uso como materia prima para la producción a media y gran escala de carbón activado, aportando un valor agregado al carbón del departamento.

III. OBJETIVOS.

3.1. OBJETIVO GENERAL.

Activar carbón de leña de Quebracho Colorado mediante activación química, a escala de laboratorio.

3.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS.

- Determinar las propiedades fisicoquímicas de adsorción del carbón de leña de Quebracho Colorado como materia prima.
- Seleccionar los diferentes métodos de activación química y las variables de proceso a utilizar.
- Diseñar la metodología a emplear en la obtención de carbón activado.
- Aplicar los procesos seleccionados de activación y las variables de control para el proceso, de acuerdo a la metodología definida.
- Determinar los rendimientos en peso y en capacidad de adsorción de los carbones activados obtenidos.
- Determinar las propiedades fisicoquímicas de los diferentes carbones activados obtenidos.
- Evaluar los resultados obtenidos y determinar cuál es el mejor proceso de activación química del carbón.

CAPÍTULO I

CAPÍTULO I

1. MARCO TEÓRICO.

1.1. CARBONO.

El Carbono es el sexto elemento de la tabla periódica, con una masa atómica de 12 una y símbolo C, este elemento es el cuarto más abundante en el universo. El carbono es la base de la química orgánica, es el elemento que forma más compuestos, aproximadamente 16 millones de compuestos con un aumento de 500000 compuestos por año. El carbono tiene 7 formas alotrópicas de las cuales las principales son el grafito, el diamante y el fullereno. (Menéndez-Díaz, 2006)

- El diamante posee una estructura tridimensional rígida e isotrópica donde cada átomo de carbono comparte cuatro enlaces sigma con otros cuatro átomos de carbono vecinos, los cuales forman una estructura cúbica.
- El grafito tiene una estructura por capas en la que cada capa de grafeno (capa única de grafito) está formada por átomos de carbono enlazados con enlaces sigma y pi con otros tres átomos vecinos de carbón. Los planos de grafito tienden a tener alineamientos paralelos que son mantenidos por fuerzas de Van der Waals.
- El fullereno tiene una estructura tridimensional donde los enlaces entre átomos forman una “caja vacía” de sesenta átomos o más. Debido a que las estructuras del fullereno son variadas es difícil determinar sus propiedades físicas y químicas debido a que son diferentes para cada tipo de estructura.

En el siguiente cuadro se detallan algunas de las propiedades físicas en comparativa de las principales formas alotrópicas del carbón (Carbono, s.f.):

Tabla ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-1:
Propiedades Físicas del Carbono.

	Grafito	Diamante
Densidad Media	2.3 g/cm ³	3.52 g/cm ³
Punto de Fusión	3800 K	3823 K

	Grafito	Diamante
Punto de Ebullición	5100 K	Se convierte en grafito
Calor Específico	710 J/K *Kg	689.7 J/K*Kg
Calor de Vaporización	711 KJ/mol	355.8 KJ/mol

Fuente: Wikipedia. 2016

1.2. CARBÓN ACTIVADO.

Se puede definir que un carbón activado es aquel material de origen biológico que se prepara artificialmente mediante procesos específicos, con los que se pretende dotarlo de una determinada estructura porosa. **La característica más importante, de estos materiales es su elevada capacidad adsorbente, basada esencialmente en una estructura porosa muy desarrollada.**

Los carbones activados pueden considerarse como el contrapunto de las dos estructuras perfectamente ordenadas de las dos formas alotrópicas del carbono (diamante y grafito). Tanto es así, que durante mucho tiempo han sido considerados como carbones amorfos, a diferencia del carbono cristalino, que incluía al diamante y al grafito. Hoy día se sabe que esto no es totalmente cierto porque el carbón activado (como otros carbones considerados amorfos) posee una estructura microcristalina que, dependiendo de las condiciones de preparación, se parece en mayor o menor grado a la del grafito. En general, un carbón activado está constituido por microcristales elementales en los que los planos hexagonales no están bien orientados, sino desplazados unos respecto a otros y solapando entre sí, por lo que presentan un elevado porcentaje de la estructura altamente desordenada. De hecho, se produce el plegamiento de láminas hexagonales dejando huecos de muy diferente tamaño (generalmente menores de 2 nm) según se aprecia en la Figura 1-1. (Martínez).

Figura 1: Esquema de la Estructura del Carbón Activado.:

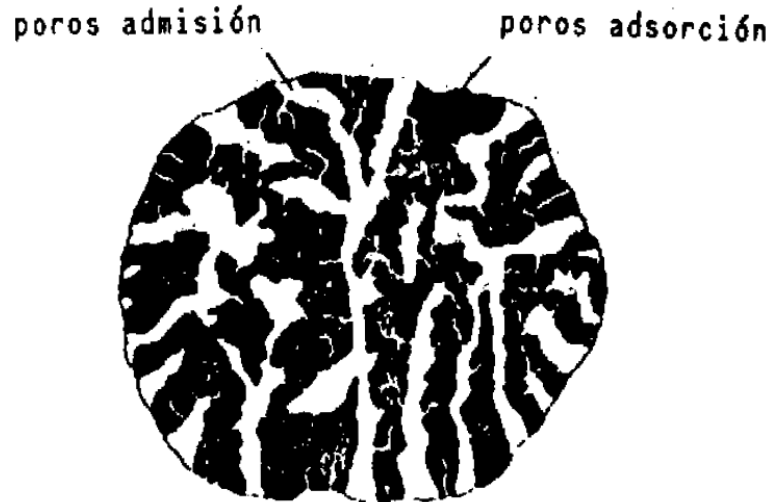


Fuente: Adsorción Física de Gases y Vapores por Carbones

Como consecuencia de la diferencia estructural entre un carbón activado y el diamante o el grafito, la extensión de la superficie del sólido accesible a los gases es muchísimo mayor. En el caso del diamante, dada su estructura rígida y compacta, sólo la superficie externa de las partículas es accesible a la fase gaseosa o líquida. Cuando se trata de grafito, la estructura menos perfecta de los cristales, así como la existencia de los bordes en las láminas o de paquetes de las mismas (muchos más activos que los planos), hace que la superficie que pueden ponerse en contacto con la fase gaseosa o líquida sea mayor que en el diamante. Por supuesto que, en ambos casos, cuanto mayor sea el grado de división de las partículas, mayor será la superficie accesible.

En el caso de carbones activados, el proceso de activación que implica la desaparición de carbono, hace que se forme un gran número de poros, lo que lleva consigo que la superficie interna (debida a las paredes de los poros) sea muy elevada en comparación con la superficie externa o geométrica, como se observa en la Figura 1-2.

Figura ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-2: **Gránulo de Carbón Activado.**



Fuente: Adsorción Física de Gases y Vapores por Carbones

El descubrimiento e importancia de estos adsorbentes se debe a Scheele en 1773, al estudiar la adsorción de gases por un carbón. Desde entonces, estos materiales fueron cobrando importancia, aunque no fue hasta 1900 cuando Ostrejko los preparó comercialmente con fines industriales. A partir de entonces, la preparación de carbones activos ha sido orientada hacia determinadas aplicaciones para procesos muy específicos.

Las propiedades de cada carbón activo dependen en gran medida del material biológico de partida, ya que éste determina de forma esencial las características estructurales del carbón resultante. Lo que se hace en la preparación de carbones activos es abrir poros, pero respetando la estructura original del material de partida (Martínez).

La estructura de los carbones posee un gran número de imperfecciones, con lo que se pueden conseguir diversas posibilidades de textura porosa en la preparación de carbones activados. La fabricación suele llevarse a cabo mediante los procesos sucesivos de carbonización y activación de materiales de origen vegetal.

1.3. OBTENCIÓN DEL CARBÓN ACTIVADO.

El carbón activado se obtiene mediante procesos de carbonización y activación de la materia prima, la cual generalmente es de origen vegetal.

1.3.1. CARBONIZACIÓN.

Mediante el proceso de carbonización se consigue obtener un carbón de baja superficie específica, debido a que en este proceso lo que se hace es eliminar elementos como oxígeno e hidrógeno, por descomposición del material de partida en atmósfera inerte (de nitrógeno, usualmente), resultado de ello es un material formado por uniones de microcristales grafiticos elementales, usualmente taponados por alquitranes y residuos de carbonización, lo que disminuye notablemente la capacidad adsorbente.

1.3.2. ACTIVACIÓN FÍSICA.

La activación física es el resultado de la gasificación del material carbonizado a temperaturas elevadas. En la carbonización se eliminan elementos como el hidrógeno y el oxígeno del precursor para dar lugar a un esqueleto carbonoso con una estructura porosa rudimentaria. Durante la gasificación el carbonizado se expone a una atmosfera oxidante (vapor de agua, dióxido de carbono, o mezcla ambos) que elimina los productos volátiles y átomos de carbono, aumentando el volumen de poros y el área específica (Donacio Luna, 2007).

1.3.3. ACTIVACIÓN QUÍMICA.

La activación química es generada por reacciones de deshidratación química, que tienen lugar a temperaturas mucho más bajas. En este proceso el material a base de carbón se impregna con un agente químico como el ácido fosfórico, cloruro de zinc o el hidróxido de potasio, y el material impregnado se calienta en un horno a 500–700

°C. Los agentes químicos utilizados reducen la formación de materia volátil y alquitranes. El carbón resultante se lava para eliminar los restos del agente químico usado (Donacio Luna, 2007).

1.4. CLASIFICACIÓN DE LOS CARBONES ACTIVADOS.

Es demasiado complicado clasificar los carbones en función de su comportamiento, de las propiedades de superficie, del precursor utilizado y de su preparación, debido a que son variadas y varían en función de la materia prima y las variables de proceso. **Un método válido para clasificar el carbón activado es en función de su presentación.**

Ilustración ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-1: **Tipos de Carbones Activados.**



Fuente: J.A. Menéndez – Díaz (2006)

1.4.1. CARBÓN ACTIVADO EN POLVO.

El carbón activado en polvo es el más producido, cerca del 50% de la producción total mundial de carbón activado es en polvo. El carbón activado en polvo se presenta con partículas de tamaño menores a los 100 μm , siendo lo más común partículas de tamaño comprendido entre 15 y 25 μm (Manocha, 2003).

El carbón activado en polvo es principalmente usado en aplicaciones de fase líquida, siendo la más común el tratamiento de aguas. Estos carbones presentan una gran superficie interna con una pequeña distancia de difusión.

1.4.2. CARBÓN ACTIVADO GRANULAR.

El Carbón Activado Granular tiene un tamaño medio de partícula de entre 1-5 mm. Se utiliza por lo general en adsorbedores de lecho fijo en procesos continuos y con bajas caídas de presión, tanto en aplicaciones de fase líquida y de gas. La mayoría de las aplicaciones en fase gaseosa (purificación del gas, recuperación de disolventes, máscaras de gases, filtrado de aire y gases, separación de gases, catálisis, etc.) utilizan carbón activado granulado. Además, el carbón activado granulado está desplazando al carbón activado en polvo en muchas aplicaciones en fase líquida, como la extracción de oro y de tratamiento de agua potable debido a que tiene la ventaja, en comparación con el carbón activado en polvo, de ofrecer una menor caída de presión junto con el hecho de que puede ser regenerado o reactivado y por lo tanto reutilizado más de una vez. Sin embargo, el carbono activado granulado debe tener, además de la adecuada distribución de tamaño de microporo, una alta densidad aparente, una alta dureza y un bajo índice de abrasión (Menéndez-Díaz, 2006).

Los carbones activados granulados se dividen en dos grupos:

- Carbón activado con gránulos sin forma o partidos.
- Carbón activado con gránulos con forma.

El carbón activado granular con gránulos con forma se hace a partir del carbón activado en polvo luego de ser sometido junto con un aglomerante a un proceso de extrusión, por lo general la forma de este carbón activado es cilíndrica, por otro lado,

el carbón activado partido o con gránulos sin forma posee partículas de forma irregular y tamaños diferentes dentro de un rango de tamaños de 1 a 5 milímetros.

1.4.3. FIBRAS DE CARBÓN ACTIVADO.

Las fibras de carbón activado son básicamente fibras de carbón carbonizadas que posteriormente son activadas con una atmósfera oxidante, los precursores son fibras de polímeros termoestables, por lo general se usa telas de Rayón Viscoso, Saran y resinas fenólicas (Menéndez-Díaz, 2006).

1.4.4. CINTAS Y TELAS DE CARBÓN ACTIVADO.

En algunos requerimientos de industrias para aplicaciones específicas como la separación de gases, adsorción, catálisis se fabrica carbón activado en forma de telas o cintas usando como precursores el Rayon, Kevlar, Aramid, etc. Las telas de carbón activado tienen una superficie mayor que el carbón activado granular, también se tienen mejores resultados el usar varias láminas de telas de carbón activado que empaquetar el carbón activado en polvo (Menéndez-Díaz, 2006).

1.5. APLICACIONES DEL CARBÓN ACTIVADO.

Los carbones activados son únicos y versátiles debido a su área superficial extendida, la estructura microporosa, de alta capacidad de adsorción y alto grado de reactividad de la superficie; es por eso que tiene un sin número de aplicaciones, entre las más importantes en fase gaseosa se tiene (DESOTEC, s.f.):

- Purificación del aire y protección medioambiental.
- Extracción de solventes y de hidrocarburos, desaromatización, purificación de aire procedente de aparatos de aire acondicionado y de campanas extractoras, tratamiento de gases producidos por el humo.
- El carbón activo en polvo se utiliza para extraer dioxinas, mercurio y otros oligoelementos.

- La purificación de gases de proceso: extraer contaminaciones en gas hidrógeno, gas natural, dióxido de carbono, gas procedente de vertederos, etc.
- Recuperación de solventes, etc.
- Medios de protección de la respiración: máscaras antigás.
- Extracción de sustancias nocivas y tóxicas en el aire.
- Para la ventilación de tanques de almacenamiento.
- En el tratamiento de agua subterránea (purificación de agua mediante gases).
- Extracción de componentes inorgánicos en gases; tamices moleculares.

En fase líquida las aplicaciones más importantes usadas del carbón activado son (DESOTEC, s.f.):

- En la producción de agua potable: quitar el sabor, el olor y los micropoluentes tales como pesticidas y otros.
- El tratamiento de aguas domésticas: en línea y mediante filtros de cartuchos.
- El tratamiento de agua de proceso: quitar el cloro y el ozono activos.
- El saneamiento de agua subterránea.
- El tratamiento terciario de aguas residuales: extracción de micropoluentes y de la DQO, olores, colores.
- El carbón activo añadido en forma de polvo se utiliza como mejorador de floculación en sistemas de purificación de agua biológicos aerobios y anaerobios, o como aditivo en procesos de purificación de agua físico-químicos.
- En la purificación de flujos de productos: purificación de aceites, grasas, alcohol, bebidas sin alcohol, colorantes, etc.
- Decoloración de azúcar y glucosa, alimentos, productos químicos, medicinas, etc.

- Como catalizador en procesos químicos.

1.6. CARACTERÍSTICAS FUNDAMENTALES DE LA MATERIA PRIMA.

Un carbón activado es estructuralmente un material carbonoso no grafitico, casi cualquier material sólido carbonoso se puede convertir en carbón activado. Hay, por lo tanto, una variedad de posibles materias primas tales como madera, biomasa lignocelulósica, turba, lignito y carbón de leña que se pueden utilizar para hacer carbón activado. Sin embargo, hay algunas limitaciones, dado que el carbón activado es desordenado e isotrópico, **la materia prima en el momento de carbonización y activación no debe pasar a través de un estado fluido o pseudofluido debido al hecho de que la estructura sólida tiende a transformarse en una estructura ordenada.**

En consecuencia, los carbones de coque no son una materia prima adecuada, a menos que se traten primero con procesos anti-coque (por ejemplo, preoxidación a baja temperatura). Del mismo modo, los residuos termoplásticos no son una materia prima adecuada, ya que se derriten con el aumento de temperatura, perdiendo su forma y tamaño de partícula inicial. Por lo que, **un carbón sólido estabilizado de un material termoestable tiene las características necesarias de una materia prima apropiada.**

En la práctica, madera, cáscaras de coco, huesos de frutas, carbones, lignitos, coque de petróleo, etc., son todos materiales de bajo costo con un alto contenido de carbono y un bajo contenido inorgánico y, en consecuencia, son adecuados para su uso como precursores de carbón activado. Las propiedades resultantes del producto dependen del precursor, y, en consecuencia, los carbones se pueden adaptar para aplicaciones seleccionadas. Además, las propiedades de carbón activado resultantes también están influenciados en gran medida por el tratamiento de activación. La selección de la materia prima adecuada se basa en los siguientes criterios (Rodríguez-Reinoso, 1997):

- Posibilidad de producir un carbón activado bueno en términos de capacidad de adsorción, de alta densidad y dureza.
- Baja materia inorgánica. La capacidad de adsorción se mide por unidad de masa, y puesto que los materiales inorgánicos no son porosos, su presencia reduce la capacidad de adsorción.
- Disponibilidad y costo. Al igual que con cualquier otro producto, el precio de la materia prima afecta el costo final, por lo que una alta disponibilidad es importante para asegurar la estabilidad de precios. También debe tenerse en cuenta que hay una considerable pérdida de masa en todos los tratamientos de activación, y mientras menor sea el rendimiento del producto, mayor será el costo. Los rendimientos de los productos pueden variar considerablemente, y pueden ser tan bajo como 5 a 10% de carbonos a base de madera.

Para el presente proyecto se utilizará carbón de leña de Quebracho Colorado producido en el departamento de Tarija, el cual, según datos de la ABT de Tarija, es la principal materia prima del carbón de leña comercial, el cual se produce aproximadamente unas 2380 toneladas al año en el departamento (Dato de la gestión 2014). Lamentablemente los carbonos de leña producidos provienen de diferentes especies de árboles, como el quebracho, algarrobo, churqui entre los más importantes, los cuales no se venden por separado, debido que durante el proceso de carbonización de las maderas no existe una separación por especie para cargar el horno de carbonización. Para el presente proyecto se utilizará como materia prima el carbón de leña el Quebracho Colorado que según los reportes de la ABT es la especie mayoritaria usada en la producción de carbón de leña.

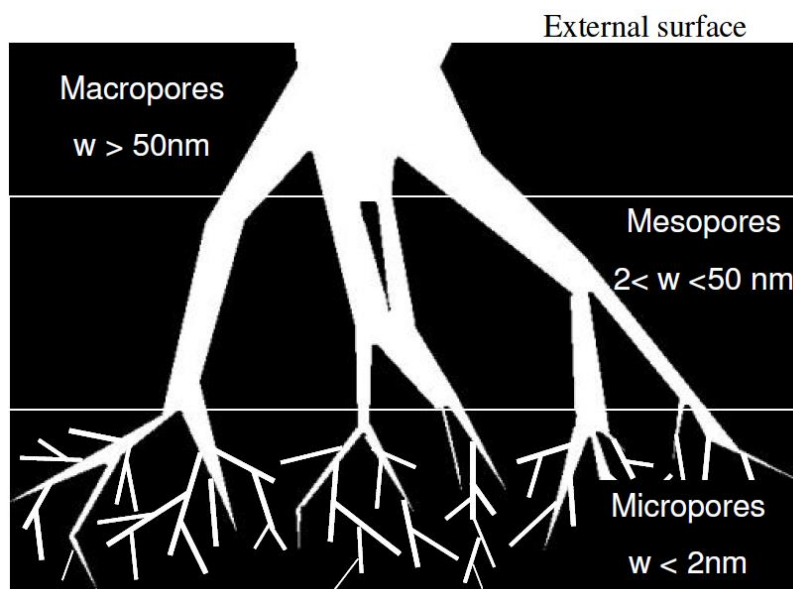
1.7. PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS DEL CARBÓN ACTIVADO.

Las propiedades físicas y químicas evaluadas del carbón activado están en función de su estructura porosa.

La porosidad es la principal propiedad física que caracteriza al carbón activado; esta propiedad está en función de los diferentes poros y de acuerdo a su distribución. De acuerdo a la IUPAC los poros se clasifican en tres grupos:

- Macroporos con un tamaño de poro mayor a los 50 nm.
- Mesoporos con un tamaño de poro entre 2 a 50 nm.
- Microporos con un tamaño de poro menor a los 2 nm.

Figura ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-3:
Representación de la Red de Poros del Carbón Activado.



Fuente: J.A. Menéndez (2006)

Otras propiedades físicas que son importantes a nivel comercial son la densidad, densidad aparente y resistencia mecánica, las cuales están en función de la materia prima y la porosidad. *Materias primas livianas y poco densas o aquellas que fueron sometidas a procesos de activación agresivos producen carbones activados muy*

porosos y poco densos, la densidad y/o la densidad aparente no son variables controlables, pero son parámetros de referencia de la calidad, debido a que carbones activados de gran calidad son altamente porosos y provienen de materias primas poco densas.

La resistencia mecánica es un valor referencial importante en aplicaciones del carbón activado en las cuales se utilizan en lechos empacados y en corrientes de alta presión.

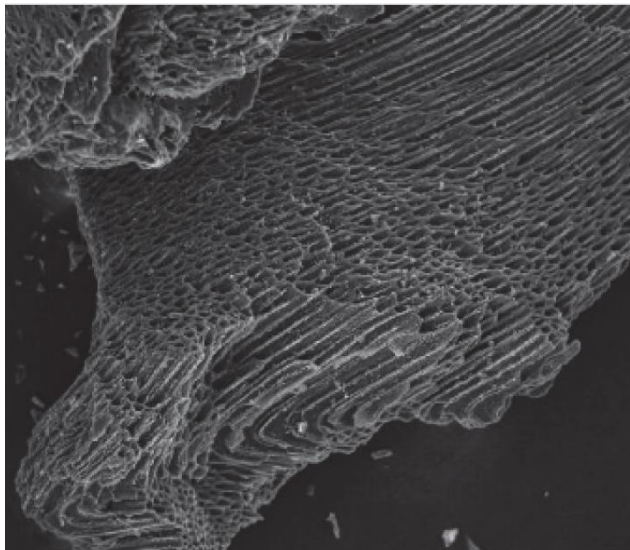
El área superficial interna de los carbones activados se encuentra principalmente formada por el área superficial de los microporos del carbón. Los meso y macroporos no poseen una gran área superficial en comparación a los microporos debido a que se encuentran en menor cantidad, los existentes son canales hacia los microporos.

La porosidad no es necesariamente proporcional a la capacidad de adsorción de los carbonos debido a que los microporos no retienen todas las moléculas debido a un efecto de tamiz molecular, donde los microporos son más pequeños que las moléculas del adsorbato.

Se cree que si un carbón tiene una gran área de superficie y una adecuada distribución de tamaños de poros tendrá una buena capacidad de adsorción, pero en realidad no es así debido a que la adsorción depende también de la naturaleza de los grupos funcionales que se encuentran en la superficie del carbón.

Ilustración ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-2:

Carbón Activado Aumentado 150 veces.



Fuente: Sütçü 2011.

Ilustración ;Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-3:
Carbón Activado aumentado 750 veces.

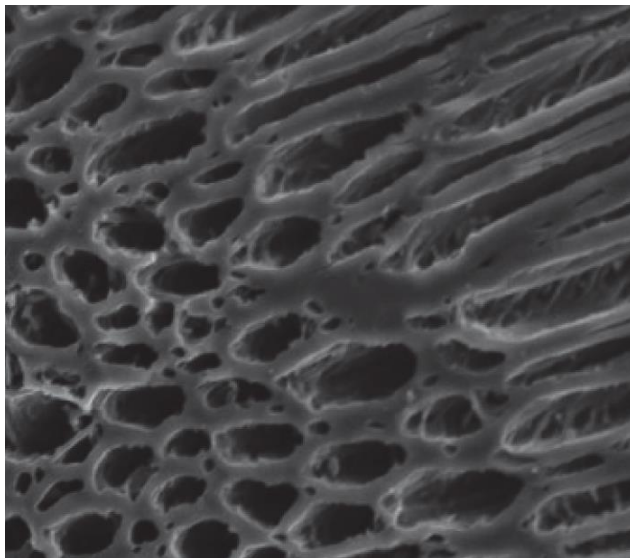
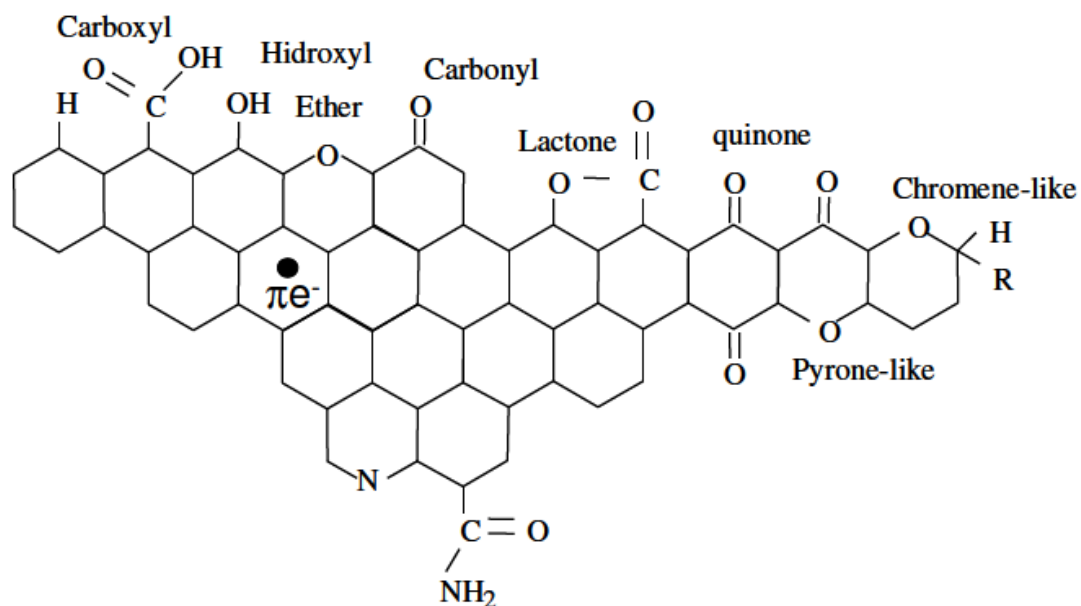


Figura: Sütçü 2011.

Los átomos de carbono localizados en los bordes de los planos basales del carbón activado son átomos insaturados, los cuales poseen electrones sin aparear que son fáciles de enlazar con heteroátomos para formar grupos funcionales y así aumentar la capacidad de adsorción por quimisorción.

Al ser el proceso de activación un proceso de oxidación, los principales grupos funcionales que se encuentran enlazados a la superficie del carbón activado son grupos que contienen oxígeno.

Figura 4: Grupos funcionales más importantes que se pueden formar en la superficie del carbón activado.



Fuente: J.A. Menéndez (2006).

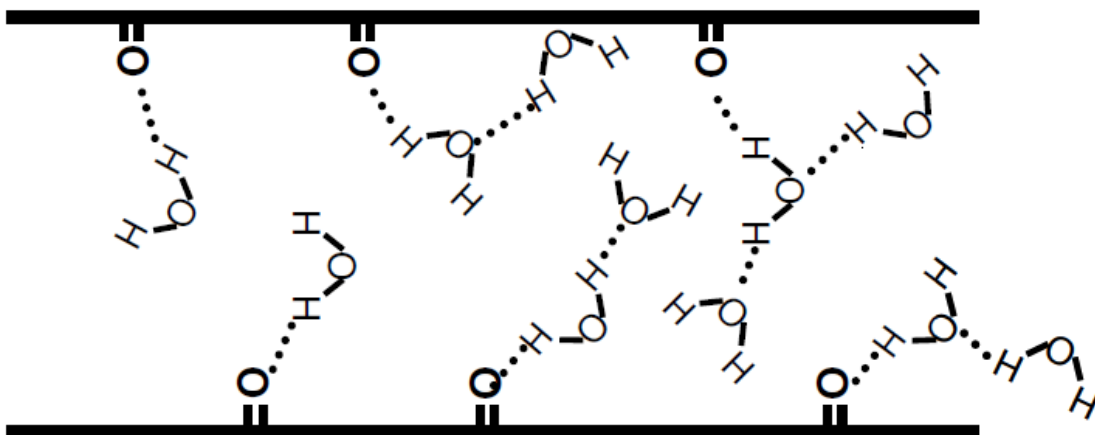
Los grupos funcionales permiten una quimisorción de diferentes sustancias y elementos debido a que algunos grupos permiten la deslocalización de cargas para

que se unan diferentes contaminantes orgánicos, halógenos, formación de sales para elementos no orgánicos. La superficie asociada con grupos funcionales es pequeña en relación con la superficie total del carbón activado, pero pequeñas variaciones en la naturaleza química del carbón producen importantes cambios en su capacidad adsorbente. La importancia de los grupos funcionales en la superficie radica en el hecho que la presencia o la ausencia de ellos puede tener un gran e importante efecto en la interacción del carbón activado con diferentes adsorbatos. Dos importantes efectos deben ser considerados:

El primer efecto es la modificación del carácter hidrofóbico o hidrofílico de los carbones. Los carbones por lo general tienen una naturaleza hidrofóbica, pero la presencia de oxígenos polares en los grupos funcionales en la superficie incrementa la hidrofiliidad debido a que las moléculas de agua pueden formar puentes de hidrógeno con los átomos de oxígeno de la superficie, y estas moléculas de agua pueden formar nuevos puentes de hidrógeno con otras moléculas de agua y otras sustancias.

Figura ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-5:

Incremento de la Hidrofiliidad de carbón por la presencia de Oxígeno en la superficie.



Fuente: J.A. Menéndez (2006).

El otro efecto importante de los grupos funcionales superficiales es la influencia en el carácter ácido o básico de los carbonos. Los carbonos activados son anfóteros por naturaleza. Esto es que tiene sitios ácidos y básicos que coexisten en su superficie.

1.8. REACTIVOS ACTIVANTES.

Al inicio de la activación química la materia prima se impregna con una solución concentrada de agentes activantes lo cual resulta en una degradación del material celulósico, luego se piroliza el material que fue impregnado a temperaturas entre 400 y 900°C (Menéndez-Díaz, 2006), luego el producto pirolizado se enfría y se lava para eliminar el reactivo activante lo cual resulta en la carbonización, aromatización y la creación de la estructura porosa del carbón Activado.

Se utilizan varios tipos de reactivos activantes entre los cuales se encuentran el ácido fosfórico, cloruro de zinc, ácido sulfúrico, los hidróxidos de metales alcalinos, carbonatos y cloruros de Ca^{+2} , Mg^{+2} y Fe^{+3} (Derbyshire, 1995). Todos los reactivos activantes son agentes deshidratantes que influyen la descomposición pirolítica e inhiben la formación del alquitrán, también disminuyen la formación de ácido acético, metanol, etc., y mejoran el rendimiento del carbón (Manocha, 2003).

El Cloruro de Calcio es un agente deshidratante muy conocido como tal, pero es casi nula la información obtenible acerca de esta substancia como precursor de activación química del carbón.

La habilidad de producir carbonos de superficies internas grandes del ácido fosfórico depende principalmente de la estructura de la materia prima, la relación de materia prima y ácido, y las condiciones de los tratamientos de calentamiento. La madera y algunos productos agrícolas (como cáscaras de coco, semillas de olivo), como también materiales carbonosos con un gran contenido de materia volátil son las materias primas principales usadas en éste método de activación con ácido fosfórico.

Una relación de materia prima/Ácido Fosfórico de 1/1.5 es la proporción más usada para este método de activación química. El mecanismo de activación química con este método es el siguiente (Menéndez-Díaz, 2006):

Luego de la impregnación de la materia prima con el ácido fosfórico la mezcla es lentamente calentada hasta unos 373 K a 473 K. Durante esta etapa el ácido ataca la hemicelulosa y la lignina de la materia prima hidrolizando los enlaces glicosídicos para producir polisacáridos y disociando los enlaces éter de arilo de la lignina. Estas reacciones pueden ser acompañadas de reacciones secundarias como la degradación y la condensación. Durante este tratamiento de baja temperatura existe una gran evolución de formación de Monóxido de Carbono, Dióxido de Carbono y metano (lo cual no ocurriría en este tratamiento de calentamiento sin el Ácido Fosfórico). En este proceso también ocurre una reducción en el volumen de las partículas.

Cuando la temperatura es incrementada en el segundo tratamiento, la razón de pérdida de peso disminuye y la estructura del carbón empieza a dilatarse, desarrollando la porosidad. Bajo este régimen las reacciones de entrecruzamiento son promovidas por los fosfatos de ésteres entre las fibras de celulosa son predominantes. Esto produce el efecto de dilatación el cual es máximo alrededor de los 473-573 K.

El desarrollo de los microporos empieza a un poco más de los 473 K, aumenta bruscamente y obteniendo un máximo alrededor de los 573 K. Este incremento de los microporos corre paralelamente con la dilatación de la partícula. Las partículas se someten a una contracción inicial, que es seguido por una dilatación por encima de los 473 K. El área de la superficie de los mesoporos también alcanza un máximo a los 723 K. Como consecuencia los microporos se agrandan a mesoporos cuando el material se calienta desde 573 K a hasta los 723 K. Después de los 723 K las áreas de los micro y mesoporos experimentan una disminución que es acompañada por la contracción de la partícula y estos cambios son acompañados por un encogimiento de la distribución del tamaño de los poros. La razón de esta contracción es la rotura de los enlaces cruzados de los fosfatos entre las fibras de la celulosa lo cual conduce a un aumento de la aromaticidad del sólido resultante de una reorganización profunda de la estructura del sólido.

1.9. PRUEBAS Y ANÁLISIS DE ADSORCIÓN DEL CARBÓN ACTIVADO.

Existen varias pruebas que se pueden realizar a los carbones activados para determinar la actividad de adsorción de los mismos, como también análisis para determinar la distribución del tamaño de los poros, el volumen interno y la superficie interna de los carbones.

Los análisis de adsorción miden la adsorción de una sustancia específica por un gramo de carbón activado, por lo general estas pruebas son denominadas Números o Índices de la sustancia en cuestión. El procedimiento general de estas pruebas consta en agregar una masa de carbón a una solución de una sustancia de concentración conocida, la cual es agitada vigorosamente durante una cantidad de tiempo y luego se filtra del carbón activado y se mide la concentración final mediante titulación, la diferencia entre la concentración inicial y final es la cantidad adsorbida por el carbón.

Entre las principales pruebas se tienen (Concilio Europeo de Manufactores Químicos, 1986):

- Número de Iodo.
- Número de Azul de Metileno.
- Isotherma de Adsorción de Fenol
- Número de Fenazona.

El número de Iodo y el azul de metileno son las más importantes y utilizadas en el mercado para determina la calidad de los Carbones Activados.

El número de Iodo es un método analítico que mide la capacidad de adsorción del carbón activado; el número no está en función de la porosidad del carbón, está en función de la calidad de adsorción que tiene éste.

Las normas que rigen este análisis son las normas AWWA B 600-78 de la American Water Works Association (Concilio Europeo de Manufactores Químicos, 1986) y la norma ASTM D4607-94.

El número de Iodo está definido como la cantidad en miligramos de Iodo adsorbido por un gramo de carbón, mientras más alto el número de Iodo es mejor la calidad del Carbón activado, no existe una escala establecida y normada, de acuerdo a diferentes vendedores y marcas, carbones activados con un número de Iodo superior a 700 son carbones de calidad superior, carbones activados con número de Iodo que esté entre 400 y 700 son carbones activados de buena calidad, Carbones Activados con número de Iodo entre 200 y 400 son de mala calidad y carbones con número de Iodo inferior a 200 son de muy mala calidad y/o que no son adsorbentes.

El número de Azul de Metileno da una indicación de la capacidad de adsorción de un carbón activado para moléculas que tienen un tamaño similar a la del Azul de Metileno.

El número de Azul de Metileno está definido como el número de mililitro de solución estándar decolorada por 0.1 gramos de carbón activado (Concilio Europeo de Manufactores Químicos, 1986).

CAPÍTULO II

CAPÍTULO II.

2. PARTE EXPERIMENTAL.

2.1. DISEÑO EXPERIMENTAL.

En el diseño factorial del proyecto se usaron tres variables o factores, dos con tres niveles o variaciones y una con dos variaciones.

Tabla 2: Matriz de Diseño Experimental.

Nivel	Variable 1	Variable 2	Variable 3
	Temperatura	Relación M.P:/R	Reactivo
+	673 K	1/1	CaCl ₂
0	873 K	1/1.5	-
-	1073 K	1/2	H ₃ PO ₄

Fuente Elaboración Propia. 2016.

La primera variable de proceso del proyecto es el tipo de activante o precursor; su selección fue gracias a su facilidad de obtención y el precio del mercado. Para la investigación se utilizaron el Ácido Fosfórico (H₃PO₄) y el Cloruro de Calcio (CaCl₂).

La segunda variable del proceso del proyecto de investigación es la relación de materia prima y precursor, las elegidas son las relaciones de 1:1; 1:1,5; y 1:2 en masa los cuales son distintos valores que son recomendados por varios autores (Menéndez-Díaz, 2006) (Jhon Jairo Prías, 2011) (Donacio Luna, 2007) para la producción de carbón activado.

La tercera variable a controlar de la investigación es la temperatura de activación, las cuales se seleccionaron en función del rango de temperaturas recomendada por distintas bibliografías consultadas, la cual es de 500° C a 700° C (Donacio Luna, 2007) (Sütcü, 2011) (Jhon Jairo Prías, 2011) (Menéndez-Díaz, 2006). Para el proyecto se utilizaron las temperaturas de 400° C; 600° C y 800° C tomando el valor

medio del rango recomendado y valores superiores e inferiores al rango para estudiar el comportamiento del proceso de activación.

Para la producción del carbón activado a escala de laboratorio del proyecto se partieron de muestras de 17 gramos de materia prima debido a que es una cantidad considerable que podía entrar en los crisoles utilizados.

Los agentes activantes a utilizar son el Ácido Fosfórico al 85% de grado técnico-alimenticio y Cloruro de Calcio Anhidro al 99% de grado alimenticio, ambos reactivos, como ya se dijo, son de fácil adquisición y de bajo costo. La cantidad a usar de los precursores en la etapa de impregnación se calcularon a base de la masa a utilizar de la materia prima y las proporciones seleccionadas.

Para determinar el número de análisis se construyó una matriz del tipo A x B x C con las variables de proceso, donde el número total de celdas con las que se formará la matriz será el número de muestras que se deberá tener para cada análisis a realizar por réplica.

Tabla ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-3: **Análisis a Realizar.**

	Relación 1/1		Relación 1/1,5		Relación 1/2	
	CaCl ₂	H ₃ PO ₄	CaCl ₂	H ₃ PO ₄	CaCl ₂	H ₃ PO ₄
673 K	✓	✓	✓	✓	✓	✓
873K	✓	✓	✓	✓	✓	✓
1073K	✓	✓	✓	✓	✓	✓

Fuente: Elaboración Propia. 2016.

De cada una de las 18 muestras obtenidas por réplica se realizará los diferentes análisis para determinar sus propiedades fisicoquímicas.

2.2. MATERIALES, EQUIPOS Y REACTIVOS UTILIZADOS DURANTE EL PROCESO DE LA INVESTIGACIÓN.

Durante todo el proceso de la investigación y experimentación se utilizaron los siguientes materiales, equipos y reactivos:

2.2.1. MATERIALES UTILIZADOS.

Se utilizaron vasos precipitados, bureta, pipetas de diferente capacidad, espátula, papel filtro, un filtro de membrana, matraces, Erlenmeyer entre otros materiales de laboratorio durante la experimentación, el detalle de los mismos se encuentra en el Anexo A.

2.2.2. EQUIPOS UTILIZADOS.

Durante la investigación se utilizaron los siguientes equipos:

- Molino de Rodillos.
- Tamiz Eléctrico.
- Estufa.
- Agitador Magnético.
- Balanza Analítica.
- Mufla Eléctrica
- Espectrofotómetro.

El detalle y las especificaciones de los equipos utilizados se encuentran en el Anexo B.

2.2.3. REACTIVOS UTILIZADOS.

Los reactivos que se utilizaron durante la experimentación para la activación química fueron el Ácido Fosfórico al 85% de grado técnico-alimenticio y el Cloruro de Calcio Anhidro de pureza estimada del 99%.

Para los análisis realizados los reactivos utilizados fueron:

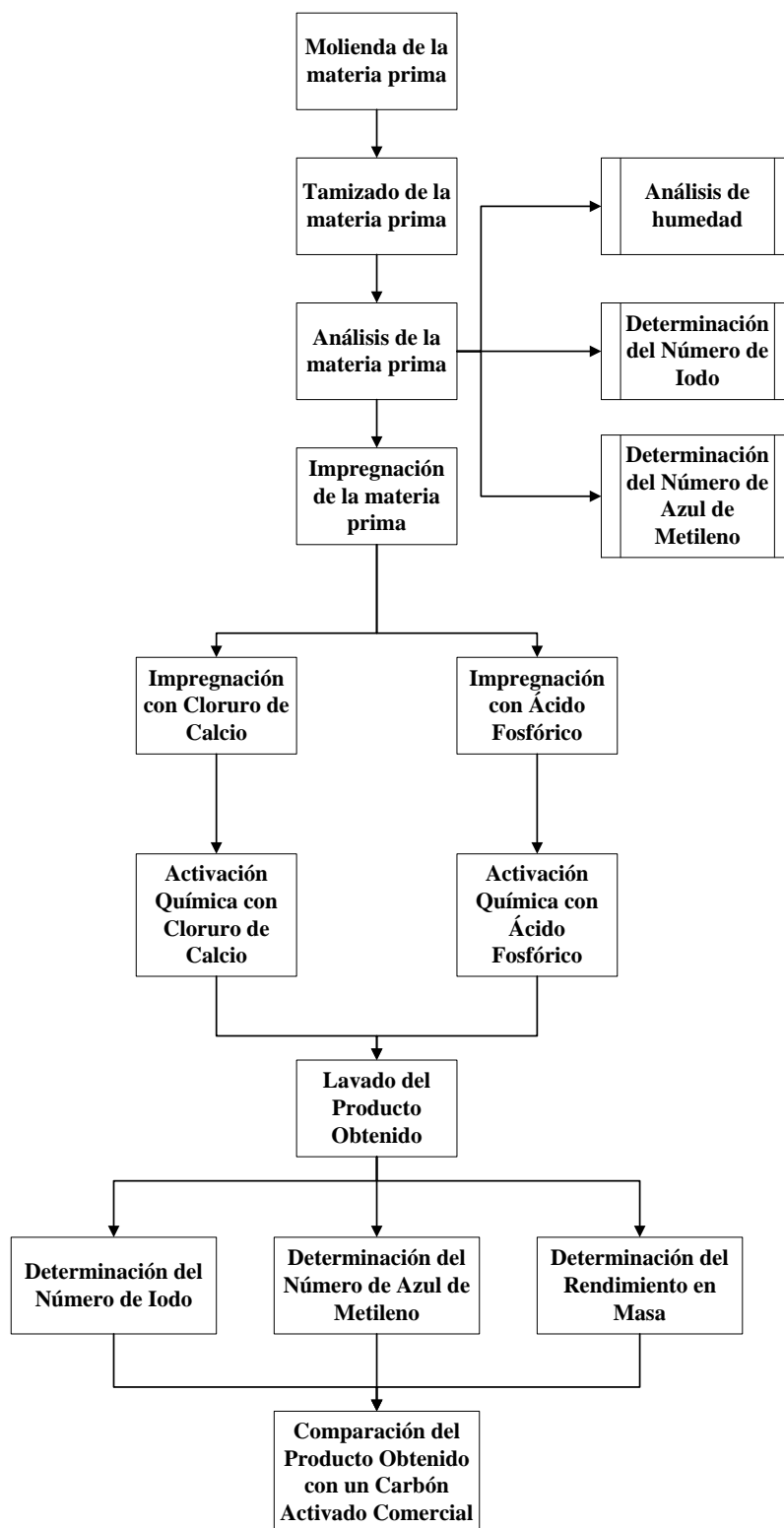
- Solución de Iodo 0.1 N.
- Solución de Tiosulfato de Sodio 0.1 N.
- Azul de Metileno
- Ácido Clorhídrico 2N y al 5%.
- Ácido Acético al 0.25%
- Hidróxido de Sodio al 95%

El detalle de los reactivos utilizados se encuentra en el Anexo A.

2.3. PROCEDIMIENTOS Y TÉCNICAS EMPLEADOS PARA LA OBTENCIÓN DE LOS RESULTADOS.

Durante la realización del trabajo de investigación se desarrollaron las siguientes actividades:

Figura ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-6: **Diagrama de Flujo de las Operaciones Realizadas.**



Fuente: Elaboración Propia. 2016

- Molienda de la materia prima.
- Tamizado de la materia prima.
- Análisis de humedad de la materia prima, en secador infrarrojo.
- Determinación del Número de Iodo de la materia prima.
- Determinación del Número de Azul de Metileno de la materia prima.
- Impregnación de la materia prima con los agentes activantes (Ácido Fosfórico y Cloruro de Calcio).
- Activación química, en la mufla a tres temperaturas diferentes (400° C, 600° C y 800° C).
- Determinación del Número de Iodo del producto obtenido.
- Determinación del Número de Azul del producto obtenido.
- Determinación del Rendimiento en Peso, de cada una de las muestras del producto obtenido.
- Comparación del carbón activado obtenido con uno comercial.

2.3.1. MOLIENDA DE LA MATERIA PRIMA.

Como materia prima se utilizó carbón de leña de Quebracho Colorado de Villamontes, el cual fue reducido en su tamaño con un martillo común hasta obtener pedazos pequeños de carbón, los cuales posteriormente fueron molidos en un molino de rodillos perteneciente al Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Universidad Autónoma Juan Misael Saracho, hasta alcanzar la granulometría deseada de tamaño de partícula menor a 0,063 mm.

Las especificaciones del molino de rodillos se encuentran en el Anexo B, el molino utilizado fue el de la Ilustración 2-1:

Ilustración ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-4:

Molino de Rodillos.



Fuente: Elaboración Propia. 2016.

2.3.2. TAMIZADO.

Para obtener un alto rendimiento del uso de la materia prima se combinaba la molienda con el tamizado, separando las partículas grandes de las pequeñas de carbón para poder molerlas hasta el tamaño requerido y así obtener la muestra de una granulometría homogénea.

El tamizado fue realizado con una zaranda o tamiz perteneciente al Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Universidad Autónoma Juan Misael Saracho (Anexo B), el cual fue usado para verificar que la totalidad de la muestra se encuentre en un tamaño de partícula inferior a 0.063mm.

2.3.3. ANÁLISIS DE HUMEDAD DE LA MATERIA PRIMA.

El análisis de humedad de la materia prima fue realizado en una balanza de humedad y secador de infrarrojos de marca Sartorius.

El procedimiento del análisis de humedad se encuentra detallado en el Anexo C.

Ilustración ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-5:

Balanza de Humedad Sartorius.



Fuente: Elaboración Propia. 2016

2.3.4. DETERMINACIÓN DEL NÚMERO DE IODO DE LA MATERIA PRIMA.

La determinación del número de Iodo de la materia prima se realizó para conocer la capacidad de adsorción del carbón de leña de quebracho colorado de Villamontes, siendo este análisis un parámetro comercial de calidad de carbones activados.

El procedimiento del análisis se realizó de acuerdo a la norma AWWA B 600-78 de la American Water Works Association y su equivalente la norma ASTM D4607-94.

El procedimiento general del análisis se encuentra en el Anexo D.

2.3.5. DETERMINACIÓN DEL NÚMERO DE AZUL DE METILENO DE LA MATERIA PRIMA.

El análisis de azul de metileno sirve para determinar la capacidad de adsorción de los carbones activados con moléculas de similares dimensiones del azul de metileno. El método de análisis del número azul de metileno se realizó de acuerdo a los procedimientos establecidos por el compendio de métodos de test para el carbón

activado del concilio europeo de federaciones de manufactureros químicos y la norma técnica colombiana NTC-4467 (Concilio Europeo de Manufactores Químicos, 1986).

Para realizar los análisis de azul de metileno se siguió el procedimiento explicado en el Anexo E.

2.3.6. IMPREGNACIÓN DE LA MATERIA PRIMA.

La impregnación es la etapa del proceso de obtención de carbón activado en la cual la materia prima se junta y/o mezcla con el reactivo o precursor activante. En el caso del presente proyecto se utilizó como activantes el ácido fosfórico y el cloruro de calcio, para cada uno de los cuales se realizaron los siguientes procesos.

2.3.6.1. IMPREGNACIÓN CON ÁCIDO FOSFÓRICO.

- En cada uno de los tres crisoles utilizados se agregó 17 gr de carbón de leña de Quebracho Colorado de Villamontes.
- A cada uno de los crisoles con carbón se colocó respectivamente 20; 30 y 40 gr de Ácido Fosfórico al 85%.
- Se agitó suavemente las mezclas de carbón con ácido hasta que las mezclas sean homogéneas.
- Se colocaron los crisoles en una estufa a 110°C durante 6 horas.

Ilustración ;Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-6:

Impregnación de la Materia Prima.



Fuente: Elaboración Propia. 2016.

2.3.6.2. IMPREGNACIÓN CON CLORURO DE CALCIO.

- Se utilizaron tres crisoles a los cuales se colocó 17 gr de carbón de leña de Quebracho Colorado de Villamontes.
- A cada uno de los crisoles con carbón se agregó respectivamente 17; 25,5 y 34 gr de Cloruro de Calcio Anhidro.
- Luego se puso a cada crisol 40 gr de agua para crear una solución de la mezcla.
- Se agitó suavemente las mezclas hasta que las mezclas sean homogéneas.
- Se colocaron los crisoles en una estufa a 110°C durante 6 horas.

2.3.7. ACTIVACIÓN QUÍMICA.

Luego del proceso de impregnación viene la etapa más importante que es la activación química. El procedimiento de la activación es el siguiente:

- Introducir los crisoles con las muestras impregnadas dentro de la mufla a utilizar.
- Programar la mufla a la temperatura requerida y seleccionada. Para la presente investigación se realizó la activación química a tres diferentes temperaturas, las cuales son 400° C, 600° C y 800° C.
- Iniciar el calentamiento de la mufla y dejarla operar 24 horas.
- Pasadas las 24 horas de operación apagar la mufla y dejar enfriar lentamente hasta que sea seguro retirar las muestras.
- Una vez retiradas las muestras de la mufla, se procede a pesarlas.

Ilustración ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-7:
Muestras a Introducir a la Mufla.



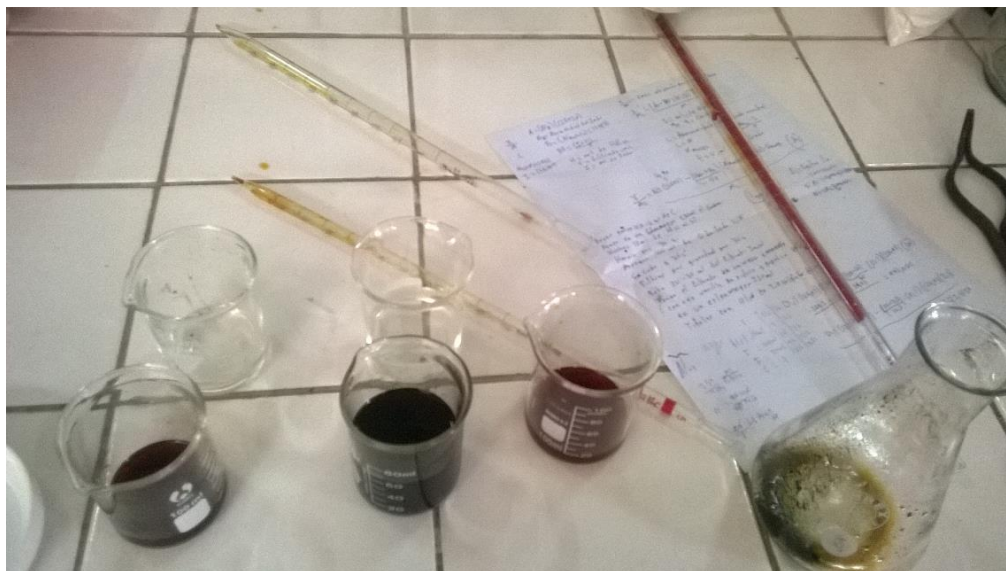
Fuente: Elaboración Propia. 2016.

2.3.8. DETERMINACIÓN DEL NÚMERO DE IODO DEL PRODUCTO OBTENIDO.

Al igual que la materia prima el procedimiento del análisis del número de Iodo del producto obtenido se realizó de acuerdo a las normas AWWA B 600-78 de la American Water Works Association (Concilio Europeo de Manufactores Químicos, 1986) y la norma ASTM D4607-94.

El procedimiento general del análisis de acuerdo a norma se encuentra en el Anexo D.

Ilustración ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-8:
Solución de Iodo Filtrada.



Fuente: Elaboración Propia. 2016.

2.3.9. DETERMINACIÓN DEL NÚMERO DE AZUL DE METILENO DEL PRODUCTO OBTENIDO.

Del mismo modo que la materia prima los análisis para determinar adsorción del azul de metileno por el producto obtenido se realizó por el procedimiento explicado en el Anexo E.

CAPÍTULO III

CAPÍTULO III.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

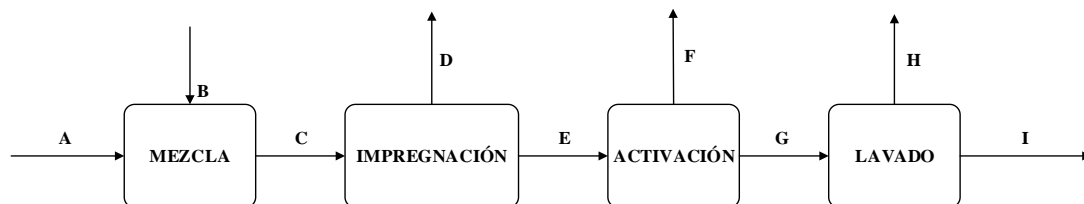
En este capítulo se muestran los balances de materia y los resultados obtenidos durante la investigación y/o parte experimental del proyecto además de la discusión de los mismos.

3.1. BALANCE DE MATERIA.

3.1.1. DIAGRAMA DE FLUJO Y BALANCE DE MATERIA GENERAL DE LA ACTIVACIÓN CON ÁCIDO FOSFÓRICO.

El diagrama de flujo del balance de materia general de la investigación con todos los procesos realizados para la activación química con ácido fosfórico es el siguiente:

Figura ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-7: **Diagrama de Flujo General de la Activación Química con Ácido Fosfórico.**



Fuente: Elaboración Propia. 2016

Los valores en gramos de cada una de las corrientes para cada muestra y réplicas se dan en las tablas del Anexo F.

El promedio de los valores de las corrientes y los valores expresados en unidad de masa de materia prima se dan en las siguientes tablas:

Tabla ;Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-4: Valores Promedio de las Corrientes del Balance de Materia.

Relación M.P./Re activo	Carbón (A)	H ₃ PO ₄ (B)	Mezcla (C)	Volátiles y H ₂ O (D)	Mezcla Impregnada (E)	Volátiles y otros (F)	Carbón Activado (G)	Impurezas (H)	Carbón Activado Limpio (I)
Activación a 400 °C									
1/1	17.027	20.063	37.090	3.219	33.871	9.348	24.522	8.911	15.611
1/1.5	17.073	30.048	47.121	3.394	43.727	13.763	29.964	13.465	16.499
1/2	17.037	40.040	57.077	3.062	54.015	15.745	38.270	21.426	16.844
Activación a 600 °C									
1/1	17.047	20.074	37.122	3.381	33.741	16.600	17.140	3.323	13.817
1/1.5	17.063	30.071	47.134	3.304	43.829	20.983	22.847	8.504	14.343
1/2	17.038	40.069	57.107	3.193	53.914	25.244	28.670	13.232	15.438
Activación a 800 °C									
1/1	17.050	20.073	37.123	3.254	33.869	29.321	4.327	-	-
1/1.5	17.050	30.071	47.121	3.260	43.861	43.861	-	-	-
1/2	17.049	40.049	57.098	3.215	53.883	49.170	5.308	-	-

Fuente: Elaboración Propia. 2016.

Tabla ;Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-5: Corrientes del Balance de Materia por Unidad o Kilogramo de Materia Prima

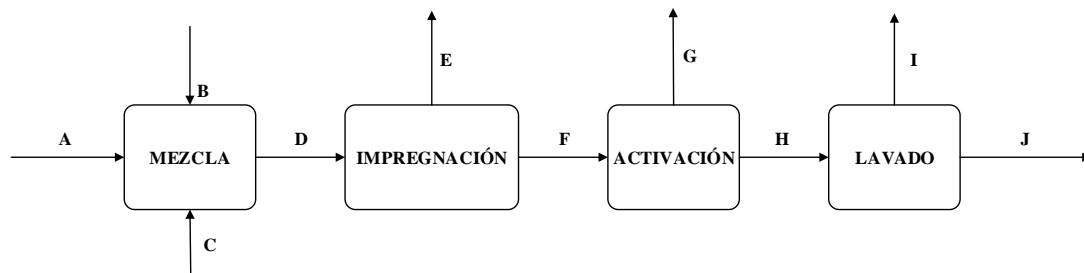
Relación M.P./Re activo	Carbón (A)	H ₃ PO ₄ (B)	Mezcla (C)	Volátiles y H ₂ O (D)	Mezcla Impregnada (E)	Volátiles y otros (F)	Carbón Activado (G)	Impurezas (H)	Carbón Activado Limpio (I)
Activación a 400 °C									
1/1	1	1.178	2.178	0.189	1.989	0.549	1.440	0.523	0.917
1/1.5	1	1.760	2.760	0.199	2.561	0.806	1.755	0.789	0.966
1/2	1	2.350	3.350	0.180	3.170	0.924	2.246	1.258	0.989
Activación a 600 °C									
1/1	1	1.178	2.178	0.198	1.979	0.974	1.005	0.195	0.811
1/1.5	1	1.762	2.762	0.194	2.569	1.230	1.339	0.498	0.841
1/2	1	2.352	3.352	0.187	3.164	1.482	1.683	0.777	0.906
Activación a 800 °C									
1/1	1	1.177	2.177	0.191	1.987	1.720	0.254	-	-
1/1.5	1	1.764	2.764	0.191	2.573	2.294	-	-	-
1/2	1	2.349	3.349	0.189	3.160	2.884	0.311	-	-

Fuente: Elaboración Propia. 2016.

3.1.2. DIAGRAMA DE FLUJO Y BALANCE DE MATERIA GENERAL DE LA ACTIVACIÓN CON CLORURO DE CALCIO.

El diagrama de flujo general de la investigación con todos los procesos realizados para la activación química con Cloruro de Calcio es el siguiente:

Figura ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento. **-8: Diagrama de Flujo General de la Activación Química con Cloruro de Calcio.**



Fuente: Elaboración Propia. 2016.

Los valores en gramos de las corrientes para cada muestra y réplicas se dan en las tablas del Anexo G.

El promedio de los valores de las corrientes y los valores expresados en unidad de masa de materia prima se dan en las siguientes tablas:

Tabla ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento. **-6: Valores Promedio de las Corrientes del Balance de Materia.**

Relación M.P./Reactivo	Carbón (A)	CaCl ₂ (B)	Agua (C)	Mezcla (D)	Volátiles y H ₂ O (E)	Mezcla Impregnada (F)	Volátiles y otros (G)	Carbón Activado (H)	Impurezas (I)	Carbón Activado Limpio (J)
Activación a 400 °C										
1/1	17.040	17.045	40.032	74.117	29.862	44.255	16.280	27.974	16.094	11.880
1/1.5	17.047	25.529	40.060	82.636	26.268	56.367	21.214	35.154	23.789	11.365
1/2	17.067	34.046	40.047	91.159	19.962	71.197	28.626	42.570	31.793	10.777

Activación a 600 °C										
1/1	17.054	17.030	40.069	74.153	32.591	41.562	41.562	-	-	-
1/1.5	17.044	25.548	40.049	82.641	26.584	56.057	56.057	-	-	-
1/2	17.028	34.059	40.069	91.156	20.110	71.046	71.046	-	-	-
Activación a 800 °C										
1/1	17.040	17.024	40.031	74.098	32.278	41.820	41.820	-	-	-
1/1.5	17.099	25.566	40.042	82.718	28.665	54.053	54.053	-	-	-
1/2	17.043	34.026	40.038	91.101	20.371	70.730	70.730	-	-	-

Fuente: Elaboración Propia. 2016.

Tabla 7: Corrientes del Balance de Materia por Unidad y/o Kilogramo de Materia Prima.

Relación M.P./Reactivo	Carbón (A)	CaCL ₂ (B)	Agua (C)	Mezcla (D)	Volátiles y H ₂ O (E)	Mezcla Impregnada (F)	Volátiles y otros (G)	Carbón Activado (H)	Impurezas (I)	Carbón Activado Limpio (J)
Activación a 400 °C										
1/1	1	1.000	2.349	4.350	1.752	2.597	0.955	1.642	0.944	0.697
1/1.5	1	1.498	2.350	4.848	1.541	3.307	1.244	2.062	1.396	0.667
1/2	1	1.995	2.346	5.341	1.170	4.172	1.677	2.494	1.863	0.631
Activación a 600 °C										
1/1	1	0.999	2.350	4.348	1.911	2.437	-	-	-	-
1/1.5	1	1.499	2.350	4.849	1.560	3.289	-	-	-	-
1/2	1	2.000	2.353	5.353	1.181	4.172	-	-	-	-
Activación a 800 °C										
1/1	1.000	0.999	2.349	4.348	1.894	2.454	-	-	-	-
1/1.5	1.000	1.495	2.342	4.838	1.676	3.161	-	-	-	-
1/2	1.000	1.996	2.349	5.345	1.195	4.150	-	-	-	-

Fuente: Elaboración Propia. 2016.

3.1.3. BALANCE DE MATERIA DE LOS PROCESOS.

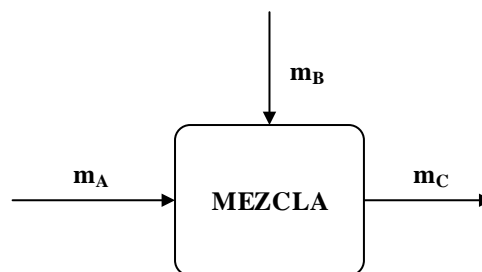
El balance de materia se realizará en cada uno de los procesos, siendo los balances generales por cada activación los presentados en las secciones 3.1.1 y 3.1.2. del presente proyecto.

3.1.3.1. BALANCE DE MATERIA EN EL PROCESO DE MEZCLADO.

El mezclado se realizó en un crisol cerámico de 150 ml, la mezcla es del carbón de leña de Quebracho Colorado de Villamontes y del reactivo activante en fase líquida para formar una solución pastosa homogénea. En caso de la mezcla de carbón con Cloruro de Calcio se requirió agregar adicionalmente agua para formar una solución líquida y/o pastosa, debido a que tanto el carbón de leña como el cloruro de calcio se encuentran en estado sólido.

El diagrama de flujo para la mezcla con ácido fosfórico es:

Figura ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento. **-9: Diagrama de Flujo de la Mezcla con Ácido Fosfórico.**



Fuente: Elaboración Propia. 2016.

El balance de materia del proceso de mezclado es:

$$m_A + m_B = m_C \quad (1)$$

Donde:

m_A = Masa de Carbón de Leña de Quebracho Colorado de Villamontes

m_B = Masa de Ácido Fosfórico al 85%.

m_C = Masa de carbón y precursor que irá al proceso de impregnación.

Los valores obtenidos de cada análisis y replica de las corrientes del proceso se detallan en los Anexos F y G. Los valores promedios y por unidad de materia prima de cada corriente se encuentran en las siguientes tablas:

Tabla ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-8: **Valores Promedio de las Corrientes de Meclado con Cloruro de Calcio.**

m_A	m_B	m_C
Activación a 400 °C		
17.027	20.063	37.090
17.073	30.048	47.121
17.037	40.040	57.077
Activación a 600 °C		
17.047	20.074	37.122
17.063	30.071	47.134
17.038	40.069	57.107
Activación a 800 °C		
17.050	20.073	37.123
17.050	30.071	47.121
17.049	40.049	57.098

Fuente: Elaboración Propia. 2016.

Tabla ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-9: **Fracciones de Carbón en las Corrientes del Proceso de Mezclado para la Activación con Ácido Fosfórico.**

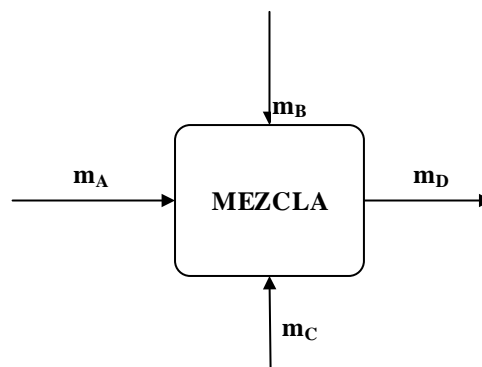
X_{Cm_A}	X_{Cm_B}	X_{Cm_C}
Activación a 400 °C		
1	0	0.459

1	0	0.362
1	0	0.299
Activación a 600 °C		
1	0	0.459
1	0	0.362
1	0	0.298
Activación a 800 °C		
1	0	0.459
1	0	0.362
1	0	0.299

Fuente: Elaboración Propia. 2016.

El diagrama de flujo para el mezclado con Cloruro de Calcio es:

Figura ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-10:
Diagrama de Flujo del Mezclado con Cloruro de Calcio.



Fuente: Elaboración Propia. 2016.

El balance de materia para el proceso de mezclado es:

$$m_A + m_B + m_C = m_D \quad (2)$$

Donde:

m_A = Masa de Carbón de Leña de Quebracho Colorado de Villamontes

m_B = Masa del Cloruro de Calcio Anhidro

m_C = Masa de Agua.

m_D = Masa de carbón y precursor que irá al proceso de impregnación.

Los valores de cada una de las corrientes se indica en el Anexo G. Los valores promedio y por unidad de materia prima se detallan a continuación:

Tabla ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-10: **Valores Promedio de las Corrientes de Meclado con Cloruro de Calcio.**

m_A	m_B	m_C	m_D
Activación a 400 °C			
17.040	17.045	40.032	74.117
17.047	25.529	40.060	82.636
17.067	34.046	40.047	91.159
Activación a 600 °C			
17.054	17.030	40.069	74.153
17.044	25.548	40.049	82.641
17.028	34.059	40.069	91.156
Activación a 800 °C			
17.040	17.024	40.031	74.098
17.099	25.566	40.042	82.718
17.043	34.026	40.038	91.101

Fuente: Elaboración Propia. 2016.

Tabla ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-11: **Fraciones de Carbón en las Corrientes del Proceso de Mezclado para la Activación con Cloruro de Calcio.**

X_{Cm_A}	X_{Cm_B}	X_{Cm_C}	X_{Cm_D}
------------	------------	------------	------------

Primera Réplica			
1	0	0	0.230
1	0	0	0.206
1	0	0	0.187
Segunda Réplica			
1	0	0	0.230
1	0	0	0.206
1	0	0	0.187
Tercera Réplica			
1	0	0	0.230
1	0	0	0.207
1	0	0	0.187

Fuente: Elaboración Propia. 2016.

3.1.3.2. BALANCE DE MATERIA EN EL PROCESO DE IMPREGNACIÓN.

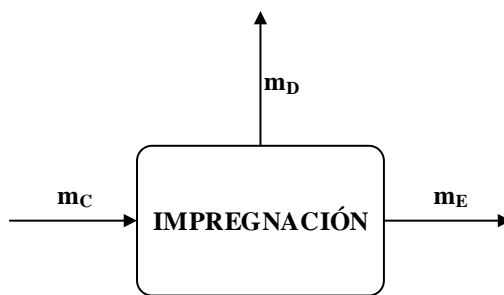
La Impregnación es una de las etapas más importantes del proceso de obtención del carbón activado, debido a que en esta etapa el precursor reactivo empieza a reaccionar con el carbón. En esta etapa la pérdida más significativa es la del agua y/o humedad que se encuentra en el carbón; así es posible que el reactivo penetre la estructura del carbón y adhiriéndose mejor en las paredes del mismo.

En la investigación presente la etapa de impregnación se realizó durante 6 horas continuas a una temperatura de 105° C para secar con mayor eficiencia el carbón.

El diagrama de flujo para la etapa de impregnación con ácido fosfórico es:

Figura ;Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-11

Diagrama de Flujo del Proceso de Impregnación con Ácido Fosfórico.



Fuente: Elaboración Propia. 2016.

El balance de materia para la etapa de impregnación con ácido fosfórico es:

$$m_C = m_D + m_E \quad (3)$$

Donde:

m_C = Masa de mezcla de carbón y precursor.

m_D = Masa de mezcla agua y algunos volátiles.

m_E = Masa de mezcla impregnada.

Los valores de cada variable de la ecuación (3) se dan en el Anexo F. Los valores promedio de las réplicas de cada corriente y por unidad de masa de materia prima se encuentran en las siguientes tablas –Cabe destacar que cada fila de las tablas son los valores de las corrientes de acuerdo a la activación con cada una de las proporciones materia prima/reactivo, en orden ascendente, es decir la primera fila corresponde a las corrientes de la activación con una proporción de materia prima/Reactivo de 1/1, la segunda con la relación de 1/1.5 y la tercera con la relación 1/2:

Tabla ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-12: **Valores Promedio de las Corrientes de Impregnación con Ácido Fosfórico.**

m_C	m_D	m_E
Activación a 400 °C		
37.090	3.219	33.871
47.121	3.394	43.727

57.077	3.062	54.015
Activación a 600 °C		
37.122	3.381	33.741
47.134	3.304	43.829
57.107	3.193	53.914
Activación a 800 °C		
37.123	3.254	33.869
47.121	3.260	43.861
57.098	3.215	53.883

Fuente: Elaboración Propia. 2016.

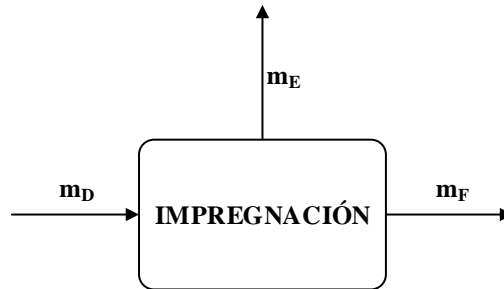
Tabla ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-13:
**Fraciones de la Corriente de Entrada del Proceso de Impregnación para la
 Activación con Ácido Fosfórico.**

X_{mC}	X_{mD}	X_{mE}
Activación a 400 °C		
1	0.087	0.913
1	0.072	0.928
1	0.054	0.946
Activación a 600 °C		
1	0.091	0.909
1	0.070	0.930
1	0.056	0.944
Activación a 800 °C		
1	0.088	0.912
1	0.069	0.931
1	0.056	0.944

Fuente: Elaboración Propia. 2016.

El diagrama para el proceso de impregnación con Cloruro de Calcio es:

Figura ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-12:
Diagrama de Flujo de la Impregnación con Cloruro de Calcio.



Fuente: Elaboración Propia. 2016.

El balance de materia del proceso de impregnación con Cloruro de Calcio es:

$$m_D = m_E + m_F \quad (4)$$

Donde:

m_D = Masa de mezcla de carbón y precursor.

m_E = Masa de mezcla agua y algunos volátiles.

m_F = Masa de mezcla impregnada.

Los valores de cada variable de la ecuación (4) son dados en el Anexo G y los valores promedio y por unidad de masa de materia prima que se utiliza se dan a continuación:

Tabla ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-14: **Valores Promedio de las Corrientes de Impregnación con Cloruro de Calcio.**

m_D	m_E	m_F
Activación a 400 °C		

74.117	29.862	44.255
82.636	26.268	56.367
91.159	19.962	71.197
Activación a 600 °C		
74.153	32.591	41.562
82.641	26.584	56.057
91.156	20.110	71.046
Activación a 800 °C		
74.098	32.278	41.820
82.718	28.665	54.053
91.101	20.371	70.730

Fuente: Elaboración Propia. 2016.

**Tabla ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-15:
Fracciones de la Corriente de Entrada del Proceso de Impregnación para la
Activación con Cloruro de Calcio.**

X_{mD}	X_{mE}	X_{mF}
Activación a 400 °C		
1	0.403	0.597
1	0.318	0.682
1	0.219	0.781

Activación a 600 °C		
1	0.440	0.560
1	0.322	0.678
1	0.221	0.779
Activación a 800 °C		
4.348	0.436	0.564
4.838	0.346	0.654
5.345	0.224	0.776

Fuente: Elaboración Propia. 2016.

3.1.3.3. BALANCE DE MATERIA EN EL PROCESO DE ACTIVACIÓN.

El proceso de activación química es el más importante debido a que en esta etapa la materia prima se convierte en carbón activado.

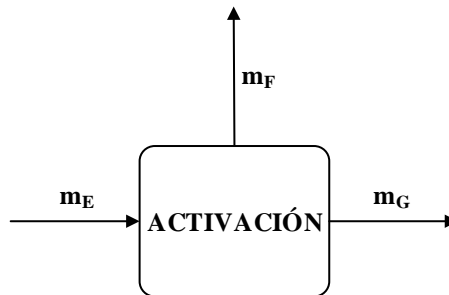
La activación química se realizó en una mufla a las temperaturas seleccionadas (400°C; 600°C y 800°C) durante 24 horas continuas.

En esta etapa de la investigación puede ocurrir y ocurrió la combustión del carbón, en especial a 800°C. Durante el proceso de activación con cloruro de calcio a las temperaturas de 600 y 800 grados centígrados ocurrió la combustión completa del carbón obteniendo una mezcla de cenizas, cloruro de calcio y algunas sales de calcio.

En el proceso de activación con ácido fosfórico a 800°C en algunos casos ocurrió una combustión completa del carbón y en otros la mezcla del carbón y el esmalte fundido del crisol cerámico, haciendo que el carbón quede adherido en las paredes del mismo y siendo imposible su recuperación, sólo su cuantificación. Fue en los crisoles nuevos y/o que no se sometieron a una temperatura alta mayor a los 600 °C, en los cuales el carbón se adhirió a las paredes y en los demás ocurrió la combustión del mismo.

El diagrama de flujo del proceso de activación con ácido fosfórico es el siguiente:

Figura ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-13:
Diagrama de Flujo de la Activación del Carbón con Ácido Fosfórico.



Fuente: Elaboración Propia. 2016.

El balance de materia de la activación química con ácido fosfórico es:

$$m_E = m_F + m_G \quad (5)$$

Donde:

m_E = Masa de Carbón Impregnado.

m_F = Masa de volátiles, alquitranes combustiónados, gases de combustión.

m_G = Carbón Activado.

Los valores de cada corriente se detallan en el Anexo F, los promedios y los valores por unidad de masa de materia prima se dan a continuación:

Tabla ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-16: **Valores Promedio de las Corrientes de la Activación con Ácido Fosfórico.**

m_E	m_F	m_G
Activación a 400 °C		
33.871	9.348	24.522
43.727	13.763	29.964

54.015	15.745	38.270
Activación a 600 °C		
33.741	16.600	17.140
43.829	20.983	22.847
53.914	25.244	28.670
Activación a 800 °C		
33.869	29.321	4.327
43.861	-	-
53.883	49.170	5.308

Fuente: Elaboración Propia. 2016.

Tabla ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-17:
Fraciones de la Corriente de Entrada del Proceso de Activación con Ácido
Fosfórico.

X_{mE}	X_{mF}	X_{mG}
Activación a 400 °C		
1	0.276	0.724
1	0.315	0.685
1	0.292	0.708
Activación a 600 °C		

1	0.492	0.508
1	0.479	0.521
1	1.482	1.683
Activación a 800 °C		
1	0.866	0.134
1	1	-
3.160	0.913	0.087

Fuente: Elaboración Propia. 2016.

Ilustración ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-9:
Carbones Activados con Ácido Fosfórico a 600 °C.



Fuente: Elaboración Propia. 2016.

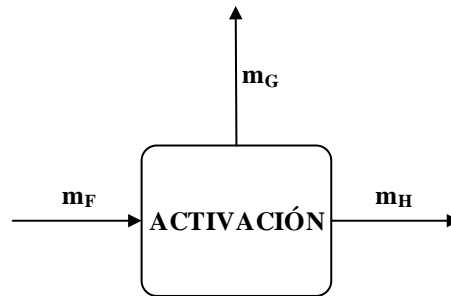
Ilustración ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-10:
Carbones Activados a 800°C.



Fuente: Elaboración Propia. 2016.

El diagrama de flujo del proceso de activación con Cloruro de Calcio es el siguiente:

Figura ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-**14:Diagrama de Flujo de la Activación del Carbón con Cloruro de Calcio.**



Fuente: Elaboración Propia. 2016.

El balance de materia de la activación química con Cloruro de Calcio es:

$$m_F = m_G + m_H \quad (6)$$

Donde:

m_E = Masa de Carbón Impregnado.

m_F = Masa de volátiles, alquitranes combustión, gases de combustión.

m_G = Carbón Activado.

Los valores de los promedios y por unidad de masa de materia prima de cada corriente se dan en las siguientes tablas:

Tabla ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-**18: Valores Promedio de las Corrientes de Activación con Cloruro de Calcio.**

m_F	m_G	m_H
Activación a 400 °C		
44.255	16.280	27.974
56.367	21.214	35.154

71.197	28.626	42.570
Activación a 600 °C		
41.562	41.562	-
56.057	56.057	-
71.046	71.046	-
Activación a 800 °C		
41.820	41.820	-
54.053	54.053	-
70.730	70.730	-

Fuente: Elaboración Propia. 2016.

Tabla ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-19
Fraciones de la Corriente de Entrada del Proceso de Activación con Cloruro de Calcio.

X_{mF}	X_{mG}	X_{mH}
Activación a 400 °C		
1	0.368	0.632
1	0.376	0.624
1	0.402	0.598
Activación a 600 °C		
1	1	-
1	1	-
1	1	-
Activación a 800 °C		
1	1	-
1	1	-
1	1	-

Fuente: Elaboración Propia. 2016.

Ilustración ;Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-11: :
Muestras de carbón activado con CaCl_2 recién salidas de la mufla a 600°C junto a una muestra de carbón activada con H_3PO_4 a 600°C .



Fuente: Elaboración Propia. 2016.

3.1.3.4. BALANCE DE MATERIA EN EL PROCESO DE LAVADO.

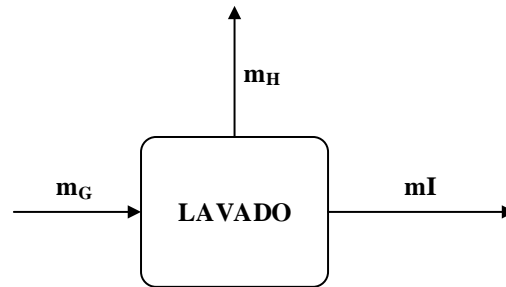
En el proceso de lavado se eliminan todas las impurezas, rastros de los precursores y sales inorgánicas y orgánicas que se hubiesen podido formar.

Para el lavado se realizó con un litro de agua cada muestra, Ácido Clorhídrico e Hidróxido de Sodio para eliminar los rastros de precursor en cada una de las muestras. Para separar el agua del carbón se realizó por sedimentación y filtración del agua y luego se sometió a secado infrarrojo para eliminar la humedad.

Cabe destacar que los rastros del precursor de cloruro de calcio fueron más abundantes que los del ácido fosfórico, eso es debido a que cloruro de calcio tiene puntos de fusión, ebullición y sublimación más altos que el ácido fosfórico.

El diagrama de flujo del Lavado del carbón activado con ácido fosfórico es el siguiente:

Figura ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-15:
Diagrama de Flujo del Lavado del Carbón Activado con Ácido Fosfórico.



Fuente: Elaboración Propia. 2016.

El balance de materia de esta etapa es:

$$m_G = m_H + m_I \quad (7)$$

Donde:

m_G = Masa de Carbón Activado con impurezas.

m_H = Masa de Impurezas

m_I = Masa de Carbón Activado Limpio.

Los valores de la ecuación (7) se dan en la tabla del Anexo F, los valores promedio de las masas de las corrientes y por unidad de masa se dan a continuación, cabe estacar que a las temperaturas en las que no hubo una obtención de carbón activado, o no se pudo recuperar el carbón activado, no se realizó el proceso de lavado:

Tabla ;Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-20: Valores Promedio de las Corrientes del Lavado con Ácido Fosfórico.

m_G	m_H	m_I
Activación a 400 °C		
24.522	8.911	15.611
29.964	13.465	16.499
38.270	21.426	16.844
Activación a 600 °C		
17.140	3.323	13.817
22.847	8.504	14.343
28.670	13.232	15.438

Fuente: Elaboración Propia. 2016.

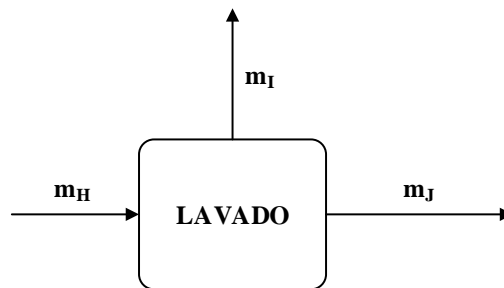
Tabla ;Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-21: Fracciones de la Corriente de Entrada del Proceso de Lavado en la Activación con Ácido Fosfórico.

X_{m_G}	X_{m_H}	X_{m_I}
Activación a 400 °C		
1	0.363	0.637
1	0.450	0.550
1	0.560	0.44
Activación a 600 °C		
1	0.194	0.805
1	0.372	0.628
1	0.462	0.538

Fuente: Elaboración Propia. 2016.

El diagrama de flujo del lavado del carbón activado con Cloruro de Calcio es el siguiente:

Figura ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-16:
Diagrama de Flujo del Lavado del Carbón Activado con Cloruro de Calcio.



Fuente: Elaboración Propia. 2016.

El balance de materia de esta etapa es:

$$m_H = m_I + m_J \quad (8)$$

Donde:

m_H = Masa de Carbón Activado con impurezas.

m_I = Masa de Impurezas

m_J = Masa de Carbón Activado Limpio.

Los valores de la ecuación (8) se dan en la tabla del Anexo F, los valores promedio de las masas de las corrientes y por unidad de masa se dan a continuación, cabe estacar que a las temperaturas en las que no hubo una obtención de carbón activado, o no se pudo recuperar el carbón activado, no se realizó el proceso de lavado:

Tabla ;Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-22: Valores Promedio de las Corrientes del Lavado con Cloruro de Calcio.

m_H	m_I	m_J
Activación a 400°C		
27.974	16.094	11.880
35.154	23.789	11.365
42.570	31.793	10.777

Fuente: Elaboración Propia. 2016.

Tabla ;Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-23: Corrientes del Proceso de Lavado en Unidad de Masa de Materia Prima para la Activación con Cloruro de Calcio.

X_{m_H}	X_{m_I}	X_{m_J}
Activación a 400°C		
1	0.575	0.425
1	0.677	0.323
1	0.747	0.253

Fuente: Elaboración Propia. 2016.

3.2. BALANCE DE ENERGÍA.

Los balances de energía son realizados a cada uno de los procesos en los que hubo un consumo de energía.

3.2.1. BALANCE DE ENERGÍA EN EL PROCESO DE IMPREGNACIÓN.

La impregnación fue realizada en una estufa a 105° C durante 6 horas, se realizaron nueve impregnaciones; por cada impregnación hubo seis muestras, tres de carbón con

ácido fosfórico y tres con cloruro de calcio. Cada lote de impregnación estaba destinado para cada una de las temperaturas de activación y sus respectivas réplicas.

Las condiciones de impregnación y la potencia de la estufa son:

$$\text{Tiempo} = t = 6 \text{ h}$$

$$\text{Temperatura de la estufa} = 105^\circ\text{C}$$

$$\text{Potencia de la Estufa} = P_{EST} = 2 \text{ Kw}$$

Por lo tanto, el balance de energía se considera igual a la energía consumida por la estufa, el cual es igual a:

$$E_{EST} = P_{EST} \times t \quad (9)$$

$$E_{EST} = 2 \text{ KW} \times 6 \text{ h}$$

$$E_{EST} = 12 \text{ kWh} = 12 \text{ kWh} \times 3600 \frac{\text{kJ}}{\text{kWh}} = 43200 \text{ kJ}$$

La energía consumida por cada lote de muestras en la estufa es de 43200 kJ, entonces para el proyecto de investigación la energía total consumida en la estufa es de:

$$E_{T_{EST}} = n \times E_{EST} \quad (10)$$

Donde:

$$E_{T_{EST}} = \text{Energía total consumida en la estufa.}$$

$$n = \text{número de veces que se usó la estufa para la impregnación} = 9$$

$$E_{EST} = \text{Energía consumida por cada uso de la estufa} = 43200 \text{ kJ}$$

$$E_{T_{EST}} = 9 \times 43200 \text{ kJ} = 388800 \text{ kJ}$$

Se consumió en total en el proceso de impregnación en la estufa 388800 kJ.

3.2.2. BALANCE DE ENERGÍA EN EL PROCESO DE ACTIVACIÓN QUÍMICA.

Durante la activación química se introdujo a la mufla durante 24 horas a cada una de las temperaturas de activación seis muestras, de las cuales tres corresponden a la

activación con ácido fosfórico y tres a la activación con cloruro de calcio. Por cada una de las tres temperaturas de activación se realizaron tres réplicas, entonces la mufla funcionó 9 veces.

Las condiciones de activación y la potencia de la mufla son:

$$\textit{T tiempo} = t = 24 \textit{ h}$$

$$\textit{Temperaturas de la Mufla} = 400^{\circ}\text{C}; 600^{\circ}\text{C}; 800^{\circ}\text{C}$$

$$\textit{Potencia de la Mufla} = P_{ACT} = 3.5 \textit{ Kw}$$

Por lo tanto, el balance de energía se considera igual a la energía consumida por la mufla, el cual es igual a:

$$E_{ACT} = P_{ACT} \times t \quad (11)$$

$$E_{ACT} = 3.5 \textit{ KW} \times 24 \textit{ h}$$

$$E_{EST} = 84 \textit{ kWh} = 84 \textit{ kWh} \times 3600 \frac{\textit{kJ}}{\textit{kWh}} = 302400 \textit{ kJ}$$

La energía consumida por cada lote de muestras en la mufla es de 302400 kJ, entonces para el proyecto de investigación la energía total consumida en la mufla es de:

$$E_{TACT} = n \times E_{ACT} \quad (12)$$

Donde:

$$E_{TACT} = \textit{Energía total consumida en la mufla.}$$

$$n = \textit{número de veces que se usó la mufla para la activación} = 9$$

$$E_{ACT} = \textit{Energía consumida por cada uso de la mufla} = 207360 \textit{ kJ}$$

$$E_{TACT} = 9 \times 302400 \textit{ kJ} = 2721600 \textit{ kJ}$$

El consumo total en el proceso de activación química en la mufla es 2721600 kJ.

3.3. HUMEDAD DE LA MATERIA PRIMA.

La humedad de la materia prima fue analizada con una balanza de humedad y/o secador de infrarrojos de marca Sartorius según el procedimiento del Anexo C, para ello se analizó 6 muestras de carbón de leña de Quebracho Colorado de Villamontes pulverizado, las cuales fueron muestreadas del carbón a utilizar para cada lote de carbones que entraron a la mufla. Los resultados obtenidos se presentan en la siguiente tabla:

Tabla ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-24:
Resultados del Análisis de Humedad de la Materia Prima.

Número de Muestra	Humedad [%]
1	3.68
2	3.83
3	4.48
4	3.54
5	4.26
6	4.42

Fuente: Elaboración Propia. 2016

Donde el promedio (media aritmética) de los datos de humedades de 4.035%, por lo tanto, se considera ese valor como el de la humedad de la materia prima.

3.4. RESULTADOS DE LA PRUEBA DE NÚMERO DE IODO.

Los análisis de Número de Iodo fueron realizados de acuerdo a las normas AWWA B 600-78 de la American Water Works Association (Concilio Europeo de la Federación de Manufactores, 1986) y la norma ASTM D4607-94.

Al ser un método analítico, los resultados de la prueba de número de Iodo se obtuvieron con la siguiente ecuación:

$$\frac{X}{M_C} = A \times \frac{N_I \times V_I \times PM_{Iodo} - \left(\frac{V_{HCl} + V_I}{V_F} \right) \times N_{Na_2S_2O_3} \times PM_{Iodo} \times V_{Na_2S_2O_3}}{M_C} \quad (13)$$

Donde:

$$\frac{X}{M_C} = \text{Número de Iodo o Iodo adsorbido por gramo de Carbón.}$$

$$N_I = \text{Normalidad de la solución de Iodo} = 0,1 \text{ N.}$$

$$PM_{\text{Iodo}} = \text{Peso Atómico del Iodo (de norma)} = 126,93 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$$

$$V_I = \text{Volumen de Iodo Usado} = 100 \text{ ml.}$$

$$V_{\text{HCl}} = \text{Volumen de Ácido Clorhídrico usado} = 10 \text{ ml.}$$

$$V_F = \text{Volumen del Filtrado} = 50 \text{ ml.}$$

$$N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} = \text{Normalidad de la Solución de Tiosulfato de Sodio} = 0,1 \text{ N.}$$

$$V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} = \text{Volumen de Tiosulfato de Sodio utilizado en la titulación.}$$

A = Factor de Corrección.

El factor de corrección A depende de la normalidad residual, la cual es igual a:

$$N_r = N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \times \frac{V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}}{50} \quad (14)$$

Donde:

$$N_r = \text{Normalidad Residual del filtrado.}$$

$$V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} = \text{Volumen del Tiosulfato utilizado.}$$

Si la normalidad residual del filtrado se encuentra entre 0,008 y 0,0334 N, el valor de A se obtiene de la Tabla del Anexo A; si el valor de la normalidad residual es menor que 0,008 se debe usar mayor cantidad de carbón en el análisis, y si el valor es mayor a 0,0334 la cantidad a usar del carbón debe ser menor.

3.4.1. NÚMERO DE IODO DE LA MATERIA PRIMA.

Los valores de masa de carbón, del volumen de tiosulfato de sodio, normalidad residual, factor de corrección y el valor de número de Iodo de las ecuaciones 13 y 14 para la materia prima se da en la siguiente tabla:

Tabla 3-25: Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-25:**Resultados de Número de Iodo de la Materia Prima.**

m_C	$V_{Na_2S_2O_3}$	N_r	A	X/m_C
6 gr	12.8 ml	0.0256	0.9625	146.2784

Fuente: Elaboración Propia. 2016.

Como se puede ver en la tabla 3-22 el carbón de leña de Quebracho Colorado tiene la propiedad de ser adsorbente, pero al no ser un carbón activado no posee una capacidad alta de adsorción.

3.4.2. NÚMERO DE IODO DEL CARBÓN ACTIVADO OBTENIDO.

Los resultados del análisis de Número de Iodo del producto obtenido, los valores del volumen de tiosulfato de sodio, normalidad residual del filtrado, factor de corrección y masa de carbón de las ecuaciones 13 y 14 se dan en las siguientes tablas:

Tabla 3-26: Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-26:**Resultados de la Primera Réplica del Análisis de Número de Iodo.**

Temperatura de Activación	Reactivo	Proporción de Reactivo	m_C [g]	$V_{Na_2S_2O_3}$ [ml]	N_r	A	X/m_C
400°C	H_3PO_4	1/1	2.236	13.6	0.0272	0.9525	378.923
		1/1,5	2.184	12.4	0.0248	0.9663	408.392
		1/2	2.160	13.2	0.0264	0.9575	399.267
	$CaCl_2$	1/1	4.597	10.3	0.0206	0.9963	212.757
		1/1,5	3.910	12.85	0.0257	0.9613	223.845
		1/2	3.647	11.65	0.0233	0.9763	252.702
600°C	H_3PO_4	1/1	2.964	4.4	0.0088	1.1475	443.836
		1/1,5	2.008	20.8	0.0216	0.9888	476.532
		1/2	2.136	12	0.024	0.9725	425.334

Fuente: Elaboración Propia. 2016.

Tabla ;Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-27:
Resultados de la Segunda Réplica del Análisis de Número de Iodo.

Temperatura de Activación	Reactivo	Proporción de Reactivo	m _C [g]	V _{Na₂S₂O₃} [ml]	N _r	A	X/m _C
400°C	H ₃ PO ₄	1/1	2.235	13.5	0.027	0.9538	380.802
		1/1,5	2.187	12.35	0.0247	0.9675	408.956
		1/2	2.162	13.2	0.0264	0.9575	398.897
	CaCl ₂	1/1	4.597	10.35	0.0207	0.995	212.177
		1/1,5	3.908	12.8	0.0256	0.9613	224.303
		1/2	3.645	11.7	0.0234	0.9763	252.467
600°C	H ₃ PO ₄	1/1	2.965	4.3	0.0086	1.1513	446.240
		1/1,5	2.003	10.7	0.0214	0.99	479.681
		1/2	2.135	12.1	0.0242	0.97	423.171

Fuente: Elaboración Propia. 2016.

Tabla ;Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-28:Resultados de la Tercera Réplica del Análisis de Número de Iodo.

Temperatura de Activación	Reactivo	Proporción de Reactivo	m _C [g]	V _{Na₂S₂O₃} [ml]	N _r	A	X/m _C
400°C	H ₃ PO ₄	1/1	2.24	13.7	0.0274	0.9513	376.584

		1/1,5	2.182	12.45	0.0249	0.9663	408.148
		1/2	2.158	13.15	0.0263	0.9575	400.256
		1/1	4.599	10.4	0.0208	0.995	211.783
	CaCl ₂	1/1,5	3.91	12.85	0.0257	0.9613	223.845
		1/2	3.647	11.65	0.0233	0.9763	252.703
600°C	H ₃ PO ₄	1/1	2.963	4.4	0.0088	1.1475	443.986
		1/1,5	2.01	10.8	0.0216	0.9888	476.058
		1/2	2.137	12.1	0.0242	0.97	422.775

Fuente: Elaboración Propia. 2016.

De acuerdo a las anteriores tablas y/o el número de Iodo, el mejor carbón activado obtenido es el carbón activado por ácido fosfórico a una proporción de 1/1.5 a 600°C. Lo cual se puede ver en el promedio general de las 3 réplicas del número de Iodo en la siguiente tabla:

Tabla ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-**29: Promedio del Número de Iodo.**

Temperatura de Activación	Reactivo	Proporción de Reactivo	X/m _c Réplica 1	X/m _c Réplica 2	X/m _c Réplica 3	X/m _c Promedio
400°C	H ₃ PO ₄	1/1	378.923	380.802	376.584	378.770
		1/1,5	408.392	408.956	408.148	408.499
		1/2	399.267	398.897	400.256	399.473
	CaCl ₂	1/1	212.757	212.177	211.783	212.239
		1/1,5	223.845	224.303	223.845	223.998
		1/2	252.702	252.467	252.703	252.624
600°C	H ₃ PO ₄	1/1	443.836	446.240	443.986	444.687
		1/1,5	476.532	479.681	476.058	477.424
		1/2	425.334	423.171	422.775	423.760

Fuente: Elaboración Propia. 2016.

3.4.3. NÚMERO DE IODO DEL CARBÓN ACTIVADO COMERCIAL.

Los valores de masa de carbón, del volumen de tiosulfato de sodio, normalidad residual, factor de corrección y el valor de número de Iodo de las ecuaciones 13 y 14 para el carbón activado comercial se da en la siguiente tabla:

Tabla ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-30: **Número de Iodo del Carbón Activado Comercial.**

m_C	$V_{Na_2S_2O_3}$	N_r	A	X/m_C
1.776	5.2	0.0104	1.12	708.887

Fuente: Elaboración Propia. 2016.

3.5. RESULTADOS DE LA PRUEBA DE ADSORCIÓN DE AZUL DE METILENO.

En la prueba de azul de metileno se determinó la cantidad decolorada de la solución por 0.1 gramos de carbón; la prueba se realizó a cada uno y a todos los diferentes carbones.

El valor del número de azul metileno es igual al volumen de la solución de azul de metileno que fue decolorado por gramo de carbón activado

3.5.1. ADSORCIÓN DE AZUL DE METILENO DE LA MATERIA PRIMA.

En la siguiente tabla se encuentran los valores de la masa de carbón utilizado, y el volumen de la solución utilizado para la decoloración, y el número o índice de azul de metileno del carbón de leña de quebracho colorado de Villamontes del departamento de Tarija:

Tabla ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-31: **Adsorción de Azul de Metileno de la Materia Prima.**

Masa de Carbón (gr.)	Volumen Utilizado (ml)	Número de Azul de Metileno
----------------------	------------------------	----------------------------

0.1	2	20
-----	---	----

Fuente Elaboración Propia.

3.5.2. ADSORCIÓN DE AZUL DE METILENO DEL CARBÓN ACTIVADO OBTENIDO.

El valor del número de azul de metileno adsorbido por los diferentes carbones activados obtenidos y el valor de la absorbancia de las soluciones de azul de metileno por estos carbones se muestran en las siguientes tablas:

Tabla ;Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-32:Adsorción de Azul de Metileno del Carbón Obtenido - Primera Réplica.

N° Muestra	Temp. De Activación	Reactivo	Proporción Carbón/Reactivo	Masa de Carbón (gr.)	Volumen Utilizado (ml)	Número de Azul de Metileno
1	400°C	H ₃ PO ₄	1/1	0.1	7	70
2			1/1,5	0.1	8.5	85
3			1/2	0.1	7.5	75
4		CaCl ₂	1/1	0.1	5	50
5			1/1,5	0.1	6	60
6			1/2	0.1	6.5	65
7	600°C	H ₃ PO ₄	1/1	0.1	8	80
8			1/1,5	0.1	11	110
9			1/2	0.1	9.5	95

Fuente: Elaboración Propia. 2016.

Tabla ;Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-33: Adsorción de Azul de Metileno del Carbón Obtenido - Segunda Réplica.

N° Muestra	Temp. De Activación	Reactivo	Proporción Carbón/Reactivo	Masa de Carbón (gr.)	Volumen Utilizado (ml)	Número de Azul de Metileno
1	400°C	H ₃ PO ₄	1/1		7.5	75
2			1/1,5		8.5	85
3			1/2		7.5	75
4		CaCl ₂	1/1		4.5	45
5			1/1,5		5.5	55
6			1/2		6	60
7	600°C	H ₃ PO ₄	1/1		8.5	85
8			1/1,5		11.5	115
9			1/2		9.5	95

Fuente: Elaboración Propia. 2016.

Tabla ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-34:

Adsorción de Azul de Metileno del Carbón Obtenido - Tercera Réplica.

N° Muestra	Temp. De Activación	Reactivo	Proporción Carbón/Reactivo	Masa de Carbón (gr.)	Volumen Utilizado (ml)	Número de Azul de Metileno
1	400°C	H ₃ PO ₄	1/1		6.5	65
2			1/1,5		9	90
3			1/2		7.5	75
4		CaCl ₂	1/1		5	50
5			1/1,5		5.5	55
6			1/2		6.5	65
7	600°C	H ₃ PO ₄	1/1		8	80
8			1/1,5		11	110
9			1/2		10	100

Fuente: Elaboración Propia. 2016.

La siguiente tabla corresponde al número de Azul de Metileno promedio de las tres réplicas:

Tabla 3-32: Promedio del Número de Azul de Metileno del Carbón Obtenido.

N° Muestra	Temp. De Activación	Reactivo	Proporción Carbón/Reactivo	Número de Azul de Metileno Replica 1	Número de Azul de Metileno Replica 2	Número de Azul de Metileno Replica 3	Número de Azul de Metileno Promedio
1	400°C	H ₃ PO ₄	1/1	70	75	65	70
2			1/1,5	85	85	90	86.667
3			1/2	75	75	75	75
4		CaCl ₂	1/1	50	45	50	48.333
5			1/1,5	60	55	55	56.667
6			1/2	65	60	65	63.333
7	600°C	H ₃ PO ₄	1/1	80	85	80	81.667
8			1/1,5	110	115	110	111.667
9			1/2	95	95	100	96.667

Fuente: Elaboración Propia. 2016.

En la Tabla 3-32 se puede observar que según los promedios de los resultados de la prueba de Azul de metileno, el mejor carbón activado en actividad de mesoporos es el que fue activado con ácido fosfórico a una temperatura de 600°C y con una proporción de 1/1,5. El índice o número de azul de metileno es un valor referencial para la actividad y la cantidad en y de mesoporos en los carbones activados (DESOTEC, s.f.).

3.5.3. ADSORCIÓN DE AZUL DE METILENO DEL CARBÓN ACTIVADO COMERCIAL.

Tabla 3-33: Adsorción de Azul de Metileno del Carbón Activado Comercial.

Masa de Carbón (gr.)	Volumen Utilizado (ml)	Número de Azul de Metileno
0.1	14	140

Fuente Elaboración Propia.

3.6. DETERMINACIÓN DE LOS RENDIMIENTOS Y EFICIENCIAS DE ADSORCIÓN DE LOS CARBONES ACTIVADOS OBTENIDOS.

Las eficiencias y rendimientos obtenidos de cada uno de los métodos de activación química deben ser analizados para poder determinar cuál de los diferentes métodos es el mejor.

El rendimiento en masa no es el único parámetro comparativo y éste en sí no es importante y determinante a la hora de seleccionar el método más eficiente, para ello se determina la eficiencia de adsorción del azul de metileno y el número de Iodo, los cuales indican cuanto mejoraron la calidad en estos parámetros los diferentes métodos de activación química estudiados, tomando como parámetro inicial los valores de adsorción de azul de metileno y número de Iodo de la materia prima.

El rendimiento en masa de los diferentes carbones activados obtenidos se define como la relación entre la masa del producto obtenido y la masa de la materia prima utilizada, por lo tanto, el porcentaje del rendimiento en masa es igual a:

$$\eta_{masa} = \frac{m_{\text{Carbón Activado}}}{m_{\text{Materia Prima}}} \times 100\% \quad (16)$$

La eficiencia del Número de Iodo se define como la relación entre el Número de Iodo del Carbón Activado Obtenido y el Número de Iodo de la materia prima, el porcentaje de la eficiencia del número de Iodo es igual a:

$$\eta_{Iodo} = \frac{I_{N_{\text{Carbón Activado}}}}{I_{N_{\text{Materia Prima}}}} \times 100\% \quad (17)$$

La eficiencia del Número de Azul de Metileno es definida como la relación del Número de azul de metileno del carbón activado entre el número de azul de metileno de la materia prima. El porcentaje de la eficiencia del número de azul de metileno es igual a:

$$\eta_{AdM} = \frac{A_{N_{\text{Carbón Activado}}}}{A_{N_{\text{Materia Prima}}}} \times 100\% \quad (18)$$

En la siguiente tabla se pueden apreciar los valores de las eficiencias de los números de Iodo, Azul de Metileno, además del valor del rendimiento en peso de todos los tratamientos de activación química que se realizaron. Las eficiencias y el rendimiento fueron obtenidos con los valores promedio del Número de Iodo, Número de Azul de Metileno y las diferentes masas obtenidas.

Tabla ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-37:

Rendimiento y Eficiencias del Carbón Activado.

N° de Muestra	Temp. De Activación	Reactivo	Proporción. M.P./R	Rendimiento en masa	η_I	η_{AdM}
1	400°C	H ₃ PO ₄	1/1	91.683 %	258.938 %	350 %
2			1/1,5	96.636 %	279.262 %	433.335 %
3			1/2	98.865 %	273.092 %	375 %
4	400°C	CaCl ₂	1/1	69.720 %	145.093 %	241.665 %
5			1/1,5	66.670 %	153.132 %	283.335 %
6			1/2	63.148 %	172.701 %	316.665 %
7	600°C	H ₃ PO ₄	1/1	81.052 %	304.001 %	408.335 %
8			1/1,5	84.063 %	326.381 %	558.335 %
9			1/2	90.609 %	289.695 %	483.335 %

Fuente: Elaboración Propia. 2016.

3.7. ANÁLISIS ESTADÍSTICO.

El análisis de varianza, es el análisis estadístico utilizado debido a que muestra las principales variables que influyen en la variable respuesta del diseño experimental factorial del presente proyecto, las cuales son el Número de Iodo y el Número de Azul de Metileno. También se dan las transformaciones acerca de las interacciones entre variables que influyen en la activación, así como la significancia de las mismas.

Para el análisis estadístico de los datos del diseño factorial, se utilizó el programa IBM SPSS Statistics versión 22.0.0.0.

Debido a la falta de datos del Número de Iodo y del de Azul de Metileno con carbones activados a temperaturas de 800 °C y carbones activados con Cloruro de Calcio a 600 y 800 °C a causa de la combustión del carbón, se realizaron dos análisis

estadísticos ANOVA (análisis de varianza) uno excluyendo como variables de procesos a la Activación con Cloruro de Calcio y a la activación a 800 °C, el segundo análisis se realizó utilizando como variables de procesos a una única temperatura de activación de 400 °C la activación con Ácido Fosfórico y Cloruro de Calcio.

3.7.1. ANÁLISIS ESTADÍSTICO PARA LA ACTIVACIÓN CON ÁCIDO FOSFÓRICO A 400 °C y 600 °C.

En la tabla siguiente se muestran los datos con los cuales se realizó el cálculo del análisis de varianza de un diseño factorial del tipo AxBxC tomando como variables de respuesta al Número de Iodo y al Número de Azul de Metileno.

Donde:

Temperatura: Temperatura de Activación.

Relación: Relación de Materia Prima/Reactivo.

Niodo: Número de Iodo.

NAdM: Número de Azul de Metileno.

Tabla ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-38: **Datos para el Análisis de Varianza.**

N° de Muestra	Temperatura	Relación	Niodo	NAdM
1	400,00	-1	378,923	70,00
2	400,00	0	408,392	85,00
3	400,00	1	399,267	75,00
4	400,00	-1	380,802	75,00
5	400,00	0	408,956	85,00
6	400,00	1	398,897	75,00
7	400,00	-1	376,584	65,00

8	400,00	0	408,148	90,00
9	400,00	1	400,256	75,00
10	600,00	-1	443,836	80,00
11	600,00	0	476,532	110,00
12	600,00	1	425,334	95,00
13	600,00	-1	446,240	85,00
14	600,00	0	479,681	115,00
15	600,00	1	423,171	95,00
16	600,00	-1	443,986	80,00
17	600,00	0	476,058	110,00
18	600,00	1	422,775	100,00

Fuente: Elaboración Propia. 2016.

En la siguiente tabla extraída del Software IBM SPSS Statistics 22 se muestran los factores inter-sujetos que intervienen en el proceso de activación química con Ácido Fosfórico, y el número de análisis con repeticiones realizados.

Tabla ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-39: **Factores Inter-Sujetos.**

		Etiqueta de Valor	N° de Muestras
Relación	-1	1/1	6
	0	1/1.5	6
	1	1/2	6
Temperatura	400		9
	600		9

Fuente. IBM SPSS Statistics 22. 2016

En las siguientes tablas se detallan las pruebas de efectos inter-sujetos del análisis de varianza tomando como variable dependiente al Número de Iodo (Tabla 3-37) y al Número de Azul de Metileno (Tabla 3-38):

Tabla ;Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-40: Pruebas de Efectos Inter-Sujetos para la Variable Dependiente Número de Iodo.

Origen	Tipo III de Suma de Cuadrados	Grados de Libertad	Cuadrático Promedio	F	Sig.
Modelo Corregido	18444.394 ^a	5	3688.879	1740.069	.000
Interceptación	3207063.460	1	3207063.460	1512793.771	.000
Temperatura	12661.072	1	12661.072	5972.315	.000
Relación	3915.939	2	1957.970	923.588	.000
Temperatura*Relación	1867.383	2	933.691	440.429	.000
Error	25.440	12	2.120		
Total	3225533.293	18			
Total Corregido	18469.834	17			

a. R al cuadrado = .999 (R al cuadrado ajustada = .998)

Fuente: IBM SPSS Statistics 22. 2016.

Tabla ;Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-41: Pruebas de Efectos Inter-Sujetos para la Variable Dependiente Número de Azul de Metileno.

Origen	Tipo III de Suma de Cuadrados	Grados de Libertad	Cuadrático Promedio	F	Sig.
Modelo Corregido	3490.278	5	698.056	71.800	.000
Interceptación	136068.056	1	136068.056	13995.571	.000
Relación	1644.444	2	822.222	84.571	.000
Temperatura	1701.389	1	1701.389	175.000	.000

Temperatura*Relación	144.444	2	72.222	7.429	.008
Error	116.667	12	9.722		
Total	139675.000	18			
Total Corregido	3606.944	17			

a. R al cuadrado = .968 (R al cuadrado ajustada = .954)

Fuente: IBM SPSS Statistics 22. 2016.

Este análisis permite apreciar que las variables más significativas del proceso de activación química de carbón de leña de Quebracho Colorado de Villamontes con una confianza del 95%, es decir, variables que poseen un nivel de significancia menor al 5%, son la Temperatura, la relación materia prima/reactivo y la interacción entre las variables.

Con los datos de las variables de proceso se procede a realizar el análisis de regresión lineal el cual permite obtener una fórmula la cual usando las variables de proceso en la fórmula den como resultado los valores de las variables respuestas, es decir el Número de Iodo y el de Azul de Metileno.

En las siguientes tablas se tiene el análisis ANOVA para las variables dependientes o respuesta de Número de Iodo (Tabla 3-39) y Número de Azul de Metileno (Tabla 3-40):

Tabla ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-42: ANOVA para el Número de Iodo.

Modelo	Suma de Cuadrados	Grados de Libertad	Media Cuadrática	F	Sig.
Regresión	13960.965	3	4653.655	14.450	0.000
Residuo	4508.869	14	322.062		
Total	18469.834	17			

Fuente: IBM SPSS Statistics 22. 2016.

Tabla ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-43: ANOVA para el Número de Azul de Metileno.

Modelo	Suma de Cuadrados	Grados de Libertad	Media Cuadrática	F	Sig.
Regresión	2076.389	3	692.130	6.331	0.006
Residuo	1530.556	14	209.325		
Total	3606.944	17			

Fuente: IBM SPSS Statistics 22. 2016.

En las siguientes tablas se detallan los resultados de los cálculos realizados por el paquete IBM SPSS Statistics 22 para la determinación de los coeficientes o constantes para las ecuaciones de las correlaciones lineales de Número de Iodo y del Número de Azul de Metileno:

Tabla ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-44: Coeficientes del modelo de Regresión Lineal para el Número de Iodo.

Modelo	Coeficientes no estandarizados		Coeficientes Estandarizados	t	Sig.	95% Intervalo de Confianza para B	
	B	Error estándar	Beta			Límite Inferior	Límite Superior
(Constante)	289.494	21.569		13.422	0.000	243.234	335.754
Temperatura	0.265	0.042	0.828	6.270	0.000	0.174	0.356
Relación	51.983	26.416	1.325	1.968	0.069	-4.674	108.639
Temp*Relación	-0.104	0.052	-1.353	-2.009	0.064	-0.215	0.007

Fuente: IBM SPSS Statistics 22. 2016.

Tabla ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-45: Coeficientes del modelo de Regresión Lineal para el Número de Azul de Metileno.

Modelo	Coeficientes no estandarizados		Coeficientes Estandarizados	t	Sig.	95% Intervalo de Confianza para B	
	B	Error estándar	Beta			Límite Inferior	Límite Superior

(Constante)	38.333	12.566		3.050	0.009	11.381	65.286
Temperatura	0.097	0.025	0.687	3.945	0.001	0.044	0.150
Relación	-7.500	15.391	-0.433	-0.487	0.634	-40.510	25.510
Temp*Relación	0.025	0.030	0.735	0.828	0.421	-0.040	0.090

Fuente: IBM SPSS Statistics 22. 2016.

Por lo tanto, las ecuaciones de la regresión lineal son:

$$I_N = 289.494 + 0.265 \times Temp + 51.983 \times Relación - 0.104 (Temp \times Relación) \quad (19)$$

$$A_N = 38.333 + 0.097 \times Temp - 7.500 \times Relación + 0.025 (Temp \times Relación) \quad (20)$$

Donde:

I_N = Número de Iodo

A_N = Número de Azul de Metileno

$Temp$ = Temperatura de Activación

$Relación$ = Relación Materia Prima – Reactivo

3.7.2. ANÁLISIS ESTADÍSTICO PARA LA ACTIVACIÓN QUÍMICA A 400 °C CON CLORURO DE CALCIO Y ÁCIDO FOSFÓRICO.

En la tabla siguiente se muestran los datos con los cuales se realizó el cálculo del análisis de varianza de un diseño factorial del tipo AxBxC tomando como variables de respuesta al Número de Iodo y al Número de Azul de Metileno.

Donde:

Reactivo: Reactivo utilizado en la Activación.

Relación: Relación de Materia Prima/Reactivo.

Niido: Número de Iodo.

NAdM: Número de Azul de Metileno

Tabla ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento. **-46: Datos para el Análisis de Varianza.**

N° de Muestra	Reactivo	Relación	Niodo	NAdM
1	-1	-1.00	378.923	70
2	-1	0.00	408.392	85
3	-1	1.00	399.267	75
4	1	-1.00	212.757	50
5	1	0.00	223.845	60
6	1	1.00	252.702	65
7	-1	-1.00	380.802	75
8	-1	0.00	408.956	85
9	-1	1.00	398.897	75
10	1	-1.00	212.177	45
11	1	0.00	224.303	55
12	1	1.00	252.467	60
13	-1	-1.00	376.584	65
14	-1	0.00	408.148	90
15	-1	1.00	400.256	75
16	1	-1.00	211.783	50
17	1	0.00	223.845	55
18	1	1.00	252.703	65

Fuente: Elaboración Propia. 2016.

Donde los valores de -1 y 1 en reactivo son los Reactivos Cloruros de Calcio y Ácido Fosfórico respectivamente.

En la siguiente tabla extraída del Software IBM SPSS Statistics 22 se muestran los factores inter-sujetos que intervienen en el proceso de activación química a 400 °C

con los reactivos Cloruro de Calcio y Ácido Fosfórico, y el número de análisis, con repeticiones, realizados.

Tabla ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-47: **Factores Inter-Sujetos.**

		Etiqueta de Valor	N° de Muestras
Relación	-1	1/1	6
	0	1/1.5	6
	1	1/2	6
Reactivo	-1	Ácido Fosfórico	9
	1	Cloruro de Calcio	9

Fuente. IBM SPSS Statistics 22. 2016

En las siguientes tablas se detallan las pruebas de efectos inter-sujetos del análisis de varianza tomando como variable dependiente al Número de Iodo (Tabla 3-45) y al Número de Azul de Metileno (Tabla 3-46):

Tabla ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-48: **Prueba de Efectos Inter-Sujetos para la Variable Dependiendo: Número de Iodo.**

Origen	Tipo III de Suma de Cuadrados	Grados de Libertad	Cuadrático Promedio	F	Sig.
Modelo Corregido	127925.338 ^a	5	25585.068	28118.681	.000
Interceptación	1758942.056	1	1758942.056	1933124.877	.000
Reactivo	123942.745	1	123942.745	136216.428	.000
Relación	2918.625	2	1459.313	1603.824	.000
Reactivo*Relación	1063.968	2	531.984	584.665	.000
Error	10.919	12	0.910		
Total	18868878.314	18			
Total Corregido	127936.257	17			

a. R al cuadrado = 1 (R al cuadrado ajustada = 1)

Fuente: IBM SPSS Statistics 22. 2016.

Tabla ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-49: Prueba de Efectos Inter-Sujetos para la Variable Dependiendo: Número de Azul de Metileno.

Origen	Tipo III de Suma de Cuadrados	Grados de Libertad	Cuadrático Promedio	F	Sig.
Modelo Corregido	2783.333 ^a	5	556.667	57.257	.000
Interceptación	80000.000	1	80000.000	8228.571	.000
Reactivo	2005.556	1	2005.556	206.286	.000
Relación	525.000	2	262.500	27.000	.000
Reactivo*Relación	252.778	2	126.389	13.000	.001
Error	116.667	12	9.722		
Total	82900.000	18			
Total Corregido	2900.000	17			

a. R al cuadrado = 0.960 (R al cuadrado ajustada = 0.943)

Fuente: IBM SPSS Statistics 22. 2016.

Este análisis permite apreciar que las variables más significativas del proceso de activación química a 400 °C de carbón de leña de Quebracho Colorado de Villamontes con una confianza del 95%, es decir, variables que poseen un nivel de significancia menor al 5%, son los Reactivos, la relación materia prima/reactivo y la interacción entre las variables.

Con los datos de las variables de proceso se procede a realizar el análisis de regresión lineal el cual permite obtener una fórmula la cual usando las variables de proceso en la fórmula den como resultado los valores de las variables respuestas, es decir el Número de Iodo y el de Azul de Metileno.

En las siguientes tablas se tiene el análisis ANOVA para las variables dependientes o respuesta de Número de Iodo (Tabla 3-47) y Número de Azul de Metileno (Tabla 3-48):

Tabla ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-50: ANOVA para el Número de Iodo.

Modelo	Suma de Cuadrados	Grados de Libertad	Media Cuadrática	F	Sig.
Regresión	127032.130	3	42344.043	655.678	0.000
Residuo	904.127	14	64.581		
Total	127936.257	17			

Fuente: IBM SPSS Statistics 22. 2016.

Tabla ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-51: ANOVA para el Número de Azul de Metileno.

Modelo	Suma de Cuadrados	Grados de Libertad	Media Cuadrática	F	Sig.
Regresión	2380.556	3	793.519	21.387	0.000
Residuo	519.444	14	37.103		
Total	2900.000	17			

Fuente: IBM SPSS Statistics 22. 2016.

En las siguientes tablas se detallan los resultados de los cálculos realizados por el paquete IBM SPSS Statistics 22 para la determinación de los coeficientes o constantes para las ecuaciones de las correlaciones lineales de Número de Iodo y del Número de Azul de Metileno:

Tabla ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-52: Coeficientes del modelo de Regresión Lineal para el Número de Iodo.

Modelo	Coeficientes no estandarizados		Coeficientes Estandarizados	t	Sig.	95% Intervalo de Confianza para B	
	B	Error estándar	Beta			Límite Inferior	Límite Superior
(Constante)	312.600	1.894		165.035	0.000	308.538	316.663
Temperatura	-82.980	1.894	-0.984	-43.809	0.000	-87.043	-78.918
Relación	15.272	2.320	0.148	6.583	0.000	10.297	20.248
Temp*Relación	4.920	2.320	0.048	2.121	0.052	-0.055	9.896

Fuente: IBM SPSS Statistics 22. 2016.

Tabla 53: Coeficientes del modelo de Regresión Lineal para el Número de Azul de Metileno.

Modelo	Coeficientes no estandarizados		Coeficientes Estandarizados	t	Sig.	95% Intervalo de Confianza para B	
	B	Error estándar	Beta			Límite Inferior	Límite Superior
(Constante)	66.667	1.436		46.434	0.000	63.587	69.746
Temperatura	-10.556	1.436	-0.832	-7.352	0.000	-13.635	-7.476
Relación	5.000	1.758	0.322	2.844	0.013	1.229	8.771
Temp*Relación	2.500	1.758	0.161	1.422	0.177	-1.271	6.271

Fuente: IBM SPSS Statistics 22. 2016.

Por lo tanto, las ecuaciones de la regresión lineal son:

$$I_N = 312.600 - 82.980 \times \text{Reactivo} + 15.272 \times \text{Relación} + 4.920 (\text{Reactivo} \times \text{Relación}) \quad (21)$$

$$A_N = 66.667 - 10.556 \times \text{Temp} + 5.000 \times \text{Relación} + 2.500 (\text{Temp} \times \text{Relación}) \quad (22)$$

Donde:

I_N = Número de Iodo

A_N = Número de Azul de Metileno.

Reactivo = Reactivo utilizado en la Activación.

Relación = Relación Materia Prima – Reactivo

3.8. SELECCIÓN DEL MEJOR MÉTODO ESTUDIADO DE OBTENCIÓN DE CARBÓN ACTIVADO.

Un buen carbón activado es aquel que tiene un gran volumen y una gran superficie interna en su estructura porosa. Como datos referenciales y características principales de los carbones activados se tiene el número de Iodo y el Número de azul de metileno

los cuales indican la calidad y actividad de la adsorción química de los carbones. El número o índice de Iodo es un indicador relativo de la porosidad del carbón activo y de su superficie interna, sin que haya una relación generalizada entre el número de Iodo y la superficie interna (Concilio Europeo de la Federación de Manufactores, 1986). El número o Índice de azul de metileno es un parámetro relativo de la cantidad y actividad de los mesoporos del carbón activado (DESOTEC, s.f.).

Los criterios que se deben tomar en cuenta para seleccionar el mejor método de obtención de carbón activado son los resultados a los análisis de número de Iodo y de azul de metileno, además como un tercer parámetro se toma en cuenta el rendimiento en masa del proceso. Los procesos de los métodos estudiados fueron cuidadosamente controlados y realizados en laboratorio, hay que tomar en cuenta que los diferentes métodos no se realizaron en atmósferas controladas debido a la falta de equipamiento, todos los estudios fueron realizados en atmósfera normal.

Como se pueden apreciar en la tabla 3-26 de los promedios de los valores de Número de Iodo de los carbones activados obtenidos por los diferentes procesos, los carbones que mejor resultado obtuvieron fueron los activados por Ácido fosfórico a una relación de Materia Prima/Precursor de 1/5, y entre ellos el mejor fue el activado a una temperatura de 600°C.

De acuerdo a la tabla 3-32 el mejor carbón activado obtenido en función al número de azul de metileno es el carbón activado con ácido fosfórico a 600 grados Centígrados con una proporción materia prima/reactivo de 1/1.5.

Para poder seleccionar el mejor método para activar carbón se requiere saber el significado de las pruebas realizadas a los productos obtenidos por cada método y la incidencia que tiene cada una para poder seleccionar el mejor método.

Como precursor y/o reactivo químico para obtener carbón activado por activación química se pudo constatar que el mejor reactivo fue el ácido fosfórico (H_3PO_4). El mismo es un ácido inorgánico altamente reactivo y deshidratante, se comercializa en concentraciones altas de 85% en estado líquido (grado alimenticio y para análisis) y

99% en estado sólido a un precio accesible, no es sustancia controlada en el Estado Plurinacional de Bolivia.

La proporción de materia prima y reactivo es una variable controlable bastante importante debido a que, si hay poco reactivo en proporción a la materia prima, éste no puede acceder de manera óptima a la estructura interna de carbón; si hay un exceso de reactivo evitando que haya un medio de transporte adecuado entre la estructura interna del carbón y el exterior para el precursor, las impurezas, el agua y los productos no deseados que se formen en el proceso de activación química. Por lo tanto, es necesario que haya una cantidad óptima del reactivo precursor en proporción a la materia prima, del tal modo que pueda reaccionar con la superficie interna y externa del carbón y formar un medio de transporte adecuado para el flujo de sustancias.

Por lo general se considera que, si a mayor temperatura es activado un carbón, mejores resultados se obtienen, pero también si la temperatura es muy elevada el carbón puede combustionar y reaccionar, lo cual disminuye el rendimiento del proceso. En el caso de la presente investigación, al no poderse realizar a una atmosfera pobre en oxígeno, ocurrió que el carbón combustionó a temperaturas mayores a los 600°C, por lo cual no se pudo estudiar la activación química a 800°C. A medida que la temperatura aumenta, el rendimiento en masa disminuye debido a que a mayor temperatura se volatilizan alquitranes y tiende a combustionar mayor cantidad de materia prima.

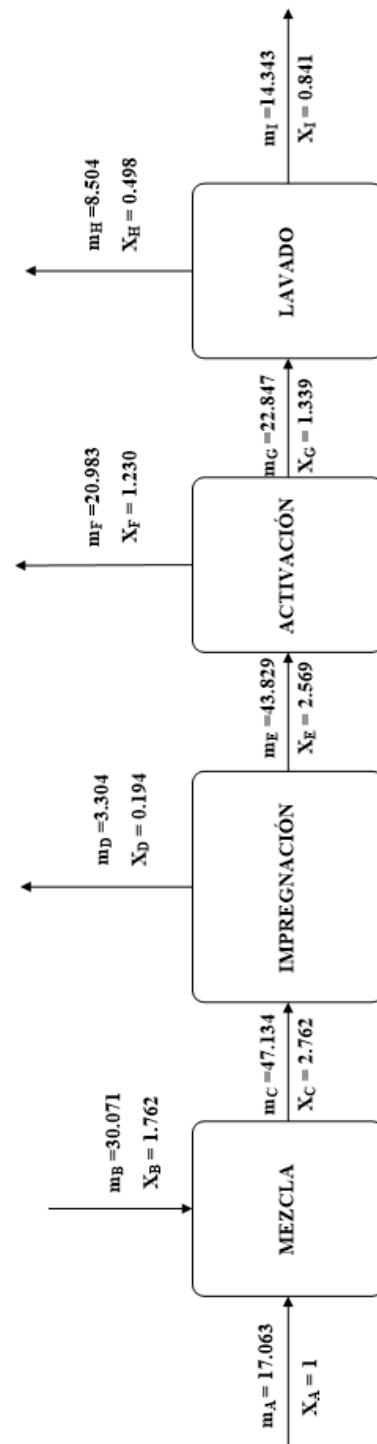
Si el número de Iodo es más alto, es mayor la superficie interna del carbón activado, pero no indica la distribución porosa del mismo, es decir que el número de Iodo no indica si el carbón activo es rico en macro, meso o microporos. Si un carbón es rico en macroporos posee una alta superficie interna, pero no será capaz de adsorber sustancias de bajo peso molecular o con un tamaño pequeño de molécula.

Un carbón activado debe poseer una buena distribución de tamaños de poros, para que contaminantes de diferentes tamaños de molécula sean capaces de entrar a la estructura interna del carbón y retenerse en su interior. Si existe una buena

predominancia de mesoporos, el carbón activado será capaz de canalizar y retener moléculas del tamaño del azul de metileno y de mayor tamaño.

De acuerdo a los criterios citados y a los resultados obtenidos se pudo verificar que el mejor método de activación química es el de la activación con ácido fosfórico a una relación de materia prima/ reactivo de 1/1.5 y a una temperatura de 600°C, siendo éste un método óptimo de obtención de carbón activo de manera artesanal.

Figura ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-17:
Diagrama de Flujo de la Obtención del Mejor Carbón Activado.



Fuente: Elaboración Propia. 2016

Tabla ;Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-54: Variables Óptimas para la Activación Química de Quebracho Colorado de Villamontes.

Temperatura	Reactivo	Relación M.P./R.
0	-1	0
600 °C	Ácido Fosfórico	1/1.5

Fuente: Elaboración Propia. 2016.

3.9. COMPARACIÓN DEL MEJOR CARBÓN ACTIVADO CON UNO COMERCIAL.

Actualmente los carbones activados se hacen de carbón de baja densidad como el de cáscara de coco y son activados mediante activación física, que es más económica a nivel industrial y se obtienen mejores resultados debido a que no usan reactivos químicos. La activación física requiere presiones y temperaturas elevadas, además de una atmósfera oxidante pobre en oxígeno para evitar la combustión del carbón, este método de activación no es indicado para una escala artesanal debido a las condiciones de operación.

En la siguiente tabla se puede comparar las propiedades y características del carbón activado comercial de marca CLARIMEX (el cual es usado en EMBOL S.A. de Tarija) y el carbón activo obtenido por activación química con ácido fosfórico a 600°C a una proporción de materia prima/reactivo de 1/1.5.

Tabla ;Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-55:

Comparación entre Carbones Activados.

	Car. Act. CLARIMEX	Car. Activado con H₃PO₄ a 600°C
Número de Iodo	708.887	477.424
Número de Azul de Metileno	140	111.167
Densidad	0.855	1.269

Fuente: Elaboración Propia. 2016.

La diferencia entre los carbones activos es notoria debido a que el carbón activado de marca CLARIMEX usa como materia prima el carbón de cáscara de coco, que es menos denso que el carbón de leña de quebracho colorado, y el proceso de activación es realizado bajo una atmósfera pobre en oxígeno. Mientras menos densa sea la materia prima, mejores resultados se obtendrá en términos de adsorción debido a que un carbón altamente poroso es menos denso que uno poco poroso.

El carbón activado obtenido de la leña de Quebracho Colorado obtuvo buenos resultados para ser activado en presencia de una atmósfera rica en oxígeno. De acuerdo a los resultados obtenidos, este carbón es viable para usarlo en diferentes aplicaciones.

3.10. PRUEBAS DE APLICACIÓN.

Existen varias formas medibles de determinar la actividad de adsorción de los diferentes carbones además de los métodos estandarizados y normalizados (por ejemplo: Número de Iodo y de Azul de Metileno, etc.), los cuales son las pruebas de aplicaciones.

Las Pruebas de Aplicación son pruebas que se realizan, en este caso, a los carbones activados que muestran la capacidad de adsorción que tienen en condiciones y aplicaciones comunes de uso cotidiano en las que se puede usar el carbón activado.

Para el presente proyecto se realizaron pruebas de aplicación en las cuales sus resultados son medibles. Las pruebas fueron realizadas al Carbón de Leña de Quebracho Colorado, al mejor Carbón activado obtenido en el proyecto y al Carbón Activado Comercial, estas pruebas fueron seleccionadas para determinar la capacidad de decoloración de sustancias, la capacidad de adsorber sabores y olores, y la capacidad de adsorber contaminantes. Las pruebas de aplicación realizadas son:

3.10.1. Decoloración del Alcohol de Quemar.

El alcohol de quemar es una mezcla de metanol con alcoholes pesados como el propanol, iso-propanol, butanol, iso-butanol, etc. los cuales son residuos en el proceso de destilación del etanol.

El alcohol de quemar posee un característico color rosado por lo cual fue seleccionado para la decoloración. El color del alcohol puede ser medido con la absorbancia, mientras mayor sea la absorbancia más color tendrá el alcohol.

En la prueba se filtró por gravedad 250 ml de Alcohol de Quemar con 3 gramos de carbón (valor mínimo con el cual se decolora casi por totalidad el Alcohol con el Carbón Activado Comercial), luego a la solución filtrada se midió la absorbancia a una longitud de onda de 568 nm (valor preprogramado en el que se pudo leer todas las absorbancias) con un colorímetro digital de marca LeMotte.

Los valores de absorbancia de los alcoholes que fueron tratados con los diferentes carbones fueron determinados con un colorímetro digital. Los valores se encuentran en la siguiente tabla:

Tabla ;Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-56: Valores de Absorbancia del Alcohol tratado con Diferentes Carbones.

	Alcohol sin Tratar	Carbón de Leña de Quebracho Colorado	Carbón Activado a 600 °C con Ácido Fosfórico	Carbón Activado Comercial CLARIMEX
Absorbancia	0.299	0.262	0.029	0.009
Porcentaje de Remoción	-	12.375 %	90.301 %	96.990%

Fuente: Elaboración Propia. 2016.

3.10.2. ADSORCIÓN DE CLORO TOTAL.

El cloro es un compuesto que se utiliza en tratamientos de agua, el cual se encuentra de manera residual en el agua potable. El carbón activado es usado en la adsorción de Cloro en el agua, para que sus niveles estén bajo niveles normales de acuerdo a diferentes reglamentaciones.

Para la prueba se preparó una solución patrón con 5 ml de Lavandina (Solución de Hipoclorito de Sodio 55g de Cloro activo/L) y 1 litro de Agua destilada. Se filtró por

gravidad 250 ml de la solución con 3 gramos de carbón, se repitió el proceso para cada carbón.

La concentración de Cloro Total fue medida con un colorímetro digital marca LeMotte, el cual dio los siguientes resultados:

Tabla ;Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-57: Valores de la Concentración de Cloro Total de las Soluciones tratadas con los Carbones.

	Agua Destilada	Solución sin Tratar	Carbón de Leña de Quebracho Colorado	Carbón Activado a 600 °C con Ácido Fosfórico	Carbón Activado Comercial CLARIMEX
Cloro Total	0 ppm	2.09 ppm	1.88 ppm	1.62 ppm	1.57 ppm
Porcentaje de Remoción	-	-	10.048 %	22.488 %	24.880 %

Fuente: Elaboración Propia. 2016.

3.10.3. ADSORCIÓN DE SABORES Y OLORES.

Para la prueba de extracción por adsorción de sabores y olores, se realizó una evaluación sensorial organoléptica hedónica a muestras de filtradas de Cañazo Artesanal de mala Calidad. Cada muestra de 250 ml fue filtrada por 3 gramos de cada carbón.

Una prueba hedónica es aquella en la que el juez catador expresa su reacción subjetiva ante el producto, indicando si le gusta o le disgusta, si lo acepta o lo rechaza. Se usa para estudiar a nivel de laboratorio la posible aceptación del producto. Se pide al juez que luego de su primera impresión responda cuánto le agrada o le desagrada el producto, esto lo informa de acuerdo a la siguiente Escala Hedónica:

Tabla ;Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-58: Escala Hedónica usada para la Evaluación Sensorial.

Escala Hedónica	Equivalencia numérica
------------------------	------------------------------

Me gusta mucho	5
Me gusta poco	4
No me gusta ni me disgusta	3
Me disgusta poco	2
Me disgusta mucho	1

Fuente: Elaboración Propia. 2016.

A cada una de las características organolépticas se les asignó un porcentaje de acuerdo a la importancia considerada para determinar el porcentaje total de aceptación de cada una de las muestras, siendo los porcentajes asignados los siguientes:

- Olor:40%
- Sabor: 40%
- Color: 20%

Para realizar el análisis sensorial se utilizó un test (Anexo I), en el que se detallan las características evaluadas en el producto final para cada una de las muestras.

El panel de degustación estuvo integrado por 7 jueces, los que evaluaron cada una de las características establecidas de cada una de las muestras.

El propósito de esta evaluación es establecer la aceptabilidad de cada una de las muestras, para determinar el producto final.

Los resultados experimentales promedio obtenidos de las muestras filtradas de Cañazo se detalla en la siguiente tabla:

Tabla ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-59: **Análisis Sensorial del Cañazo.**

	Cañazo sin filtrar	Cañazo filtrado con Carbón de Leña de Quebracho Colorado	Cañazo filtrado con Carbón Activado a 600°C con Ácido Fosfórico	Cañazo filtrado con Carbón Activado Comercial CLARIMEX
--	---------------------------	---	--	---

Olor	2.000	2.286	3.286	4.143
Sabor	1.286	1.857	2.857	3.429
Color	2.429	3.000	3.714	4.429

Fuente: Elaboración Propia. 2016.

Los porcentajes finales de aceptación del Cañazo se pueden observar en la siguiente tabla:

Tabla ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-60:

Porcentajes de Aceptación de las Muestras de Cañazo.

	Cañazo sin filtrar	Cañazo filtrado con Carbón de Leña de Quebracho Colorado	Cañazo filtrado con Carbón Activado a 600°C con Ácido Fosfórico	Cañazo filtrado con Carbón Activado Comercial CLARIMEX
Olor	16.000%	18.286%	26.286%	33.143%
Sabor	10.286%	14.857%	22.857%	27.429%
Color	9.714%	12.000%	14.857%	17.714%
Aceptación	36.000%	45.143%	64.000%	78.286%

Fuente: Elaboración Propia. 2016.

3.11. COSTOS DE ELABORACIÓN DEL CARBÓN ACTIVADO A ESCALA LABORATORIO CON PROYECCIÓN ARTESANAL.

El objetivo del presente proyecto es determinar el mejor método de activación química de carbón con la visión de que cualquier persona pueda obtener un carbón de alto rendimiento de manera artesanal a pequeña escala.

Para que cualquier persona o grupo de personas pueda hacer carbón activado de manera artesanal, los materiales necesarios deben ser fáciles de conseguir y de costo que todos puedan acceder. Adicionalmente se requiere que la persona que va a realizar tenga un horno que alcance los 600°C; aquel horno puede ser eléctrico, a gas o a leña, sin que la llama -si es que tuviese- entre en contacto con el carbón. No es parte de este proyecto el diseñar, recomendar y estudiar el horno y su selección.

El costo más significativo de la producción sin contar la energía es el de las materias primas para elaborar un kilogramo de carbón activado, el cual es:

Tabla ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-61: Costo de las Materias Primas para la Elaboración de 1Kg de Carbón Activado.

	Cantidad	Costo Unitario	Total
Carbón de Leña	1.1 Kg	10 Bs	11 Bs
Ácido Fosfórico	1.65 l.	30 Bs	49.50 Bs
		TOTAL:	60.50 Bs

Fuente: Elaboración Propia. 2016.

Por lo tanto, el precio base de las materias primas para 1 kg de Carbón activado de Carbón de Leña de Quebracho Colorado de Villamontes es de 60.50 Bs. En esta tabla no contempla el costo de energía del o de los hornos y/o muflas, debido a que la fuente de energía puede ser variada, tampoco se contempla el costo de la mano de obra debido a que, dependiendo del tamaño del equipamiento, una persona en una misma cantidad de tiempo puede fabricar distintas cantidades de carbón activado.

Bajo las condiciones y con el equipamiento que se realizó el presente proyecto el costo de un kilogramo de carbón activado es:

Tabla ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-62: Costo de Elaboración Base de 1 Kg de Carbón Activado.

	Cantidad	Costo Unitario	Total
Carbón de Leña	1.1 Kg	10 Bs	11 Bs
Ácido Fosfórico	1.65 l.	30 Bs	49.50 Bs
Energía Eléctrica	96 kWh	0.6 Bs	57.60 Bs
Mano de Obra	4 h.	15 Bs	60 Bs
		TOTAL:	178.10 Bs

Fuente: Elaboración Propia. 2016.

El costo base de un kilogramo de carbón activado usando energía eléctrica como fuente de energía y calor para la estufa y la mufla, e incluyendo la mano de obra requerida es de 178.10 Bs.

CAPÍTULO IV

CAPÍTULO IV

4. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.

4.1. CONCLUSIONES.

- Las propiedades de Adsorción del Carbón de Leña de Quebracho Colorado de Villamontes son:

Tabla ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-63:

Características del Carbón de Leña.

Número de Iodo	146.278
Número de Azul de Metileno	20
Densidad	1.496 Kg/l

Fuente: Elaboración Propia. 2016.

- Se obtuvo carbones activados a 400 °C con Ácido Fosfórico y a 400 °C con Cloruro de Calcio, solo se obtuvo carbón activado a 600 °C con Ácido Fosfórico.

No se obtuvo carbones activados a 800° C debido que a esa temperatura combustionó el carbón, además se observó que con cloruro de calcio a temperaturas mayores de 400°C combustionó e incluso reaccionó el carbón con el Cloruro de Calcio.

- Las propiedades fisicoquímicas de adsorción de los carbones activados obtenidos por los métodos estudiados se encuentran en las tablas 3-26 y 3-32, de donde las características del mejor carbón activado obtenido son:

Tabla ¡Error! No hay texto con el estilo especificado en el documento.-64:

Características de Adsorción del mejor Carbón Activado Obtenido.

Temp. De Activación	Reactivo	Proporción Carbón/Reactivo	Número de Azul de Metileno Promedio	Número de Iodo Promedio
600 °C	H ₃ PO ₄	1/1,5	111.667	477.424

Fuente: Elaboración Propia. 2016.

- Se obtuvo los valores del rendimiento en masa y los rendimientos en capacidad de adsorción de los carbones activados obtenidos mediante activación química a 400°C con Ácido Fosfórico y Cloruro de Calcio y a 600°C con Ácido Fosfórico, los cuales se encuentran en la Tabla 3-34, en función de los valores de los índices de Iodo y Azul de Metileno de la materia prima, de los cuales el mejor y óptimo es:

Tabla 3-34: Rendimiento y Eficiencias del Carbón Activado Óptimo Obtenido.

Temp. De Activación	Reactivo	Relación. M.P./R	Rendimiento en masa	η_I	η_{AdM}
600°C	H ₃ PO ₄	1/1,5	84.063 %	326.381 %	558.335 %

Fuente: Elaboración Propia. 2016.

Mientras más baja la temperatura de activación con ácido fosfórico del carbón mejores rendimientos en masa se obtiene; con el cloruro de calcio se obtuvieron los peores valores de rendimiento en masa debido a que la sal es un agente desecante que promueve la oxidación del carbón (combustión).

Los rendimientos o eficiencias en la capacidad de adsorción del carbón activado en base a la materia prima se vieron significativamente aumentadas a casi y más de tres veces a una temperatura de 600°C con ácido fosfórico, y la actividad en los mesoporos con moléculas del tamaño del azul de metileno se ve aumentada a más de cuatro veces de la capacidad del carbón de leña de Quebracho Colorado de Villamontes.

- De acuerdo a los resultados obtenidos en el presente proyecto, **el mejor método para activar químicamente carbón es con Ácido Fosfórico a una temperatura de 600 °C y una proporción de Materia Prima/Reactivo de 1/1.5.**

4.2. RECOMENDACIONES.

- El presente trabajo sirve como referencia para seleccionar un método óptimo para obtener carbón activado a escala industrial, pero para ello se recomienda optimizar los procesos de activación e impregnación y realizar un estudio de los tiempos de duración de los mismos.
- Para mejorar la calidad de los carbones activados se recomienda que el proceso de activación se realice en ausencia de oxígeno o a una atmósfera pobre del mismo para evitar la combustión de los mismos.
- Es recomendable utilizar Ácido Fosfórico de grado técnico-alimenticio al 85% y no P.A., debido a que no es necesario un grado para análisis, y el costo del ácido fosfórico de grado técnico-alimenticio es menor al 10% del grado para análisis.
- Se debe realizar un lavado exhaustivo del carbón activado con agua limpia hasta que el pH sea neutro y dejarlo secar al menos una hora a una temperatura de 105°C debido a que puede haber rastros del activante y de sales que se hayan formado del ácido.
- Se debe guardar el carbón activo en un lugar protegido de la humedad y de malos olores debido a que el carbón activado se puede contaminar y disminuir sus capacidades de adsorción.

BIBLIOGRAFÍA

Concilio Europeo de la Federación de Manufactores Químicos. (1986). *Test Methods For Activated Carbo*

n. EFIC. Concilio Europeo de Manufactores Químicos. (1986). *Test Methods For Activated Carbon*. EFIC.

Derbyshire, M. J. (1995). *Porosity in Carbons*. Londres: Edward Arnold.

**DESOTEC. (s.f.). *El carbón activo para los gases y el aire*. Recuperado el 5 de Mayo de 2015, de DESOTEC Activated Carbon Official Website:
<http://www.desotec.com/es/carbon-activo/el-carbon-activo-para-los-gases-y-el-aire/>**

**DESOTEC. (s.f.). *El carbón activo para los líquidos y el agua*. Recuperado el 5 de Mayo de 2015, de DESOTEC Activated Carbon Official Web site:
<http://www.desotec.com/es/carbon-activo/el-carbon-activo-para-los-liquidos-y-el-agua/>**

**DESOTEC. (s.f.). *Índice de Azul de Metileno*. Recuperado el 24 de Junio de 2016, de DESOTEC Activated Carbon Official Website:
<http://www.desotec.com/es/carbon-activo/tipos-de-carbon-activo/propiedades/indice-de-azul-de-metileno/>**

Donacio Luna, A. G. (2007). *Obtención de Carbón Activado a partir de la cáscara de coco*. México.

***Historia del Carbón Activado*. (s.f.). Recuperado el 6 de Marzo de 2015, de Página Web de la Empresa Chemviron Carbon:
<http://www.chemvironcarbon.com/es/carbon-activo/historia-del-carbon-activado>**

Jhon Jairo Prías, C. A. (Junio de 2011). *Identificación de las variables óptimas para la obtención de carbón activado a*. *Rev. Acad. Colomb. Cienc.*, 35(135), 157-166.

**Manocha, S. (2003). Porous Carbons. En *Sadhana* (Vol. 28, págs. 335-348).
India.**

**Martínez, J. M. (s.f.). *Adsorción física de gases y vapores*. Alicante, España:
Universidad de Alicante.**

**Menéndez-Díaz, J. (2006). Types of carbon adsorbents and their production. En
T. Badosz, *Activated carbon surfaces in environmental remediation* (págs.
1-48). ELSEVIER.**

**Rodríguez-Reinoso, F. (1997). *Introduction to carbon Technologies*. Alicante,
España: Publicaciones Universidad de Alicante.**

**Sütcü, H. (2011). Characterization of Activated Carbons Produced from
Oleaster Stones. En D. S. Shaukat (Ed.), *Progress in Biomass and
Bioenergy Production*. Turquía: InTech.**

***University of Kentucky Center for Applied Energy Research*. (s.f.). Recuperado el 8
de Marzo de 2015, de
<http://www.caer.uky.edu/carbon/history/carbonhistory.shtml>**