

Generación de carbón activado a partir del residuo de cosecha de *Ananas comosus* para la remoción de metales pesados Plomo (Pb^{+2}) y Cadmio (Cd^{+2})

Nidia Marcela Velásquez Varón

**Director
PhD. Yesid Fabián Zambrano**

**Universidad Santiago de Cali
Facultad de Ciencias Básicas,
Programa de Química
Cali, Colombia
2019**

Generación de carbón activado a partir del residuo de cosecha de *Ananas comosus* para la remoción de metales pesados Plomo (Pb^{+2}) y Cadmio (Cd^{+2})

Nidia Marcela Velásquez Varón

**Trabajo de grado presentado como requisito parcial para optar al título de:
Químico**

**Director
PhD. Yesid Fabián Zambrano**

**Línea de Investigación:
Solución a problemas ambientales
Grupo de Investigación:
GI en electroquímica y medio ambiente (GIEMA)**

**Universidad Santiago de Cali
Facultad de Ciencias Básicas,
Programa de Química
Cali, Colombia
2019**

IMPACTOS

| IMPACTO | PRODUCTO | BENEFICIARIO(S) |
|-------------------------------|--|--|
| Económico | Generación de un producto de valor agregado | Bengala agrícola y productores de <i>Ananas comosus</i> |
| Responsabilidad social | Generación de nuevas alternativas de aprovechamiento a las hojas de <i>Ananas comosus</i> | Comunidad agroindustrial de la producción de <i>Ananas comosus</i> |
| Científico | se escribirá un artículo científico resultado de la investigación | Comunidad científica |
| Indicadores de Gestión | | |
| Tecnológico | La tecnología de generación de carbón activado estará disponible para la remoción de metales pesados (plomo y cadmio) en aguas | Productores de carbón activado Y ambientalistas. |
| Técnico | Condiciones de elaboración de carbón activado para la adsorción de metales pesados | Productores de carbón activado |
| Ambiental | Remoción de metales pesados y reducción de los gases de efecto invernadero | Todo ser vivo |
| Social | | |
| Cultural | | |

TABLA DE CONTENIDO

| | |
|--|----|
| LISTA DE TABLAS | 5 |
| LISTA DE FIGURAS | 6 |
| LISTA DE ECUACIONES | 6 |
| RESUMEN | 7 |
| ABSTRACT | 7 |
| 1. INTRODUCCIÓN | 8 |
| 2. MATERIALES Y METODOS | 9 |
| 2.1. Materiales | 9 |
| 2.2. Métodos | 9 |
| 2.2.1. Obtención de la materia prima: Hojas | 9 |
| 2.2.2. Preparación de la materia prima: Hojas | 9 |
| 2.2.3. Análisis elemental de la materia prima: Hojas | 9 |
| 2.2.4. Obtención del carbón activado a partir de las hojas de <i>Ananas comosus</i> | 9 |
| 2.2.4.1. Diseño experimental de las variables para la optimización del carbón activado | 10 |
| 2.2.5. Análisis de los grupos funcionales del carbón activado | 10 |
| 2.2.6. Adsorción de los metales pesados (plomo y cadmio) en soluciones acuosas. | 11 |
| 2.2.7. Isoterma de adsorción para las soluciones de plomo | 11 |
| 2.2.8. Isoterma de desorción para las soluciones de plomo | 12 |
| 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN | 12 |
| 3.1. Análisis elemental a la materia prima: Hojas | 12 |
| 3.2. Química superficial de los carbones activados | 13 |
| 3.3. Adsorción los carbones activados obtenidos | 15 |
| 3.3.1. Construcción de las respectivas curvas de calibración para plomo y cadmio | 15 |
| 3.3.2. Adsorción de los metales pesados (plomo y cadmio) desde soluciones acuosas | 16 |
| 3.4. Isoterma de adsorción del carbón obtenido a 550 °C | 18 |
| 3.5. ISOTERMA DE DESORCIÓN DEL CARBÓN ACTIVADO A 550 °C- 60 % | 20 |
| 3.6. Tendencia de los resultados | 21 |
| 4. CONCLUSIONES | 22 |
| 5. AGRADECIMIENTOS | 22 |
| 6. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS | 22 |
| 7. ANEXOS: | 25 |

LISTA DE TABLAS

| | |
|---|----|
| <i>Tabla 1. Diseño experimental</i> | 10 |
| <i>Tabla 2. Análisis proximal a las hojas Ananas comosus</i> | 12 |
| <i>Tabla 3. Carbones activados obtenidos por activación química y su porcentaje de rendimiento</i> | 13 |
| <i>Tabla 4. Bandas vibracionales de la hojas de Ananas comosus (UNAM, Espectroscopia infrarroja interpretacion basica y tablas, 2014)</i> | 14 |
| <i>Tabla 5. Bandas vibracionales del carbón Activado CC 3-2 (UNAM, Espectroscopia infrarroja interpretacion basica y tablas, 2014)</i> | 15 |
| <i>Tabla 6. Adsorción de la solución de plomo en los carbones activados obtenidos</i> | 17 |
| <i>Tabla 7. Adsorción de la solución de cadmio en los carbones activados obtenidos</i> | 17 |
| <i>Tabla 8. Isoterma de adsorción carbón activado</i> | 18 |
| <i>Tabla 9. Datos para la construcción de la isoterma de Langmuir</i> | 18 |
| <i>Tabla 10. Isoterma de desorción del carbón activado</i> | 20 |
| <i>Tabla 11. Tendencia de los resultados logrados</i> | 21 |
| <i>Tabla 12. Equipos</i> | 25 |
| <i>Tabla 13. Reactivos químicos</i> | 26 |
| <i>Tabla 14. condiciones de los Equipos</i> | 26 |
| <i>Tabla 15. Datos para obtener el porcentaje de rendimiento del carbón activado</i> | 27 |
| <i>Tabla 16. Analisis estadístico: prueba t para media de dos muestras emparejadas</i> | 28 |
| <i>Tabla 17. Datos adicionales de la prueba de adsorción de plomo</i> | 28 |
| <i>Tabla 18. Datos adicionales de la prueba de adsorción de Cadmio</i> | 28 |
| <i>Tabla 19. curva de calibración del plomo</i> | 29 |
| <i>Tabla 20. Curva de calibración del cadmio</i> | 29 |
| <i>Tabla 21. Datos adicionales del isoterma de adsorción de plomo</i> | 30 |
| <i>Tabla 22. Datos para la elaboración del isoterma de desorción</i> | 30 |

LISTA DE FIGURAS

| | |
|--|----|
| <i>Figura 1. Espectro de Infrarrojo FT-IR de hojas Ananas comosus Fuente: laboratorio de análisis instrumental y físico químico aval químico S.A.S</i> | 14 |
| <i>Figura 2. Espectro de Infrarrojo FT-IR de carbon activado fuente: laboratorio de análisis instrumental y físico químico aval químico S.A.S</i> | 14 |
| <i>Figura 3. Curva de calibración de plomo (Pb)</i> | 16 |
| <i>Figura 4. curva de calibración de cadmio (Cd)</i> | 16 |
| <i>Figura 5. Isoterma de adsorción del carbón obtenido a 550°C-60%</i> | 19 |
| <i>Figura 6. Isoterma de desorción del carbón obtenido a 550°C y 60%</i> | 21 |
| <i>Figura 7. Cromatografía de gases del residuo de hojas de piña, Fuente: Laboratorio de Análisis instrumental y físico químico aval químico S.A.S</i> | 27 |
| <i>Figura 8. Adsorción de los carbones obtenidos expresados en la tabla 6 para la solución de plomo (10 ppm) masa 200 mg; tiempo de contacto de 180 minutos; temperatura ambiente fuente: elaboración propia.</i> | 29 |
| <i>Figura 9. Adsorción de los carbones obtenidos expresados en la tabla 7 para la solución de cadmio (10 ppm) masa 200 mg; tiempo de contacto de 180 minutos; temperatura ambiente fuente: elaboración propia.</i> | 30 |

LISTA DE ECUACIONES

| | |
|-------------|----|
| Ecuacion. 1 | 10 |
| Ecuacion. 2 | 11 |
| Ecuacion. 3 | 11 |
| Ecuacion. 4 | 11 |
| Ecuacion. 5 | 12 |
| Ecuacion. 6 | 18 |

Generación de carbón activado a partir del residuo de cosecha de *Ananas comosus* para la remoción de metales pesados Plomo (Pb⁺²) y Cadmio (Cd⁺²)

Nidia Marcela Velásquez Varón ^{*1}; Yesid Fabián Zambrano Ph.D².

¹Estudiante. Facultad de Ciencias Básicas. Universidad Santiago de Cali. Campus Pampalinda Calle 5 # 62-00. Santiago de Cali. Colombia

²Docente. Grupo GIEMA. Facultad de Ciencias Básicas. Universidad Santiago de Cali. Campus Pampalinda Calle 5 # 62-00. Santiago de Cali. Colombia.

*Autor de correspondencia: Nidia.velasquez00@usc.edu.co

RESUMEN

En este estudio se preparó carbón activado a partir de las hojas de *Ananas comosus*; mediante activación química, a partir de dos diferentes temperaturas de pirólisis (500°C y 600°C) y distintas concentraciones de agente activante (20%, 40%, 42,5% y 60%) en una relación de impregnación 6:1, Con los cuales se obtuvieron porcentajes de rendimiento que variaron de 47,15% hasta 54,82%. Por espectroscopia de infrarrojo FTIR se estudió la química superficial de los carbones, Se midieron las propiedades adsorbentes de metales pesados (Pb²⁺ y Cd²⁺) desde soluciones acuosas, obteniéndose un porcentaje de remoción por encima del 80% para ambas soluciones. Se realizó la isoterma de adsorción, en el cual los datos experimentales linealizados se ajustaron muy bien al modelo de la isoterma de adsorción de Langmuir, donde se produce la Quimi-sorción de los metales pesados de plomo y cadmio desde las soluciones acuosas.

Palabras clave: *carbón activado, isoterma de Langmuir, Ananas comosus, plomo, cadmio.*

Generation of activated carbon from the post-harvest residue for the removal of metals lead (Pb⁺²) and cadmium (Cd⁺²)

ABSTRACT

In this study, activated charcoal was prepared from the leaves of *Ananas comosus*; by chemical activation, from two different pyrolysis temperatures (500 ° C and 600 ° C) and different concentrations of activating agent (20%, 40%,42,5% and 60%) in a 6: 1 impregnation ratio, with which yield percentages were obtained which varied from 47.15% to 54.82%. The surface chemistry of the coals was studied by FTIR infrared spectroscopy. The adsorbent properties of heavy metals (Pb²⁺ and Cd²⁺) were measured from aqueous solutions, obtaining a removal percentage above 80% for both solutions. The adsorption isotherm was performed, in which the linearized experimental data fit very well to the Langmuir adsorption isotherm model, where the chemotherapy of lead and cadmium heavy metals is produced from the aqueous solutions.

Keywords: *activated carbon, Langmuir isotherm, Ananas comosus, lead, cadmium.*



1. INTRODUCCIÓN

Según la FAO, la segunda fruta tropical más importante a nivel mundial es la piña (Nations, 2019). De acuerdo, con el Instituto colombiano agropecuario (ICA) (Bermeo, 2014), Colombia tiene admisibilidad fitosanitaria para la importación de esta fruta a países como Argentina, Arabia Saudita, Chile, Egipto, Emiratos Árabes Unidos, los Estados Unidos, Perú, Rusia, Suiza, Turquía y la Unión Europea (Bermeo, 2014). Lo que ha contribuido con el aumento en la producción de los últimos 7 años (Altendorf, 2017). La piña es una monocotiledónea, herbácea y perenne de porte bajo, con una base formada por la unión compacta de varias hojas formando una roseta. De las axilas de las hojas pueden surgir retoños con pequeñas rosetas basales, que facilitan la reproducción vegetativa de la planta (Escalante, 2012). La primera cosecha se da alrededor de los 15 a 24 meses (DANE, 2016), una vez transcurrido este periodo se induce la segunda cosecha que dura de 15 a 18 meses (DANE, 2016), finalizado este ciclo se elimina la biomasa y se prepara el suelo para otro periodo de producción.

Con base en los datos suministrados por el Ministerio de Agricultura, la producción de piña en los departamentos de Santander, Valle del Cauca, Meta, Quindío y Cundinamarca. Concentran más del 50% del área sembrada en el país, con un promedio 6.43 toneladas por hectárea (ton/ha) sembradas cuyo rendimiento es de 31.17 ton/ha, lo cual hace que se generen residuos de tallos, hojas y raíces de 68.83 ton/has. (MINAGRICULTURA, 2018). Esta gran cantidad de residuos, ha generado que se realicen estudios para el aprovechamiento de los mismos, mostrando así su aplicación en las industrias textiles, plásticas y artesanales (Ayala Anny, 2018). Sin embargo, en Colombia no hay industrias con la capacidad de recolectar todos estos residuos, lo cual provoca que el agricultor busque otras alternativas como la quema indiscriminada (TICSO, 2014). Un estudio realizado por la Universidad de Ciencias Aplicadas y Ambientales (U.D.C.A) demuestra que los departamentos más afectados por la severidad de la erosión, respecto a su área, son: (7,6% -79,4%) para Santander, (5,4% -57,2%) Valle del Cauca, (2,7% -51,6%) Meta, (0,9% -72,3%) Quindío y (5,3% -80,3%) Cundinamarca (MADS, 2015). La quema indiscriminada de estos residuos de cosecha genera un gran impacto en el suelo lo que ocasiona problemas ambientales, sociales, económicos y culturales.

El carbón activado es un factor influyente en la disminución de la contaminación ambiental, dado que se puede utilizar en el tratamiento de olores, aguas residuales, aire, plantas potabilizadoras y adsorción de metales pesados (Da Silva Lacerda, 2015). El nombre "Carbón Activado" es usado para denominar los materiales carbonosos que han sido tratados con un agente químico o físico activante, en un proceso de pirólisis (Primera Oliva, 2011). La activación química aumenta la porosidad y forma diferentes grupos funcionales sobre la superficie del carbón, lo que genera una mayor capacidad de adsorción sobre ciertas sustancias (Solts Julio, 2012). A nivel industrial, el costo de producción de carbón vegetal es elevado (FAO, 2015). No obstante, el carbón activado a partir del residuo de cosecha surgiría como una alternativa de mitigación a la erosión de los suelos, generando así un producto de valor agregado (Rebolledo, 2016), debido a la gran cantidad de material lignocelulósico que componen estos desechos (Ramírez Sandra, 2017).

Los metales pesados son otra causa de contaminación ambiental, puesto que, se caracterizan por ser estables y persistentes en el medio ambiente, como consecuencia no pueden ser degradados ni destruidos, generando de esta manera, alta toxicidad a bajas concentraciones, lo que induce un peligro para la salud (Reyes Yulieth, 2016). Dependiendo del tipo de metal o metaloide, se producen afecciones que van desde daños en órganos vitales hasta desarrollos cancerígenos (Reyes Yulieth, 2016). Colombia, es el cuarto país en América Latina importador de productos que contienen cadmio; (MinAmbiente, 2012) hace algunos años, el uso indiscriminado de este metal llegó a los cultivos de arroz, con lo cual se produjo la enfermedad de Itai-Itai o osteoartritis, la cual afecta principalmente



el tejido óseo (Reyes, 2016). Para el tratamiento de los efluentes líquidos que contiene metales pesados, existen diferentes métodos físico-químicos siendo en la actualidad los más utilizados: la precipitación, intercambio iónico, osmosis inversa y adsorción. A pesar de ello, presentan algunas desventajas como por ejemplo su aplicación, solo en soluciones metálicas diluidas además de los costos energéticos y/o el consumo de productos químicos (Reyes Erik, 2006)

El objetivo de este proyecto se basa en determinar las condiciones óptimas para generar carbón activado a partir de las hojas de *Ananas comosus*, utilizando como agente activante el ácido fosfórico, para que cumpla con la adsorción de metales pesados (plomo y cadmio) en condiciones controladas.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1. Materiales

Los materiales usados en el presente trabajo fueron facilitados por aval químico S.A.S, las marcas, referencias y condiciones de los equipos se muestran en anexos 1. (Tablas 13, 14 y 15)

2.2. Métodos

2.2.1. Obtención de la materia prima: Hojas

La materia prima que se utilizó fueron las hojas de la especie *Ananas comosus*, cuya variedad fue la piña Gold MD2, estos residuos se obtuvieron del municipio de Pradera (Valle del Cauca),.Provenientes de un predio certificado por el ICA; (Instituto Colombiano de Agricultura) para exportación. De esta materia prima se recolectaron aproximadamente 25 kg de la muestra fresca.

2.2.2. Preparación de la materia prima: Hojas

Los residuos de cosecha recaudados en el campo, inicialmente se sometieron a un proceso limpieza y clasificación, eliminado tierra u otros materiales adheridos a ellos. Una vez lista la muestra, se sometió a un proceso de secado en horno por 36 horas continuas a una temperatura de 60 °C. De este modo, se garantizó un porcentaje de humedad inferior al 10% y la preservación de la misma. Para el tratamiento de la muestra, esta se sometió a un molino reduciendo el tamaño de partícula inferior a una malla # 10 serie de Taylor.

2.2.3. Análisis elemental de la materia prima: Hojas

Para la caracterización de la materia prima se analizó el contenido de humedad de acuerdo con la metodología de la ISO 712:2009 (ISO, 2009), El contenido de cenizas con base a la metodología AOAC método 942.05 (AOAC, DETERMINACION DE CENIZAS , 2001), el contenido de fibra cruda expresado según la metodología de la AOAC método 962.09 (AOAC, METHODS 962.09, 1990), la determinación de la cantidad de azúcares totales referentes en la metodología AOAC método 974.06 (AOAC, AOAC METODO OFICIAL 947.06, 1998), para una confirmación de los mismo, se realizó una verificación por cromatografía de gases siguiendo lo descrito en la metodología de **BACHMANN** (en el estudio de caracterización de miel de abejas) (BACHMANN, 2007).Finalmente se cuantificó la cantidad de plomo y cadmio que contenía la muestra del mismo modo que en la sección 2.2.6

2.2.4. Obtención del carbón activado a partir de las hojas de *Ananas comosus*

Se utilizaron 4 gramos del precursor (Hojas de *Ananas comosus*) y 25 ml del agente activante (ácido fosfórico) la concentración de este dependió del diseño experimental expuesto es la sección 2.2.4.1. La impregnación de la muestra se llevó a cabo por 36 horas a temperatura ambiente. Apenas la muestra estuvo impregnada se combinó la carbonización y activación en un solo paso, es decir, la muestra se llevó a la mufla con una temperatura controlada con base al diseño experimental. Los residuos obtenidos a partir de la pirolisis se depositaron en vasos precipitados de 400 ml lavándose con suficiente agua desionizada, una vez finalizado este proceso, el carbón se neutralizó a un pH de 7.0±0.2 con una solución de NaOH 40% y con agitación continua de 20 rpm. Tan pronto se



neutralizó se filtró al vacío, por medio de un papel filtro tipo Whatman previamente acondicionado (1 hora a 60 °C) y tarado. Finalmente el carbón activado obtenido se secó en un horno por un espacio de 24 horas a 100°C; eliminando de esta manera toda la humedad residual. Inmediatamente después, el carbón activado fue pulverizado con ayuda de un mazo y mortero para almacenarlo en frascos herméticos.

2.2.4.1. Diseño experimental de las variables para la optimización del carbón activado

Se utilizó un diseño experimental con dos factores; la primera con cuatro variables y la segunda con dos variables $N=4 \times 2 = 8$; con dos repeticiones $N= 8 \times 2= 16$

Las variables de la investigación son:

- Temperatura de pirólisis (500°C y 600°C)
- concentración de agente activante (20%, 40%, 60% y 85%)

Variable de respuesta

- capacidad de adsorción de los metales de plomo y cadmio

El tiempo de carbonización fue de 1 hora por 1 hora de rampa

Con respecto a la relación de impregnación se manejó un relación 6:1 referente a lo encontrado en otros estudios (CRUZ, 2018) en vista de que, generó los mejores porcentajes de rendimiento. Para la concentración de 85% se tuvo que reducir a la mitad (3:1) debido a que, tanto en la impregnación como en la pirólisis el material se derramo volviéndose incontrolable el manejo (BUSTAMANTE, 2014), a causa de la resistencia que tiene el agente activante a la evaporación (Ramirez, 2016) por este motivo, se trabajó con la concentración al 85% en una relación (3:1) que en términos generales vendría siendo una concentración al 42,5% manejando una relación (6:1). Para facilitar la visualización de los datos, se trabajó con la concentración mencionada anteriormente como se muestra en la tabla 1.

Tabla 1. Diseño experimental

| Experimento | Variables | | |
|--------------------|--|---|---------------------------------|
| | Temperatura de carbonización (°C) | Concentración del agente Activante (%) | Relación de impregnación |
| 1 | 500 | 20 | (6:1) |
| 2 | 500 | 40 | (6:1) |
| 3 | 500 | 42,5 | (6:1) |
| 4 | 500 | 60 | (6:1) |
| 5 | 600 | 20 | (6:1) |
| 6 | 600 | 40 | (6:1) |
| 7 | 600 | 42,5 | (6:1) |
| 8 | 600 | 60 | (6:1) |

Para el porcentaje de rendimiento se utilizó la ecuación 1

$$\% \text{ Rendimiento} = \frac{(\text{peso de la muestra} - \text{peso del papel filtro})}{(\text{peso de la muestra} + \text{peso del papel filtro})} * 100 \quad (1)$$

2.2.5. Análisis de los grupos funcionales del carbón activado

El estudio de los grupos funcionales presentó la materia prima y carbones activados se realizó por espectroscopía infrarroja con transformadas de Fourier (FTIR). El equipo instrumental utilizado fue



un espectrofotómetro thermo. Para ello se preparó pastillas de carbón activado mezclado con KBr; las muestras fueron analizadas en un rango espectral de 4000 - 400 cm (Meza, 2010).

2.2.6. Adsorción de los metales pesados (plomo y cadmio) en soluciones acuosas.

En relación con la cantidad de carbón activado que se empleó, se basó en el estudio Dorregaray de la Cruz, (*Aplicación de adsorbentes de carbón preparados desde la cascara de la fruta de la Ananas Comosus para remover metales pesados de Cd⁺² y Pb⁺² desde soluciones acuosas*) (CRUZ, 2018). El trabajo mencionado anteriormente se llevó a cabo con un precursor que hace parte de la *ananas comosus*, como es la cascara del fruto; Sin embargo, este precursor contiene menos material lignocelulósico que el precursor (hojas de la cosecha) utilizado en este proyecto de investigación. Con base a esto se estableció que la masa idónea para remoción de los metales plomo y cadmio era de 200 mg, con un tiempo de contacto de 180 minutos (CRUZ, 2018). Una vez pesados los carbones se colocaron en tubos de centrifuga de 50 ml y se adicionaron a cada tubo 25 ml de las respectivas soluciones acuosas de plomo y cadmio de 10 ppm, preparadas a partir de un estándar de grado analítico de 1000 ppm. Finalizado el tiempo de contacto, se utilizó papel filtro cualitativo para una filtración por gravedad. Por último se tomó el pH de esta solución.

Para proceder con las lecturas en los equipos de adsorción atómica y emisión óptica, se realizaron curvas de 0,5ppm, 3ppm, 5 ppm, 7 ppm y 10 ppm para plomo y 50 ppb, 500ppb, 3000 ppb y 5000ppb para cadmio. Teniendo en cuenta los respectivos factores de dilución para las lecturas de las muestras.

La eficiencia de remoción se calculó como en la metodología de N. ARAMI (ARAMI, 2010).

$$\text{Eficiencia de remoción} = \left(\frac{C_f - C_i}{C_i} \right) * 100 \quad (2)$$

Donde: Cf = Concentración final; Ci = Concentración inicial.

2.2.7. Isotherma de adsorción para las soluciones de plomo

En la elaboración del isoterma, se siguió el procedimiento descrito en la sección 2.2.6 para lo cual se utilizaron concentraciones iniciales que variaron en el rango de 10 a 50 mg/L. La forma lineal de la ecuación de la isoterma de Langmuir se representó mediante la ecuación (2).

$$\frac{C_e}{N} = \frac{1}{Q_{max} * K_l} + \frac{C_e}{Q_{max}} \quad (3)$$

Donde Ce (mg/L) es la concentración al equilibrio. N (mg/L) es la capacidad de adsorción en el equilibrio. Qmax es la cantidad de adsorbato (mg/g) adsorbido en el equilibrio cuando el adsorbente está saturado (CANALES, 2018). El área superficial del carbón activado obtenido se calculó mediante la ecuación (4)

$$A_{sup} = \frac{N_A}{Q_{max}} * \sigma \quad (4)$$

Donde NA es el número de Avogadro, σ es el área superficial teórica del carbón, el cual se encuentra en la literatura con un valor de $2.1 * 10^{-19}$ (m²/mol) (COLPAS, 2017).



2.2.8. Isotherma de desorción para las soluciones de plomo

Para la elaboración de este isoterma, se continuó con lo ejecutado en la sección 2.2.6 Una vez impregnados los carbones activados con el metal a las diferentes concentraciones (10 -50 mg/L), se procedió depositarlos en los respectivos vasos precipitados de 400 mL con un volumen de 100 ml de agua. Estas soluciones se dejaron en agitación a 20 rpm por espacio de una hora. Finalizado el proceso, se filtraron las soluciones por gravedad utilizando papel filtro cualitativo. Para finalmente realizar la medición en el equipo de adsorción atómica, con las condiciones de la sección 2.2.6

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Análisis elemental a la materia prima: Hojas

En la Tabla 2. Se muestra el análisis proximal que se hizo a la materia prima: Hojas.

Tabla 2. Análisis proximal a las hojas *Ananas comosus*

| Análisis | Porcentaje (%) |
|------------------|----------------|
| Cenizas | 7,13 ± 0,02 |
| Humedad | 6,88 ± 0,17 |
| Fibra cruda | 31,49 ± 1,07 |
| Azúcares totales | 33,42 ± 0,30 |

Media de 2 muestras con su respectiva desviación estándar.

La humedad presentada a través de los análisis elementales estuvo por debajo del 10 % (Ver tabla 2) con lo cual se garantizó la preservación de la misma, en caso contrario una humedad por encima del 10% habría ocasionado enfermedades en el cultivo provocada por agentes bióticos (bacterias, hongos y fitoplasmas) los cuales alteran las propiedades del mismo (ABAD, 2012). Con respecto al análisis de fibra cruda, se hizo puesto que, este proporciona la información acerca de la cantidad de lignina que tuvo presente en la muestra (31,49%) (López-Herrera, 2014). La definición de este análisis es el residuo orgánico combustible e insoluble que queda después de que la muestra se ha tratado en condiciones determinadas (RAMIREZ D. , 2018). Por otra parte, se analizó la cantidad de azúcares que contenía las hojas, logrando de esta manera saber la cantidad de celulosa y hemicelulosa que presentó la muestra (Brunetto-de-Gallignani, 2014). Esto se hizo por medio de cromatografía gaseosa (ver figura 2 en anexos), en lo cual se buscó la cuantificación de los monosacáridos (glucosa, fructosa) y disacáridos (sacarosa). Además, para una confirmación de los datos anteriores, se cuantificó por titulación la cantidad de azúcares totales presentes. Con base en lo anterior, se obtuvo 31,85% de azúcares por cromatografía y 33,42% de azúcares por titulación. La importancia saber la cantidad de celulosa, lignina y hemicelulosa que estuvo presente la muestra, radica en que se pudo establecer la cantidad de material lignocelulósico que aportó las hojas de *Ananas comosus*, teniendo en cuenta que, en la literatura se estableció que este material es el componente principal para la obtención del carbón activado (RAMIREZ S. , 2017).

De acuerdo con lo explicado anteriormente, la cantidad de carbono que se esperaba obtener con base a los datos suministrados en la tabla 2 y Figura 7 para luego transformarlo en carbón activado; sería al rededor del 64,91%(suma de azúcares y fibra cruda). No obstante, se debió tener en cuenta la cantidad de cenizas que aportó las hojas de *Ananas comosus*, debido a que las cenizas son equivalentes al residuo inorgánico que quedó después de haber calcinado la materia orgánica (UNAM, FUNDAMENTOS Y TECNICAS EN ANALISIS DE ALIMENTOS , 2008). Por lo tanto, se restó el dato suministrado de cenizas que fue 7,13% al dato teórico de carbono mencionado anteriormente ver ecuación 4 (tabla 2)

$$\text{porcentaje de carbon teorico} = ((31,49\% + 33,42\%) - (7,13\%)) = 57,78\% \quad (5)$$



Logrando de esta manera un porcentaje teórico de 57,78%

En la Tabla 3 se muestran los diferentes carbones obtenidos, las condiciones de su preparación y sus respectivos rendimientos.

Tabla 3. Carbones activados obtenidos por activación química y su porcentaje de rendimiento

| <i>Experimento</i> | <i>Temperatura de carbonización (°C)</i> | <i>Concentración del agente activante (%)</i> | <i>Porcentaje (%) de Rendimiento de carbón activado</i> |
|--------------------|--|---|---|
| 1 | 500 | 20 | 47,89 ±0,03 |
| 2 | 500 | 40 | 52,12 ±0,59 |
| 3 | 500 | 42,5 | 53,35 ±0,48 |
| 4 | 500 | 60 | 54,82 ±0,72 |
| 5 | 600 | 20 | 40,33 ±1,82 |
| 6 | 600 | 40 | 47,15 ±0,32 |
| 7 | 600 | 42,5 | 48,11 ±0,48 |
| 8 | 600 | 60 | 50,52 ±1,93 |

Media de dos muestras con su respectiva desviación estándar

De acuerdo, con lo encontrado en la literatura el precursor utilizado, es uno de los agentes activantes que da mejores porcentajes de rendimiento (CANALES, 2018) y esto se puede comprobar con los datos obtenidos en la tabla 6 debido a que se esperaba un 57,78% de carbono y con lo cual se obtuvieron porcentajes de rendimiento que variaron alrededor del 50 % para el cálculo de estos porcentajes de rendimiento se hizo uso de la ecuación 1 con los datos suministrados en la tabla 16 en anexos.

Con base en la literatura se estableció que cuando se hace una impregnación con ácido fosfórico el porcentaje de rendimiento disminuye conforme aumenta la temperatura (CRUZ, 2018) y esta tendencia se mantiene en los resultados obtenidos. Conforme el artículo de carbón activado a partir de la guadua, se especificó que este comportamiento pudo deberse que a una menor temperatura todavía se encuentra los ácidos piroleñosos en la biomasa (residuo de cosecha) (Prías, 2011). Otra tendencia que se mantuvo fue la concentración, entre más alta estuvo mayor porcentaje de rendimiento se logró. A causa de que, el agente activador (ácido fosfórico) interactuó con el precursor de biomasa (residuos de cosecha) durante el procedimiento de impregnación, para lo cual se escindieron los enlaces ariléter en la lignina e hidrolizaron los enlaces glucosídicos en la hemicelulosa y la celulosa a través de reacciones de deshidratación y condensación (Oginni, 2019).

En la tabla 16 en anexos se muestra el tratamiento estadístico prueba t, en la cual se analizó la significancia de los porcentajes de rendimiento con respecto a la variable de temperatura. Determinado de esta manera, que se obtuvieron medias diferentes a cero, y por tanto las medias de las variables 1 y 2 (500 y 600°C) son significativamente diferentes. Es decir, que la variable de temperatura ha ocasionado efectos sobre el porcentaje de rendimiento.

3.2. Química superficial de los carbones activados

Los grupos funcionales que se encuentran en la superficie de los carbones activados, abarcan un papel muy importante en la adsorción de los contaminantes orgánicos e inorgánicos (Oginni, 2019). La presencia o ausencia de los grupos superficiales, se debe en gran medida a los orbitales p que contienen los electrones más o menos deslocalizados dentro del plano basal del carbón obtenido y a su vez; estos dependen del precursor utilizado y de las condiciones de activación. Lo cual afecta directamente las interacciones del carbón con otros elementos o compuestos (Alicia, 2012). El



carácter hidrófobo impide o entorpece el porcentaje de adsorción; la adición de grupos superficiales polares ayuda a disminuir este carácter. La importancia de carácter hidrófilo es la interacción específica ion-dipolo, dipolo-dipolo y puentes de hidrógeno (Oginni, 2019). Una prueba característica para la identificación de los grupos funcionales es la espectroscopia de infrarrojo, de este modo se realizó una lectura a la materia prima y a unos de los carbones activados. (Ver figuras 1 y 2)

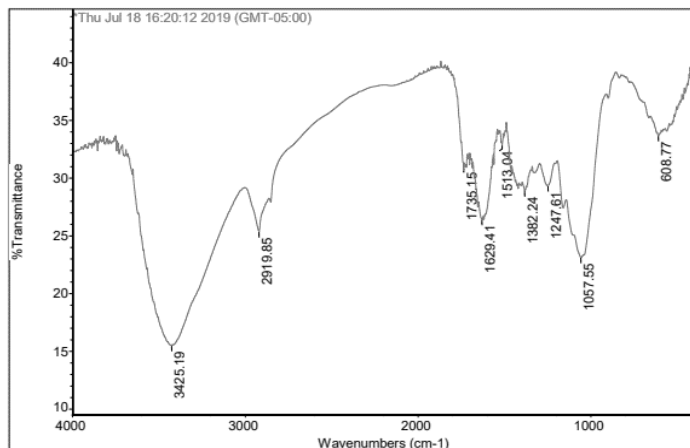


Figura 2. Espectro de Infrarrojo FT-IR de hojas Ananas comosus Fuente: laboratorio de análisis instrumental y físico químico aval químico S.A.S

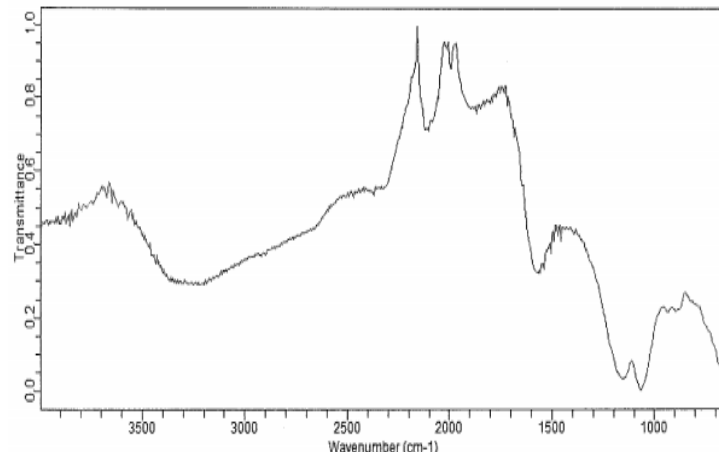


Figura 1. Espectro de Infrarrojo FT-IR del carbón Activado fuente: laboratorio de análisis instrumental y físico químico aval químico S.A.S

En la figura 1 se mostró el espectro de infrarrojo de la materia prima la cual indico 7 bandas vibracionales que se interpretaron en la tabla 4.

Tabla 4. Bandas vibracionales de la hojas de Ananas comosus (UNAM, Espectroscopia infrarroja interpretación básica y tablas, 2014)

| Numero de onda cm^{-1} | Funcionalidad | Causa Posible |
|--|--|---------------------------|
| 3425 | Banda de estiramiento simétrico OH | Fenoles |
| 2919 | Vibración estiramiento asimétrico C-H, CH ₂ y CH ₃ | Alcano- alquenos- benceno |
| 1629 | Vibración alargamiento C=O | Cetona |
| 1513 | Vibración estiramiento C=C | Alqueno- aromático |
| 1382 | Banda de formación de metilo CH ₃ y CH ₂ | |
| 1247 | Banda de vibración en el plano C-O en ésteres =C-O-C | ésteres |
| 1067 | Banda de vibración alargamiento simétrico C-C, C-O | Fenoles primarios |

Luego de la activación las principales bandas vibracionales desaparecen, como se muestra en la Figura 2 y Tabla 5.



Tabla 5. Bandas vibracionales del carbón Activado CC 3-2 (UNAM, Espectroscopia infrarroja interpretacion basica y tablas, 2014)

| Numero de onda cm^{-1} | Funcionalidad | Causa Posible |
|--------------------------|------------------------------------|--|
| 3700 | Banda de estiramiento simétrico OH | Presencia de humedad en la muestra o grupos hidroxílicos |
| 2150 | N=C=S | Isotiocianato |
| 2100 | Vibración de $C \equiv C$ | Alquino |
| 1990 | Alenos $>C=C=C<$ | Aleno terminar con grupo electro atrayente |
| 1700 | Vibración alargamiento C=O | Ácido carboxílico |
| 1600 | Vibración de C=C | Especies fosforadas |
| 1140 | | Alcoholes primarios |
| 1050 | Torción del carbonilo C-O | Aromático trisustituido |
| 850 | Flexión C-H | |

De acuerdo con los resultados de la Figura 2 y Tabla 5 se puede establecer que el agente activante (ácido fosfórico) generó cambios químicos importantes en la estructura del precursor (hojas de *Ananas comosus*) durante el proceso de carbonización y activación, con lo cual se dio la redistribución del material lignocelulósico. Produciendo un carbón activado de carácter hidrofílico, debido a todos los grupos polares que presentó.

3.3. Adsorción los carbones activados obtenidos

3.3.1. Construcción de las respectivas curvas de calibración para plomo y cadmio

La calibración fue importante porque incluyo la selección de un modelo que estimó los parámetros que permitieron determinar la linealidad de las curvas (plomo y cadmio). Y, en consecuencia, la capacidad que arrojó el método para obtener resultados que fueron directamente proporcionales a la concentración del metal en el carbón activado, dentro del intervalo de trabajo. (HARRIS, 2001) (MARIA, 2012) A partir de las curvas de calibración, se buscó que las rectas encontradas se ajustaran con los datos experimentales obtenidos (Anexos, Tabla 16 y 17) ajustando de esta manera al modelo matemático de la ecuación de la recta, donde se calculó los valores de la ordenada de origen, la pendiente y el coeficiente de determinación (r^2), el cual estableció la linealidad; de acuerdo con la usp^{41} establece un $r^2 > 0.995$ (HARRIS, 2001). El coeficiente de correlación para las curvas de plomo y cadmio fue 0,9996 y 0,9999 respectivamente (Figuras 3 y 4), con lo cual se generó la confiabilidad de los datos.

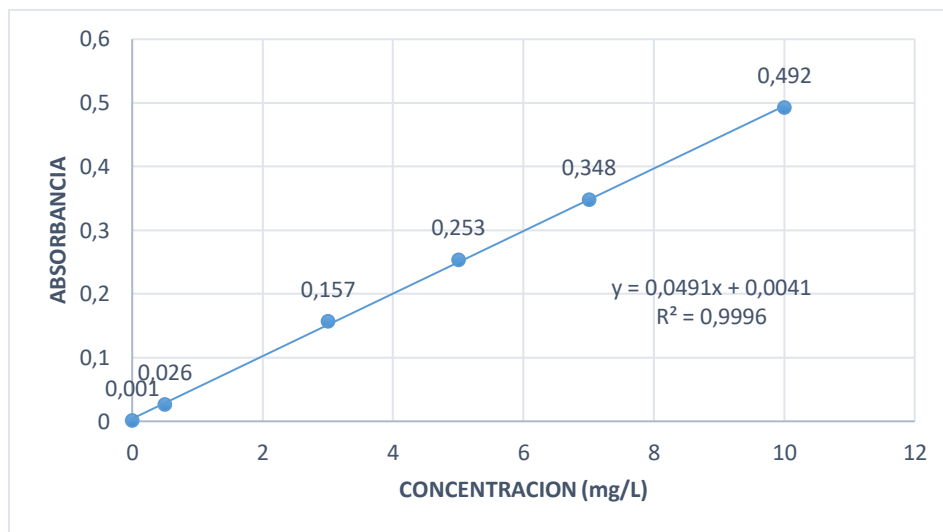


Figura 3. Curva de calibración de plomo (Pb)

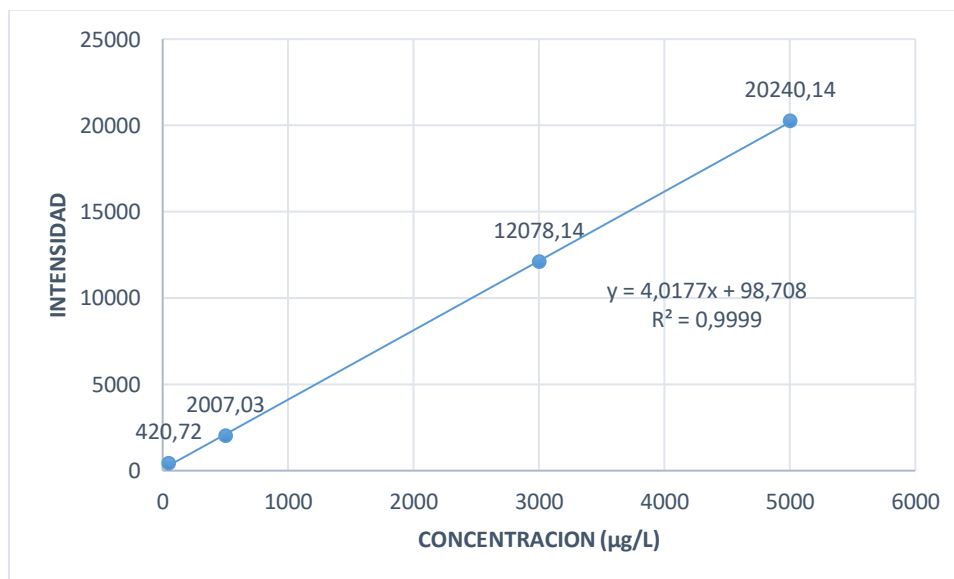


Figura 4. Curva de calibración de cadmio (Cd)

3.3.2. Adsorción de los metales pesados (plomo y cadmio) desde soluciones acuosas.

De acuerdo con los resultados obtenidos en la Tabla 6. Se observó que conforme aumentó la temperatura, el porcentaje de adsorción del estándar de plomo de 10ppm disminuyó. En la literatura se encuentra una tendencia contraria como lo refleja el estudio de L. Meza (*adsorción de plomo de efluentes industriales usando carbones activados con h3po4*) (Meza, 2010) el cual utilizó el mismo agente activante. Sin embargo, el porcentaje de adsorción se vio afectado, por los grupos funcionales que se generaron en los diferentes carbones activados obtenidos, y a su vez, estos



dependieron de las variables de activación (temperatura, concentración, relación de impregnación, tiempo de contacto, pH entre otras).

Para verificar si hubo un dato atípico se realizó una prueba bilateral para encontrar el valor crítico de Z_{score} con un nivel de confianza del 95% y un alfa del 2,5%, debido a esto se consideró la condición de $-Z=-1,96$ y $Z=1,96$, los datos fuera de este rango se consideraron atípicos. La cual se refleja en anexos

Tabla 6. Adsorción de la solución de plomo en los carbones activados obtenidos

| Carbones | Concentración de plomo en el agua (mg/L) | Porcentaje de adsorción de plomo en el carbón activado |
|-----------------|---|---|
| 1 | 0,34 | 96,67 ±0,16 |
| 2 | 1,11 | 89,03 ±0,16 |
| 3 | 0,77 | 92,39 ±0,33 |
| 4 | 1,23 | 87,87 ±0,17 |
| 5 | 0,45 | 95,51 ±0,16 |
| 6 | 1,25 | 87,64 ±01,6 |
| 7 | 1,59 | 84,28 ±0,33 |
| 8 | 1,34 | 86,72 ±0,16 |

En la tabla 7 se mostraron los datos obtenidos de la adsorción del estándar de cadmio de 10 ppm.
Media de dos muestra y su respectiva desviación estándar

Igual que en los resultados del plomo se reflejó una tendencia decreciente tanto para la temperatura como para concentración. Lo cual indico que a una concentración de 20% fue suficiente para la generación de grupos funcionales sin que hubiera un impedimento estérico con los iones de los metales. Puesto que, conforme aumento la concentración mayor saturación de los centros activos del carbón activado y menor adsorción (Myriam, 2009). Para tener una idea más clara de lo que sucedió, se deja abierta la opción de realizar un análisis de BET, además de dos pruebas una con yodo y otra con azul de metileno, para la verificación de la cantidad de poros obtenidos por cada carbón activado generado.

De igual forma, se realizó la prueba bilateral con valor crítico de Z. de igual manera que la adsorción de plomo no se presentó un dato anómalo de acuerdo al criterio Z Además, se generó un gráfico para visualizar mejor la tendencia de los resultados (Anexos, Figura 9).

Tabla 7. Adsorción de la solución de cadmio en los carbones activados obtenidos

| Carbones | Concentración de Cadmio en el agua (mg/L) | Porcentaje de adsorción de Cadmio en el carbón activado |
|-----------------|--|--|
| 1 | 0,04 | 99,64± 0,01 |
| 2 | 0,95 | 90,85± 0,10 |
| 3 | 1,19 | 88,57± 0,04 |
| 4 | 1,03 | 90,06± 0,11 |
| 5 | 0,52 | 95,00± 0,01 |
| 6 | 5,40 | 48,10± 0,99 |
| 7 | 1,62 | 84,39± 0,04 |
| 8 | 1,40 | 86,53± 0,10 |

Media de dos muestra y su respectiva desviación estándar

Con base en los datos reportados en las tablas 6 y 7, se observó que los carbones activados generados tuvieron una mayor afinidad con la solución estándar de cadmio de 10 ppm. En la literatura se encontró que la retención de Pb (II) aumentaba a medida que pasaba el tiempo; sin



embargo, disminuía al alcanzar el equilibrio (Carmencita, 2010). Por lo que se deduce, que el tiempo de contacto no fue el óptimo para la solución estándar de plomo. Debido a que en la literatura se estableció que la mayoría de estudios de bioadsorción muestran que los grupos funcionales presentan mayor afinidad por los iones con mayor radio iónico e índice covalente (Myriam, 2009); lo cual se indica que el plomo debió de haber presentado una mayor afinidad con los carbones obtenidos a comparación del cadmio. De este modo, se deja abierta la posibilidad de realizar un estudio cinético del tiempo de contacto y pH de las soluciones estándar.

3.4. Isoterma de adsorción del carbón activado obtenido

Para la realización de este isoterma, se generó un carbón activado con una temperatura intermedia de 550°C. Los resultados obtenidos de esta isoterma se muestran en la tabla 8. Donde se observó que conforme aumentó la concentración del estándar de plomo, se vio una disminución en el porcentaje de adsorción, Lo cual indicó que la concentración del estándar es directamente proporcional a la saturación de los poros del carbón activado obtenido, lo que es acorde con lo reflejado en otros estudios (Candelaria, 2015).

Tabla 8. Isoterma de adsorción carbón activado

| Concentración real de las soluciones de plomo (Co) (mg/L) | Concentración del absorbente después del proceso de adsorción (Ce) (mg/L) | Porcentaje de adsorción de plomo en el carbón activado |
|--|--|---|
| 10,02 | 0,95 | 90,47 |
| 17,39 | 3,09 | 82,22 |
| 28,65 | 8,30 | 71,02 |
| 38,12 | 12,54 | 67,11 |
| 51,41 | 23,11 | 55,06 |

En la literatura se encuentran diferentes modelos matemáticos, que describen la relación entre la cantidad del adsorbato retenido y su concentración en el equilibrio en un sistema de adsorción-líquido. Para este estudio se aplicó el modelo de Langmuir, el cual asume que la adsorción es uniforme en todos los sitios activos de la superficie del adsorbente. Considerando que, se forma una mono capa en donde el calor de adsorción es constante para todos los sitios y que no existe interacción entre las moléculas adsorbidas (Oginni, 2019).

Para la construcción del isoterma de Langmuir, se tuvo en cuenta la capacidad de adsorción en el Equilibrio (N) para lo cual se aplicó la ecuación 5 y se reportó en la tabla 9

$$N = \frac{(C_o - C_e) * V(L)}{M(mg)} \quad (6)$$

Siendo Co la concentración real de las concentraciones (10-50 mg/L), Ce la concentración del adsorbente después del proceso de adsorción (mg/L), V es el volumen de la solución de impregnación (L) y M es la cantidad de carbón activado utilizado para la impregnación (mg).

Tabla 9. Datos para la construcción de la isoterma de Langmuir

| Porcentaje de adsorción | Volumen de la solución de | Cantidad de carbón | N | Ce/N |
|--------------------------------|----------------------------------|---------------------------|----------|-------------|
| | | | | |



| | <i>impregnación (L)</i> | <i>activado utilizado (mg)</i> | | |
|-------|-----------------------------|------------------------------------|-------|----------|
| 90,47 | 0,02 | 203,4 | 0,001 | 1071,849 |
| 82,22 | 0,02 | 200,2 | 0,001 | 2164,556 |
| 71,02 | 0,02 | 200,7 | 0,002 | 4095,365 |
| 67,11 | 0,02 | 209,5 | 0,002 | 5134,084 |
| 55,06 | 0,02 | 200,5 | 0,003 | 8182,275 |

Finalmente se graficó el coeficiente (Ce/N) con respecto a la concentración en equilibrio (Ce) tal como se muestra en la figura 5. Con lo cual se estableció que los valores experimentales de adsorción, se ajustan perfectamente al modelo de Langmuir, puesto que, este establece un coeficiente de correlación próximo a la unidad, y el obtenido experimentalmente es 0,9901.

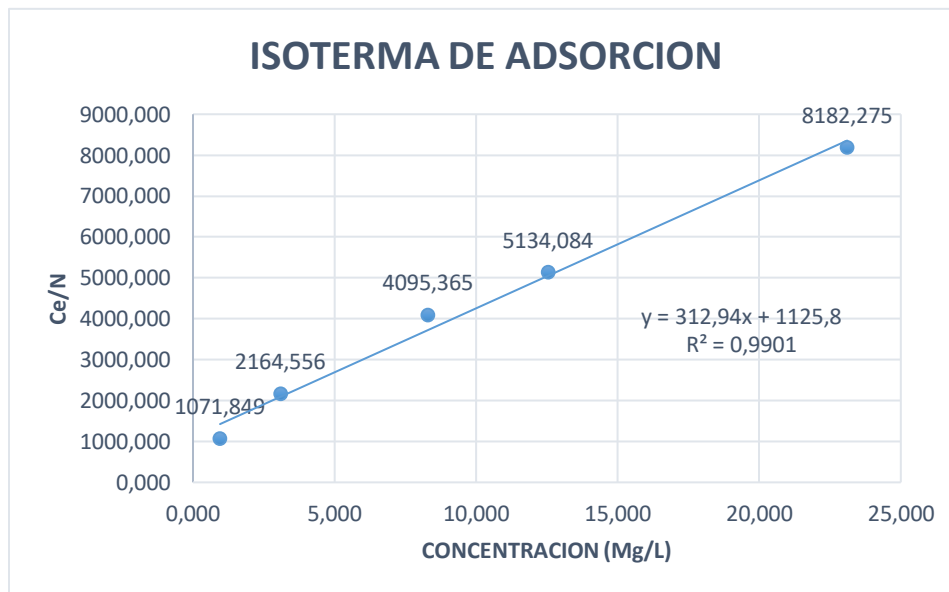


Figura 5. Isoterma de adsorción del carbón obtenido a 550°C-60%

Para calcular el área superficial se hizo uso de la pendiente (312,94) obtenida en el gráfico 7, teniendo en cuenta que la pendiente de acuerdo con la ecuación 3, es igual a $(1/Q_{max})$ se realizó el despeje para obtener la ecuación 4 y por medio de esta se hizo el cálculo del área superficial, teniendo en cuenta el número de Avogadro y el área superficial del carbón teórico, las cuales se mostraron en la metodología sección 2.7.7. Debido a esto se pudo determinar el que carbón activado presento un superficial de 404.18 m²/g. En la literatura se encontró estudios que determinaron el área superficial por medio de la isoterma de Langmuir como lo refleja el estudio de COLPAS, (**Área superficial de carbones activados y modificados obtenidos del recurso agrícola**) (COLPAS, 2017). También en la teoría se encontró que las áreas superficiales de los carbones activados por diferente precursor, se encuentra en valores de 380 a 1500 m²/g (POLITECNICA,



2016). La importancia del área superficial radica en que es directamente proporcional a la capacidad adsorbente, a causa de que, a una mayor área superficial hay más número de placas graníticas, las cuales van estar separadas por las distintas orientaciones que presentan, lo cual hace que se genere una gran cantidad de espacios que se denominan poros (POLITECNICA, 2016).

Q_{max} (mg/g) es la cantidad de adsorbato adsorbido en el equilibrio cuando el adsorbente está saturado, con base a esto la capacidad del carbón activado es $3,19 \times 10^{-3}$ mg de estándar de plomo por cada 0,2 gramos de carbón activado, es decir 0,016 mg de estándar de plomo por gramo de carbón activado.

3.5. ISOTERMA DE DESORCIÓN DEL CARBÓN ACTIVADO

La finalidad de la isoterma fue verificar la capacidad de retención que contuvo el carbón activado obtenido, aumentando cinco veces el volumen de agua con respecto al utilizado para la impregnación, en un periodo de tiempo indeterminado. Para la construcción del isoterma de desorción fue necesario, saber la concentración inicial del blanco (agua), para que de este modo, se corrigiera con las concentraciones después de haber hecho la desorción como se muestra en la tabla 11. Para calcular el porcentaje de retención se tuvo en cuenta la concentración inicial en el adsorbente (carbón activado) y la concentración después de la desorción.

Tabla 10. Isoterma de desorción del carbón activado

| <i>Concentración real de las soluciones de plomo (Co)</i> | <i>Concentración adsorbida por el carbón activado después del isoterma de adsorción (mg/L)</i> | <i>Concentración del adsorbato después de la desorción (mg/L)</i> | <i>% Retención</i> |
|---|--|---|--------------------|
| 10,02 | 9,0631 | 0,0204 | 99,78 |
| 17,39 | 14,2974 | 0,0305 | 99,79 |
| 28,65 | 20,3462 | 0,0407 | 99,80 |
| 38,12 | 25,5804 | 0,0611 | 99,76 |
| 51,41 | 28,3096 | 0,0815 | 99,71 |

En la Figura 6 muestra que el porcentaje de retención fue del 99 % para todas las concentraciones. En la literatura se encontró que cuanto mayor sea la tasa de adsorción y menor la de desorción, mayor será la fracción de la superficie disponible que quedará cubierta por material adsorbido en el equilibrio (Liliana, 2008). Y esto se vio reflejado en los datos obtenidos, puesto que, a medida que aumento la concentración en el adsorbente disminuyo el porcentaje de retención.

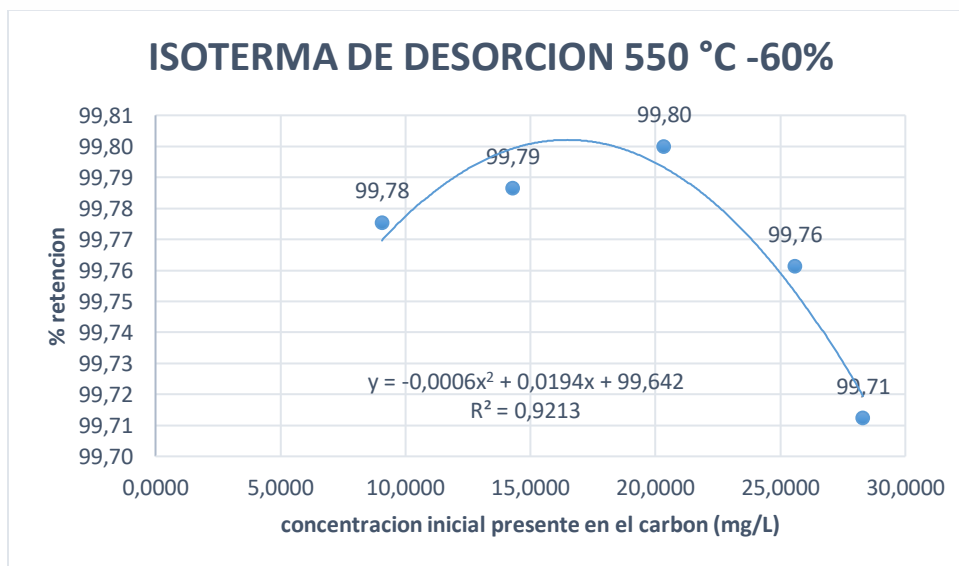


Figura 6. *Isoterma de desorción del carbón obtenido a 550°C y 60%*

3.6. Tendencia de los resultados

En la tabla 12, se expresó todos los resultados obtenidos en este estudio, con lo cual se determinó que la variable de temperatura de 500°C obtuvo los mejores porcentajes de rendimiento y de adsorción con respecto a la de 600°C. La concentración de 20% obtuvo los porcentajes más altos de adsorción para ambos metales. Sin embargo, no se consiguió lo mismos resultados con los porcentajes de rendimiento; Los cuales fueron más altos para la temperatura de 60%. Con respecto a la temperatura de 550°C no se obtuvo el mejor rendimiento, ni para la concentración de 20% ni al 60%, pero el porcentaje de adsorción si es mayor a comparación de los carbones obtenidos con las otras temperaturas.

Tabla 11. *Tendencia de los resultados logrados*

| Carbones | variables | | | Resultados obtenidos | |
|----------|---------------|-------------|---------------|----------------------|--------------------|
| | Concentración | Temperatura | % Rendimiento | % Adsorción plomo | % Adsorción cadmio |
| 1 | 20 | 500 | 47,89 | 96,67 | 99,64 |
| 2 | 40 | 500 | 52,12 | 89,03 | 90,85 |
| 3 | 60 | 500 | 54,82 | 87,87 | 90,06 |
| 4 | 42,5 | 500 | 53,35 | 92,39 | 88,57 |
| 5 | 20 | 600 | 40,33 | 95,51 | 95,00 |
| 6 | 40 | 600 | 47,15 | 87,64 | 48,10 |
| 7 | 60 | 600 | 50,52 | 86,72 | 86,53 |
| 8 | 42,5 | 600 | 48,11 | 84,28 | 84,39 |



4. CONCLUSIONES

Se logró obtener carbón activado a partir de las hojas de la especie *Ananas comosus* cuya variedad fue la Golden MD2, mediante activación química con ácido fosfórico (H₃PO₄). Con base en la literatura se estableció que cuando se hace una impregnación con ácido fosfórico el porcentaje de rendimiento disminuye conforme aumenta la temperatura y esto se logró con los resultados obtenidos. Otra tendencia que se mantuvo fue la concentración, entre más alta estuvo mayor porcentaje de rendimiento se logró. El porcentaje de rendimiento más alto (54,82%) se evidenció para la concentración de 60% con una temperatura de 500°C; siendo la temperatura un factor determinante en el porcentaje de rendimiento. En la química superficial se estableció que el agente activante (ácido fosfórico) generó cambios químicos importantes en la estructura del precursor (hojas de *Ananas comosus*). Produciendo un carbón activado de carácter hidrofílico, debido a todos los grupos polares que presentó.

Con respecto a la adsorción, se demostró que los carbones activados obtenidos fueron capaces de adsorber los metales de plomo y cadmio. Además, se observó que los carbones activados generados tuvieron una mayor afinidad con la solución estándar de cadmio de 10 ppm. Por lo que se deduce, que el tiempo de contacto no fue el óptimo para la solución estándar de plomo. Por este motivo, se deja abierta la posibilidad de realizar un estudio cinético del tiempo de contacto y pH de las soluciones estándar.

Por último en el isoterma de adsorción, se probó que el carbono activado obtenido se ajustó al modelo de adsorción de Langmuir, pudiendo determinar de esta manera el área superficial de 404.18 m²/g. por medio de este isoterma también se logró el cálculo de la máxima capacidad que poseía el carbón activado. Finalmente, para el isoterma de desorción se verificó la capacidad de retención que tenía el carbón activado la cual fue muy eficiente.

5. AGRADECIMIENTOS

El autor expresa un agradecimiento profundo **AVALQUIMICO S.A.S** por permitir el ingreso a sus instalaciones, así como el acceso a todos los reactivos, materiales y equipos necesarios para llevar a cabo la realización de este estudio. Teniendo en cuenta que el laboratorio no se benefició en ningún momento con los resultados obtenidos en esta investigación, se expresa el desinterés y la colaboración hacia el autor, el cual queda altamente agradecido y a disposición del laboratorio.

6. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ABAD, P. (2012). Sanidad ambiental. *ISSN*, 22.
- Alicia, M. (2012). Desarrollo de carbones activados a partir de residuos lignocelulósicos para la adsorción y recuperación de tolueno y n-hexano. *Consejo superior de investigaciones científicas*, 215.
- Altendorf, S. (2017). Bananas and major tropical fruits in latin America and the caribbean. *Food outlook*, 4.
- AOAC. (1990). METHODS 962.09. *AOAC*, 10, 7.
- AOAC. (1998). AOAC metodo oficial 947.06. *AOAC*, 1 Y 2, 12.
- AOAC. (2001). Determinacion de cenizas. *AOAC*, 1, 12.
- ARAMI, N. (2010). Using granular activated carbon prepared from oil palm shell by ZnCl₂ and physical activation for methane adsorption. *Journal of analytical and applied pyrolysis*, 89.
- Ayala Anny, M. C. (2018). Desarrollo de una familia de objetos, usando como materia prima fibra de piña: aplicación en el diseño textil. *Universidad de San Buenaventura Colombia*, 69.



- BACHMANN, H. (2007). Determinacion de carbohidratos por gc/ms analisis enzimaticos. *universidad austral de chile* , 05, 16.
- baso, m. (2000). Remocion de cadmio (ii) de soluciones acuosas mediante carbon activado preparado a partir de caña . *avances en energias renovables y medio ambiente (everna)*, 4, 6.
- Bermeo, D. F. (2014). El ABC de la Admisibilidad Sanitaria. *El ABC de la Admisibilidad Sanitaria*, 30.
- Brunetto-de-Gallignani. (2014). Desarrollo de un método analítico para la determinación de glucosa, fructosa y sacarosa en muestras de cacao Venezolano. *revista cubana de quimica*, 22.
- BUSTAMANTE, J. M. (2014). "Aprovechamiento de residuos celulósicos de piña para la producción de carbón activado". *universidad veracruzana* , 54.
- CANALES, R. (2018). Obtencion y caracterizacion de carbones activados a partir de residuos agroindustriales. *mineral de la reforma, Hidalgo mexico*, 194.
- Candelaria, T. (2015). Adsorcion de metales pesados en aguas residuales usando materiales de origen biologico. *Tecnologicas*, 18(34), 16.
- Carmencita, L. (2010). Adsorcion de plomo de efluentes industriales usando carbones activados con H₃PO₄. *Universidad catolica del peru*, 14.
- COLPAS, F. (2017). Área superficial de carbones activados y modificados obtenidos del recurso agricola. *Ciencias agricolas*, 11.
- CRUZ, D. D. (2018). Aplicación de adsorbentes de carbón preparados desde la cascara de la fruta de la piña (Ananas Comosus) para remover metales pesados de Cd y Pb desde soluciones acuosas. *Universidad Nacional del Peru*, 111.
- Da Silva Lacerda, V. (2015). Aprovechamiento de residuos lignocelulosicos para la produccion de biocombustibles y bioproductos. *Universidad de Valladolid*, 242.
- DANE. (2016). Principales características del cultivo de la piña . *Boletin mensual insumos y factores asociados a la producción agropecuaria* , 99.
- Escalante, I. M. (2012). Manual para la producción de una piña de calidad . *Manual de Agricultura*, 41.
- FAO. (2015). Bioenergia y seguridad alimentaria evaluación rápida (BEFS RA). *BESF*, 57.
- HARRIS, D. (2001). Curvas de calibracion. *Analisis Quimico Cuantitativo* (págs. Capítulo 5 PAG-93). España: 2da edicion-reverte.
- HIDAYU, A. (2013). Characterization of activated carbon prepared from oil palm empty fruit bunch using bet and ft-ir techniques. *elsevier*, 6.
- ISO. (2009). Determinacion y Contenido de Humedad. *ISO 2009*, 1, 9.
- Ivan, U. (2010). Guía metodológica para la selección de técnicas de depuración de datos. *Universidad Nacional de Colombia*, 120.



- Liliana, G. (2008). Caracterización superficial en fase gas y líquida de carbones activados. *Red de Revistas Científicas de América Latina, el Caribe, España y Portugal*, 11.
- López-Herrera, M. (2014). Meta-análisis de los subproductos de piña (Ananas comosus) para la alimentación animal. *Centro de Investigación en Nutrición Animal.*, 10.
- MADS, I. (2015). Síntesis estudio nacional de la degradación de suelos por erosión en Colombia . *Síntesis*, 62.
- MARIA, P. (2012). Calibración, validación y aplicación del modelo heapsim para estimar la producción de cobre de los bronzes y collahuasi. *universidad de chile*, 108.
- Meza, C. L. (2010). Adsorción de plomo de efluentes industriales. *Sociedad Química de Perú.*, 14.
- MINAET. (2009). Evaluación del impacto ambiental generado por la eliminación del rastrojo de piña a través de su incorporación al suelo. *Proyecto reduciendo el escurrimiento de plaguicidas en el mar caribe*, 16.
- MINAGRICULTURA. (2018). *Producción de piña llegaría a más 950 mil toneladas en 2018, calcula MinAgricultura*. bogotá: red de comunicaciones. Obtenido de <https://www.minagricultura.gov.co/noticias/Paginas/Produccion%20de-pi%C3%B1a-llegar%C3%ADa-a-m%C3%A1s-950-mil-toneladas-en-2018,-calcula-MinAgricultura-.aspx>
- MinAmbiente. (2012). Diagnóstico nacional de salud ambiental. *Republica de Colombia ministerio de ambiente y desarrollo sostenible*, 368.
- Myriam, P. (2009). Cinética de la bioadsorción de iones cadmio (ii) plomo (ii) de soluciones acuosas por biomasa residual de café . *Universidad Nacional del Altiplano*, 14.
- Nations, F. a. (2019). Malor tropical fruits. *Market review 2017*, 12.
- Oginni, O. (2019). Effect of one-step and two-step H₃PO₄ activation on activated carbon. *Bioresource Technology Reports*, 8.
- POLITECNICA, E. (2016). Manual del carbono activado. *Aguapedia.NET*, 89.
- Prías, J. (2011). Identificación de las variables óptimas para la obtención de carbón activado a partir del precursor *Guadua Angustifolia Kunth*. *Academia Colombia y Ciencia*, 12.
- Primera Oliva, C. F. (2011). Carbones activados a partir de bagazo de caña de azúcar y zuro de maíz para la adsorción de Cadmio y Plomo. *Revista académica Colombiana Ciencia Volumen XXXV*, 10.
- Ramírez Sandra, R. M. (2017). Aprovechamiento de residuos lignocelulósicos de la Ananas Comosus (Piña) para la producción de xilol por hidrólisis enzimática . *Fundación Universidad de América* , 173.
- RAMIREZ, D. (2018). Implementación de un método de determinación de fibra cruda en materias primas y producto terminado en alimentos para animales CIPA SA. *Univerdidad Tecnológica de Pereira*, 11.



- RAMIREZ, S. (2017). Aprovechamiento de residuos lignocelulósicos de la *Ananas Comosus* (piña) para la producción de Xilitol por hidrolisis enzimática. *Fundacion Universidad de America*, 182.
- Ramirez, Z. (2016). Optimización del proceso de activación de coque de petróleo con ácido fosfórico para la remoción de metales pesados. *Paseo de la investigación científica*, 10.
- Rebolledo, A. E. (2016). Biocarbón (biochar) I: Naturaleza, historia, fabricación y uso en el suelo. *terra latinoamericana volumen 34*, 16.
- Reyes Erik, C. F. (2006). Remoción de metales pesados con carbón activado como soporte de biomasa. *Ingeniería Química facultad de ciencias químicas UANL*, 6.
- Reyes Yulieth, V. I. (2016). Contaminación por metales pesados: implicaciones en la salud, ambiente y seguridad alimentaria. *Ingeniería, Investigación y Desarrollo vol 16 N° 2*, 12.
- Reyes, Y. C. (2016). Contaminación por metales pesados. *Ingeniería Investigación y Desarrollo*, 16, 12.
- Solts Julio, M. M. (2012). Obtención de carbón activado a partir de residuos agroindustriales y su evaluación en la remoción de color del jugo de caña. *Tecnología ciencia y educación (IMQ)*, 14.
- TICSO. (2014). Aprovechamiento residuos biomasa de producción de piña (*Ananas Comosus*) para municipio de aguazul Casanare. *TICSO*, 151.
- UNAM. (2008). Fundamentos y Técnicas en análisis de Alimentos. *faculta de ciencias químicas UNAM*, 58.
- UNAM. (2014). Espectroscopia infrarroja interpretación básica y tablas. *Departamento de fisicoquímica UNAM*, 18.

7. ANEXOS:

Tabla 12. Equipos

| EQUIPOS | MARCAS | EQUIPOS | MARCAS |
|--------------------------|-------------------------------------|---------------------------------------|-------------------|
| Balanza analítica | Metter Toledo | Espectrofotómetro Ir | Thermo scientific |
| Horno de secado | Gemmyss | Equipo de adsorción atómica | Thermo scientific |
| Plancha de calentamiento | Thermo | Equipo de adsorción y emisión atómica | Horiba scientific |
| pH metro | Thermo scientific Oaklon Ion 700 | Agitador magnético Centrifuga | Thermo |
| Mufla | Terrígeno | | |
| Cromatógrafo de gases | Scion 436 | | |

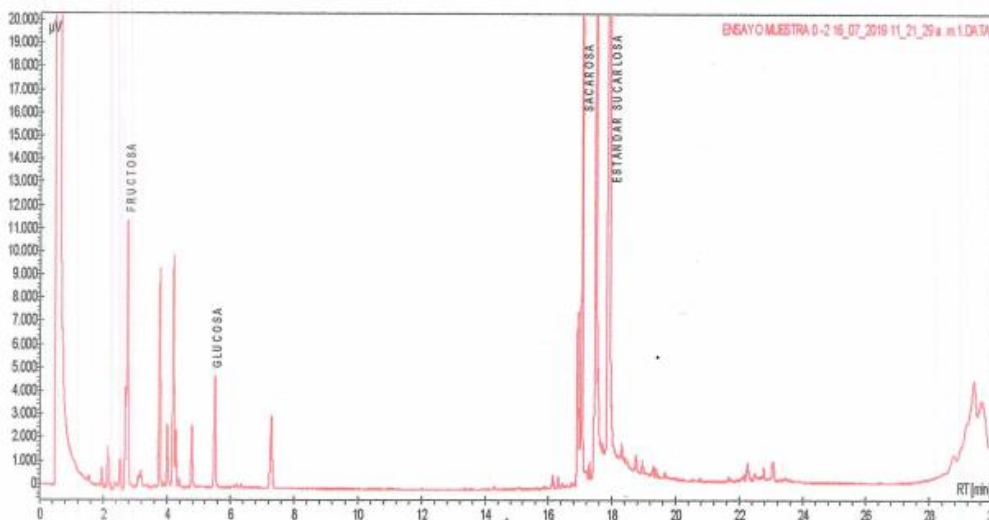


Tabla 13. Reactivos químicos

| NOMBRE | MARCA | LOTE | FECHA DE VENCIMIENTO |
|--------------------------|---------------|-------------|----------------------|
| Fehling A | chemi | 190424-3458 | 2020-12-30 |
| Fehling B | chemi | 190422-3436 | 2020-12-30 |
| Ácido fosfórico | sigma aldrich | SZBE0500V | 2012-08-04 |
| Hidróxido de sodio | honeywell | SZBG2530A | 2020-02-21 |
| Estándar de plomo | panreac | 0001365712 | 2022-03-31 |
| Estándar de cadmio | panreac | 0001153771 | 2023-07-30 |
| Azul de metileno | mol labs | 050418 | 2021-04-05 |
| Bromuro de potasio (KBr) | merck | K46694905 | 2020-05-31 |
| Hidróxido de potasio | merck | B1464533 | 2020-07-31 |
| Ácido sulfúrico | merck | K50346233 | 2020-06-30 |

Tabla 14. condiciones de los Equipos

| | |
|--|---|
| <ul style="list-style-type: none"> ➤ Cromatógrafo de gases ➤ Detector FID ➤ Gases en el sistema: Helio, Hidrogeno, Aire seco ➤ Columna capilar: ➤ Agilent 15mx250mmx0.3µm 5% difenil-95% dimetilpolixiloxano | <ul style="list-style-type: none"> ➤ Plancha de calentamiento y agitador magnético ➤ Temp Máx de manejo: 540 ➤ RPM Máx: 20 |
| <ul style="list-style-type: none"> ➤ Adsorción Atómica ➤ Longitud de onda: 217.0 nm ➤ Tipo de llama: Aire-Acetileno ➤ Altura de la llama: 7.0 ➤ Tiempo de nebulización: 4 s ➤ Flujo de combustible: 1,1 ➤ Rendija: 0.5 mm ➤ Tipo de lámpara: | <ul style="list-style-type: none"> ➤ Centrifuga ➤ RPM Máx.: 2510 |
| <ul style="list-style-type: none"> ➤ ICP (Emisión) ➤ Flujo de combustión: Argón ➤ Velocidad de la bomba: 20 rpm ➤ Tiempo de estabilización del plasma: 15 s ➤ Método de ajuste: Lineal-mínimos cuadrados ➤ Ajuste aceptable: 0.99 ➤ Cantidad de estándares: 05 | |



| ENSAYO MUESTRA 0-2 16_07_2019 11_21_29 a. m.1.DATA [Front (FID)] | | | | | | |
|--|--------------------|------------|--------------|-------------|---------------|------------|
| Index | Name | Time [Min] | Quantity [%] | Height [µV] | Area [µV.Min] | Area % [%] |
| 1 | FRUCTOSA | 2,77 | 11,78 | 11464,8 | 773,2 | 11,780 |
| 2 | GLUCOSA | 5,52 | 4,23 | 4769,9 | 277,3 | 4,225 |
| 3 | SACAROSA | 17,06 | 15,85 | 30519,9 | 1040,1 | 15,845 |
| 4 | ESTANDAR SUCARLOSA | 17,92 | 68,15 | 70455,4 | 4473,3 | 68,150 |
| Total | | | 100,00 | 117210,0 | 6583,9 | 100,000 |

Figura 7. Cromatografía de gases del residuo de hojas de piña, Fuente: Laboratorio de Análisis instrumental y físico químico aval químico S.A.S

Tabla 15. Datos para obtener el porcentaje de rendimiento del carbón activado

| Experimento | peso muestra (g) | peso del papel filtro (g) | Peso del papel filtro + muestra (g) | Porcentaje (%) de Rendimiento de carbón activado |
|-------------|------------------|---------------------------|-------------------------------------|--|
| 1 | 4,18 | 0,73 | 2,73 | 47,89 |
| 2 | 4,05 | 0,73 | 2,84 | 52,12 |
| 3 | 4,09 | 0,74 | 2,92 | 53,35 |
| 4 | 4,04 | 0,73 | 2,94 | 54,82 |
| 5 | 3,96 | 0,74 | 2,35 | 40,33 |
| 6 | 5,07 | 0,72 | 3,11 | 47,15 |
| 7 | 4,05 | 0,72 | 2,67 | 48,11 |
| 8 | 4,01 | 0,73 | 2,75 | 50,52 |



Tabla 16. Analisis estadístico: prueba t para media de dos muestras emparejadas

| | Variable 1 (500°C) | Variable 2 (600°C) |
|--|-------------------------------|-------------------------------|
| Media | 52,0450 | 46,5275 |
| Varianza | 8,8911 | 19,0803 |
| Observaciones | 4,0000 | 4,0000 |
| Coefficiente de correlación de Pearson | 0,9966 | |
| Diferencia hipotética de las medias | 0,0000 | |
| Grados de libertad | 3,0000 | |
| Estadístico t | 7,7829 | |
| P(T<=t) una cola | 0,0022 | |
| Valor crítico de t (una cola) | 2,3534 | |
| P(T<=t) dos colas | 0,0044 | |
| Valor crítico de t (dos colas) | 3,1824 | |

Tabla 17. Datos adicionales de la prueba de adsorción de plomo

| Carbones | SEÑAL Abs | RSD % | Z_{score} |
|-----------------|----------------------|------------------|--------------------------|
| 1 | 0,01 | 4,20 | 1,51 |
| 2 | 0,04 | 2,80 | -0,72 |
| 3 | 0,03 | 2,70 | 0,26 |
| 4 | 0,05 | 0,95 | -1,06 |
| 5 | 0,01 | 4,70 | 1,66 |
| 6 | 0,05 | 2,25 | -0,21 |
| 7 | 0,06 | 3,70 | -1,01 |
| 8 | 0,05 | 1,25 | -0,43 |

Tabla 18. Datos adicionales de la prueba de adsorción de Cadmio

| Carbones | SEÑAL Abs | RSD % | Z_{score} |
|-----------------|----------------------|------------------|--------------------------|
| 1 | 252,70 | 4,91 | 1,70 |
| 2 | 3920,30 | 2,14 | -0,33 |
| 3 | 4873,55 | 1,98 | -0,86 |
| 4 | 4252,90 | 3,20 | -0,51 |
| 5 | 2187,55 | 4,23 | 0,92 |
| 6 | 21778,35 | 2,94 | -1,7 |
| 7 | 6620,40 | 2,25 | 0,33 |
| 8 | 5724,30 | 1,17 | 0,44 |



Tabla 19. curva de calibración del plomo

| ID MUESTRA | SEÑAL ABS | RSD % | CONCENTRACION (mg/L) |
|------------|-----------|-------|----------------------|
| BLANCO | 0,001 | 28,7 | 0 |
| ESTANDAR 1 | 0,026 | 1,1 | 0,5 |
| ESTANDAR 2 | 0,157 | 0,5 | 3 |
| ESTANDAR 3 | 0,253 | 0,3 | 5 |
| ESTANDAR 4 | 0,348 | 0,1 | 7 |
| ESTANDAR 5 | 0,492 | 0,3 | 10 |

Tabla 20. Curva de calibración del cadmio

| ID MUESTRA | SEÑAL INTENSIDAD | RSD % | CONCENTRACION (µg/L) |
|------------|------------------|-------|----------------------|
| 1 | 420,72 | 61 | 50 |
| 2 | 2007,03 | 5 | 500 |
| 3 | 12078,14 | 0,61 | 3000 |
| 4 | 20240,14 | 0,26 | 5000 |

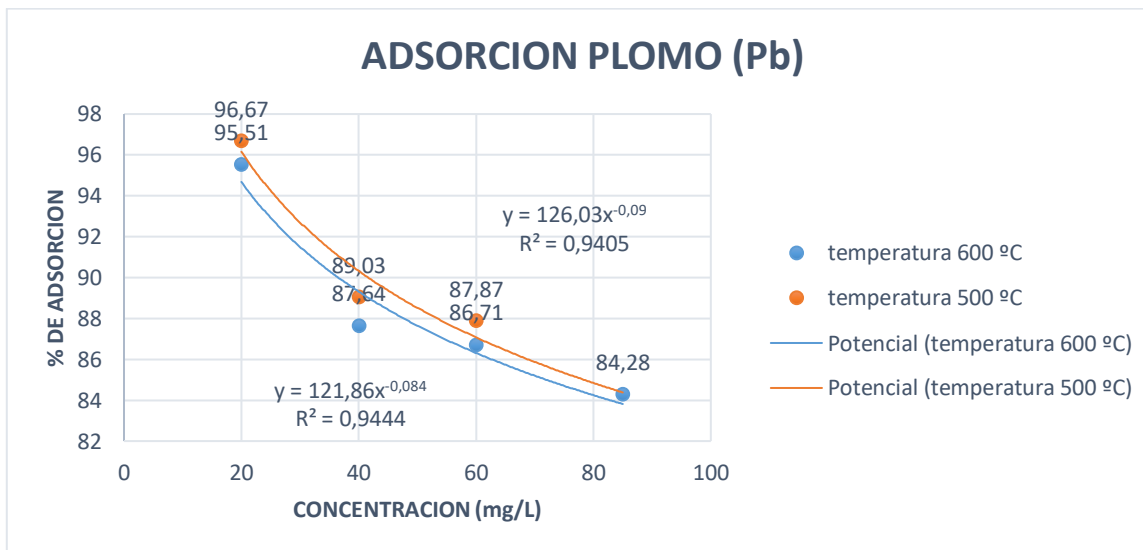


Figura 8. Adsorción de los carbones obtenidos expresados en la tabla 6 para la solución de plomo (10 ppm) masa 200 mg; tiempo de contacto de 180 minutos; temperatura ambiente fuente: elaboración propia.

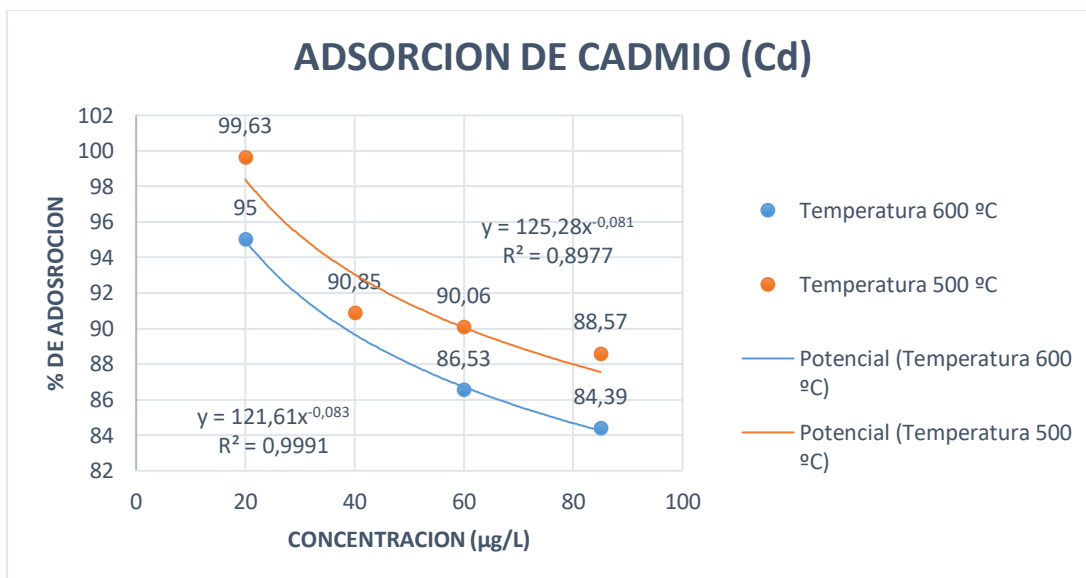


Figura 9. Adsorción de los carbones obtenidos expresados en la tabla 7 para la solución de cadmio (10 ppm) masa 200 mg; tiempo de contacto de 180 minutos; temperatura ambiente fuente: elaboración propia.

Tabla 21. Datos adicionales del isoterma de adsorción de plomo

| Concentración real de las soluciones de plomo (mg/L) | SEÑAL ABS | RSD % |
|--|-----------|-------|
| 10,018 | 0,051 | 0,1 |
| 17,389 | 0,08 | 1 |
| 28,650 | 0,14 | 0,5 |
| 38,118 | 0,158 | 0,3 |
| 51,415 | 0,231 | 0,6 |

Tabla 22. Datos para la elaboración del isoterma de desorción

| Carbones | SEÑAL ABS | RSD % | Concentración (mg/L) | Concentración corregida (mg/L) |
|-----------|-----------|-------|----------------------|--------------------------------|
| Pb blanco | 0,002 | 9,3 | -0,0428 | |
| 10 | 0,003 | 56,7 | -0,0224 | 0,0204 |
| 20 | 0,0035 | 22,9 | -0,0122 | 0,0305 |
| 30 | 0,004 | 20,4 | -0,0020 | 0,0407 |
| 40 | 0,005 | 15,3 | 0,0183 | 0,0611 |
| 50 | 0,006 | 7,2 | 0,0387 | 0,0815 |