

**EVALUACIÓN DE LA CAPACIDAD DE ADSORCIÓN DE LA CENIZA DE
CASCARILLA DE ARROZ PARA LA REMOCIÓN DE IONES Cr EN
EFLUENTES RESIDUALES DE LA INDUSTRIA DE CURTIEMBRE**

**YANSY MILENA RODRÍGUEZ BERNAL
LIZBETH PAOLA SALINAS HERREÑO**



**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERIAS FÍSICOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA
2010**

**EVALUACIÓN DE LA CAPACIDAD DE ADSORCIÓN DE LA CENIZA DE
CASCARILLA DE ARROZ PARA LA REMOCIÓN DE IONES Cr EN
EFLUENTES RESIDUALES DE LA INDUSTRIA DE CURTIEMBRE**

**YANSY MILENA RODRÍGUEZ BERNAL
LIZBETH PAOLA SALINAS HERREÑO**

**Trabajo de Grado presentado como requisito para optar al título de
Ingenieros Químicos**

Director de proyecto

CARLOS ALBERTO RÍOS REYES

Geólogo PhD.

Codirector de proyecto

LUZ YOLANDA VARGAS FIALLO

Química Msc.

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERIAS FÍSICOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA**

2010

*A Dios, por darme la fortaleza y levantarme ante las dificultades de la vida
A mi mamita Ludy Esperanza Bernal por ser mi modelo y creer en mí.
A mi papi Joselin Rodríguez por enseñarme a luchar en la vida,
A mis hermanas Yerly Rodríguez por apoyarme siempre y
Yeimy Rodríguez por ser mi fiel consejera
A mis sobrinitas porque se convirtieron en un motivo más para vivir
A mi abuelita Carmen por ser mi segunda mamá
A mis profesores por ser la guía en el proceso de mi aprendizaje
Y a todos mis familiares y amigos que de una
u otra forma contribuyeron en el proceso
que requiere llegar a este triunfo.*

Yansy Milena Rodríguez B

A Dios que con su infinita misericordia guió mis pasos hasta alcanzar esta meta
A mis padres Myriam Herreño y José Isaias Salinas, por su amor y apoyo
incondicional
A mi Hermana Sindy, por ser mi amiga y consejera
A mis tías Dorita y Elizabeth, por brindarme su ayuda cuando más lo necesitaba
A mi prima Angela, por su cariño, comprensión y compañía
A mis profesores, por compartirme sus conocimientos y formarme íntegramente
y demás familiares, por estar a mi lado en este proceso.

Lizbeth Paola Salinas H

AGRADECIMIENTOS

Estos agradecimientos están dirigidos a aquellas personas que de una u otra manera hicieron posible la realización de este proyecto:

Carlos Alberto Ríos Reyes y Luz Yolanda Vargas Fiallo por haber creído en nosotras y brindarnos la oportunidad de realizar nuestro proyecto de grado con su apoyo permanente.

Profesor Gustavo Neira, Profesor Antonio Henao, Profesor Alexander Quitian, Arley Villamizar, Ederson Jaimes, Carolina Cuchimaque, Ambrosio, Eduardo y Wilson por su valiosa colaboración en las diversas actividades desarrolladas en pro del éxito de esta tesis.

Don Saul Delgado por su atención y ayuda, brindándonos el agua de la curtiembre.

A sarita, tina, nata, doña Isabel, doña Carmen, Doña Alba, Vanessa, Fabian, Don Edgar, Doña Teresa, Yami, Jennifer, Vitoco, Odacyr, Carito, Liliam, Luz Mary, Omitar, Mao, Nacho, DJ joeseth, Duvancito, Leidy A, Gustavo, Constancita, Jose Cardenas, Helena, Marcos, Don Jaime, Profesor Carlos Uriel, Carlos Eduardo, Edgar Sánchez, Don Ariel y a quienes se nos escapan y creen que deben estar por que de una u otra manera colaboraron en el éxito de este proyecto.

TABLA DE CONTENIDO

	PÁG.
INTRODUCCIÓN	16
1. MARCO DE REFERENCIA	18
1.1 MARCO DE ANTECEDENTES	18
1.2 MARCO TEÓRICO	19
2. PARTE EXPERIMENTAL	23
2.1 MATERIAL DE PARTIDA Y ACTIVACIÓN	23
2.1.1 Ceniza De Cascarilla De Arroz	23
2.1.2 Activación Con Ácido Fosfórico	23
2.1.3 Activación Con Hidróxido De Sodio	24
2.2 CARACTERIZACIÓN FISICOQUÍMICA	26
2.2.1. Microscopía Electrónica de Barrido	26
2.2.2 Difracción de Rayos X (DRX)	26
2.2.3 Espectroscopia Infrarroja Por Transformada De Fourier (FTIR)	27
2.3 ENSAYOS DE ADSORCIÓN	27
3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	29
3.1 PREPARACIÓN DEL ADSORBENTE:	29
3.1.1 Activación De La Cascarilla De Arroz Con Acido Fosfórico	29
3.1.2 Activación De La Cascarilla De Arroz Con Hidróxido De Sodio	29
3.2 CARACTERIZACIÓN FISICOQUÍMICA	30
3.2.1 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)	30
3.2.2 Difracción de Rayos X (DRX)	31
3.2.3 Espectroscopia Infrarroja Por Transformada De Fourier (FTIR)	32
3.3 RETENCION DE CROMO	35

3.4. DETERMINACIÓN DE LA EFICIENCIA DE LOS ADSORBENTES EN LA RETENCIÓN DE CROMO	38
3.5 MEDIDAS DE pH	39
4. CONCLUSIONES	42
5. RECOMENDACIONES	43
BIBLIOGRAFÍA	44
ANEXO	48
ANEXO A: INFORMACIÓN GENERAL DE LA ACTIVACIÓN CON HIDROXIDO DE SODIO	48

LISTA DE FIGURAS

	PÁG.
FIGURA 1: Activación de la cascarilla de arroz con H ₃ PO ₄	24
FIGURA 2: Activación de la cascarilla de arroz con NaOH	25
FIGURA 3. Imágenes de MEB de la cascarilla de arroz origina	31
FIGURA 4. Perfiles de difracción de rayos X	32
FIGURA 5: FTIR de la CA	33
FIGURA 6: FTIR de la CCA	33
FIGURA 7: FTIR de la CA activada con H ₃ PO ₄	34
FIGURA 8: FTIR de la CCA activada con NaOH	34
FIGURA 9. Cromo removido por CCA y CA activada con H ₃ PO ₄ en función del tiempo de adsorción	36
FIGURA 10. Cromo removido por CCA activada con NaOH en función del tiempo de adsorción	37
FIGURA 11. Condiciones de pH para CCA y CA activada con H ₃ PO ₄	40
FIGURA 12. Condiciones de pH para CAC activada con NaOH	40

LISTA DE TABLAS

	PÁG.
TABLA 1: CANTIDAD DE CROMO REMOVIDO EN LAS MUESTRAS TRATADAS CON 0,25, 0,5 Y 1 G DE ADSORBENTE CCA Y CA ACTIVADA CON H ₃ PO ₄ .	35
TABLA 2: CANTIDAD DE CROMO REMOVIDO EN LAS MUESTRAS TRATADAS CON 0,25, 0,5 Y 1 G DE ADSORBENTE CCA ACTIVADA CON NAOH.	37
TABLA 3: CONDICIONES DE PH DE CCA Y CA ACTIVADA CON H ₃ PO ₄	39
TABLA 4: CONDICIONES DE PH DE CCA ACTIVADA CON NAOH	40

RESUMEN

TITULO: EVALUACIÓN DE LA CAPACIDAD DE ADSORCIÓN DE LA CENIZA DE CASCARILLA DE ARROZ PARA LA REMOCIÓN DE IONES Cr EN EFLUENTES RESIDUALES DE LA INDUSTRIA DE CURTIEMBRE*

AUTORES: Rodríguez, Yansy Milena y Salinas, Lizbeth Paola**

PALABRAS CLAVE: Adsorción, curtiembre, cromo, cascarilla de arroz.

Este trabajo busca una alternativa para remover cromo presente en las aguas resultantes de la curtición, debido a su alta toxicidad en la salud y a nivel ambiental, para esto se usó un residuo de la industria arrocera como es la cascarilla, la cual se evaluó como ceniza y carbón activado con ácido fosfórico e hidróxido de sodio como agentes activantes. La parte experimental consta de calcinación de la cascarilla, activación química, caracterización, pruebas de adsorción y absorción atómica; obteniendo mejores resultados el adsorbente activado con hidróxido de sodio.

Inicialmente se evaluó la ceniza de cascarilla de arroz cuya remoción fue de 49%, haciendo necesario modificar la estructura de la cascarilla de arroz mediante agentes químicos (ácido fosfórico e hidróxido de sodio) y térmicos que eliminaran volátiles, agua y carbón, permitiendo que la concentración de sílice en el material fuese mayor. Debido a que la sílice es la que le confiere la capacidad de adsorber metales al material, se realizaron pruebas de caracterización para cuantificar el porcentaje de sílice y su estructura amorfa, estas fueron la difracción de rayos X (DRX) y el espectro de infrarrojo (FTIR). Por otra parte, se realizó microscopia electrónica de barrido para conocer la morfología del material de partida.

En el desarrollo de la activación de la cascarilla con NaOH se requirieron una serie de experimentos para determinar las mejores condiciones de operación en el proceso de obtención del carbón activado. Se obtuvo una mayor remoción en el carbón que se activo a una temperatura de 600°C, un tiempo de activación de 30 minutos y una concentración de la solución de 1% p/p; la remoción fue del 72,8% comparado con la ceniza activada con H₃PO₄ que fue del 54,5% y la ceniza de cascarilla de arroz 49,2%.

* Proyecto de Grado para optar al título de Ingenieros Químicos. Modalidad Investigación

** Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela Ingeniería Química Director: PhD. Carlos Alberto Ríos Reyes Codirector: Msc Luz Yolanda Vargas Fiallo

ABSTRACT

TITLE: EVALUATION OF THE CAPACITY OF ADSORPTION OF THE RICE HUSK ASH FOR THE REMOVAL OF CHROMIUM IONS FROM TANNERY INDUSTRY RESIDUAL EFFLUENTS*

AUTHORS: Rodríguez, Yansy Milena y Salinas, Lizbeth Paola**

KEY WORDS: Adsorption, tannery, chromium, rice husk ash

This work evaluates an alternative to remove chromium from tannery industry residual effluents due to its high toxicity in the health and to environmental concern. For this, we use an agroindustrial waste such as rice husk, which was evaluated as ash and activated coal with phosphoric acid and sodium hydroxide as activating agents. The experimental procedure consists of calcination of the rice husk, chemical activation, characterization, adsorption tests and atomic absorption. The adsorbent material obtained using sodium hydroxide as activating agent produced the best results.

Initially, we evaluated the rice husk ash whose removal was 49%, making it necessary to modify the structure of this agroindustrial waste by chemical agents (phosphoric acid and sodium hydroxide) and heat to eliminate volatile, water and coal, allowing the concentration of silica in the material be greater. Because the silica is what gives it the ability to adsorb metals to material characterization, tests were performed to quantify the percentage of silica and amorphous structure, which include X-ray diffraction (XRD) and Fourier transformed infrared (FTIR) spectroscopy. On the other hand, scanning electron microscopy was used to determine the morphology of the starting material.

During the activation of the rice husk with NaOH, a series of experiments was required to determine the best operating conditions in the process of obtaining the activated carbon. A greater chromium removal was obtained with the coal activated at a temperature of 600 °C, an activation time of 30 min and a solution concentration of 1% w/w. The removal was 72.8% compared to the rice husk ash activated with H₃PO₄, which was 54.5% and rice husk ash 49.2%.

* Project of Degree to choose to the title of Chemical Engineers. Modality Investigation

** Faculty of Physicochemical Engineerings. School Chemical Engineering Director: PhD. Carlos Alberto Ríos Reyes
Joint manager: Msc Luz Yolanda Vargas Fiallo

INTRODUCCIÓN

En los procesos industriales, especialmente en las industrias químicas, de textiles, de curtiembres y otras, se generan efluentes líquidos con altas concentraciones de sustancias tóxicas. Estos efluentes deben ser tratados adecuadamente debido a su alta toxicidad, incluso en bajas concentraciones. En este sentido, diversos procesos han sido estudiados y otros aplicados para la remoción de estos contaminantes de los efluentes industriales. Dentro de los procesos utilizados, la adsorción ha sido aplicada con gran suceso en el tratamiento de efluentes líquidos contaminados.

La industria de curtiembres, como consecuencia directa de su proceso productivo, genera un conjunto de residuos sólidos y líquidos derivados de la transformación de pieles en cuero o curtido, proceso durante el cual solo el 50 % de la piel es transformada en cuero, ya que el restante 50 % es eliminado bajo forma de residuo sólido o líquido. El cuero es una materia prima fundamental en la industria de calzado, marroquinería y talabartería. En Colombia este sector económico es importante, debido a la generación de empleo y a la demanda que se tiene de artículos elaborados a partir de éste, tanto a nivel nacional e internacional. Sin embargo, el procesamiento de pieles no solo genera una gran cantidad de residuos tóxicos sino que presenta efectos negativos sobre el medio ambiente y la salud. El cromo proveniente del proceso de curtido representa aproximadamente el 24 % de la contaminación de esta industria.

La dificultad que presenta el uso de sales de cromo en el curtido es la gran cantidad de curtiende que no se fija y que permanece en los reflujos y en el barro de depuración. En el presente estudio, se prepararon materiales adsorbentes a partir de la activación de cascarilla de arroz (CA) y ceniza de cascarilla de arroz

(CCA) para la eliminación de cromo, el cual es un agente altamente tóxico que es cancerígeno, mutagénico y teratogénico para los organismos vivos¹. Una variedad de métodos han sido desarrollados para la remoción de cromo de aguas residuales, tales como adsorción, intercambio iónico, precipitación química, electro-deposición y ósmosis inversa². En consecuencia, el objetivo del presente estudio es evaluar la viabilidad de las aplicaciones de CA y CCA activadas para la eliminación de cromo a partir de un efluente de la industria de curtiembres. Con este fin, los materiales adsorbentes preparados fueron probados en una serie de experimentos de adsorción.

1. MARCO DE REFERENCIA

1.1 MARCO DE ANTECEDENTES

La cascarilla de arroz (CA) se ha estudiado como alternativa para la elaboración de adsorbentes utilizados en la remoción de metales pesados en efluentes industriales, debido al contenido de sílice que presenta y a su bajo costo, por ser esta un desecho industrial de la producción de arroz. Para favorecer la capacidad de remoción, estudios³ han basado sus investigaciones en las condiciones de los procesos de activación física y química, especialmente este último debido a la necesidad de un agente químico, que junto con la naturaleza de la cascarilla permiten obtener un carbón activado⁴ con características especiales para remover un metal específico.

También algunos de estos estudios han llevado a cabo pruebas de caracterización como Difracción de rayos X (DRX), Brunauer-Emmett-Teller (BET) y Microscopía electrónica de barrido (MEB) para observar el cambio de la estructura física y química, especialmente el cambio en el área superficial y el diámetro de poro buscando favorecer estos, para aumentar la capacidad de adsorción del material. Es por esto, que los estudios plantean básicamente para la producción del carbón las siguientes etapas: Lavado, secado, carbonizado- activación (dependiendo del agente activante), lavado y secado, para el caso en que primero se requiere carbonizar la CA es necesario un tiempo de deshidratación de la ceniza de cascarilla de arroz con el agente químico por un tiempo entre 20 – 30 min y a una temperatura de 400°C.

En cuanto a las pruebas de adsorción específicas de Cr se encuentran estudios⁵, donde se especifican las variaciones de diferentes factores del proceso, como son

el pH, la temperatura, la cantidad de adsorbente, la naturaleza del material y el tiempo necesario para obtener una mayor remoción, por lo cual para el presente estudio se van a considerar básicamente el aprovechamiento de la CA para transformarla en un material adsorbente y así establecer la capacidad de remoción de Cr de un efluente real de la industria de curtiembre.

1.2 MARCO TEÓRICO

La industria de curtiembre transforma las pieles en cueros llevando a cabo diferentes procesos, tales como: recepción y acondicionamiento del cuero, piquelado, curtido, procesos mecánicos post-curtido, secado y terminación; por tanto, esta genera contaminantes para los efluentes naturales ya que requiere de sustancias que modifiquen el pH para cada etapa⁶.

El curtido es una de las etapas críticas, desde el punto de vista productivo y ambiental, ya que requiere el uso de curtientes que pueden ser vegetales, específicamente taninos cuyo origen es natural y son biodegradables, por tanto haría su impacto ambiental menos perjudicial que los de tipo mineral, sin embargo, su uso presenta la desventaja de dar como resultado pieles de menor calidad a nivel de suavidad.

Entre los curtientes minerales más usados, está el sulfato básico de cromo, que le confiere afinidad entre la cal y la proteína del cuero; permitiendo su penetración, la cual al llevarse a cabo altera el pH provocando variaciones y produciendo una reacción entre sales de cromo y la proteína. Este proceso generalmente ocurre fuera del equilibrio químico haciendo que la fijación del cromo sea muy baja (cuarta parte de la sal adicionada), por tanto, la cantidad restante es arrastrada en el lavado de las aguas de descargue con una alta concentración de cromo.

El cromo es un metal de color blanco plateado, duro y quebradizo. Sin embargo, es relativamente suave y dúctil cuando no está tensionado o cuando está muy puro. Sus principales usos son la producción de aleaciones anticorrosivas de gran dureza y resistentes al calor y como recubrimiento para galvanizados. Este forma tres series de compuestos con otros elementos en términos de los óxidos de cromo y en la naturaleza se encuentra casi exclusivamente en forma de compuestos. Los principales compuestos que tienen interés por su prevalencia en el ambiente son los trivalentes y los hexavalentes como $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ que se usa para el cromado, la fabricación de colorantes y pigmentos, el curtido del cuero y la conservación de la madera.

Según el estado de valencia del cromo, este puede presentar un mayor o menor efecto en sistemas acuáticos y la salud humana, los efectos potenciales del cromo sobre la salud dependen de una diversidad de factores, tales como la forma química en que se presente, la cantidad, el tiempo de exposición y la forma de incorporarse al organismo (ingestión, inhalación o absorción a través de la piel). El Cr^{+3} es un nutriente esencial, necesario para el metabolismo de los azúcares, proteínas y grasas, mientras el Cr^{+6} es tóxico, cancerígeno y mutagénico, pero a concentraciones mayores el Cr^{+3} puede producir los mismos efectos biológicos⁷ del Cr^{+6} .

Es por esto que se requiere de alternativas para tratar dichos efluentes y la adsorción de metales es una de ellas, ya que se pueden obtener carbones activados que por sus características de porosidad y alta área superficial son eficientes para este tipo de aplicaciones además de un sin número de aplicaciones en medicina, construcción, aplicaciones ambientales como limpieza de derrames, recuperación de aguas subterráneas, filtración de agua y purificación del aire. Para la fabricación del carbón activado se pueden usar desechos agroindustriales como es el caso de la cascarilla de arroz.

La cascarilla de arroz es un tejido vegetal constituido por celulosa y sílice la cual le confiere la capacidad de adsorber metales, con gran variedad de características fisicoquímicas, siendo las más importantes el porcentaje de cenizas y el poder calorífico. La composición consta de carbón fijo: 16.67%, cenizas: 17.89% y volátiles 65.47%⁸. La cascarilla puede ser activada por dos métodos que buscan mejorar su actividad como adsorbente, brindándoles características y cualidades distintas; estas pueden ser: activación física o química.

La activación física inicia con la carbonización, esta debe realizarse a una baja temperatura en la que no se favorezca la grafitación. El carbón resultante se somete a temperaturas entre 800 a 1000 °C, en una atmósfera inerte o reductora, usualmente saturada con vapor de agua. En estas condiciones, y a lo largo de un cierto tiempo, algunos átomos de carbón reaccionan y se gasifican en forma de CO₂, y otros se recombinan y condensan en forma de las mencionadas placas grafiticas. Luego se realizan las operaciones de molido y cribado para obtener el tamaño de partícula deseado. Por otra parte la activación química inicia con la deshidratación de la materia prima mediante la acción de un químico, tal como ácido fosfórico, cloruro de zinc, carbonato de potasio, hidróxido de sodio e hidróxido de potasio entre otras. Posteriormente, se activa el material deshidratado a una temperatura entre 500 y 800°C, obteniéndose automáticamente la estructura porosa. El producto resultante se lava con el objeto de dejarlo tan libre como sea posible del químico utilizado, así como para recuperar y reutilizar este último. El grado de activación también puede variarse en este tipo de proceso, de acuerdo a la cantidad del químico deshidratante utilizado.

Luego de obtener el carbón activado se realizan las pruebas de adsorción que consisten en la fijación de moléculas de fluido en la superficie de un sólido, sin que haya penetración del fluido hacia el interior de este. Esta puede ser fisisorción donde las ligaduras entre el adsorbato (sustancia adsorbida) y el adsorbente son ligaduras de Van Der Waals o quimisorción donde intervienen ligaduras químicas

entre el adsorbato y el adsorbente. La adsorción tiene lugar fundamentalmente en el interior de las partículas sobre las paredes de los poros en puntos específicos y sobre esta influyen factores como: área superficial o el área disponible para la adsorción, naturaleza del adsorbato, temperatura ya que las reacciones son normalmente exotérmicas, la velocidad de adsorción y el pH, que para el cromo se presenta en un rango inferior a 5 y se vuelve insignificante cuando el pH sube de 8.

2. PARTE EXPERIMENTAL

2.1 MATERIAL DE PARTIDA Y ACTIVACIÓN

La CA utilizada en el presente estudio fue adquirida en la Arrocería La Granja, Bucaramanga (Santander). A partir de esta se prepararon tres clases de materiales adsorbentes: Ceniza de cascarilla de arroz (CCA), CA activada con H_3PO_4 y CCA activada con NaOH. A continuación se describen los métodos utilizados en el proceso de activación.

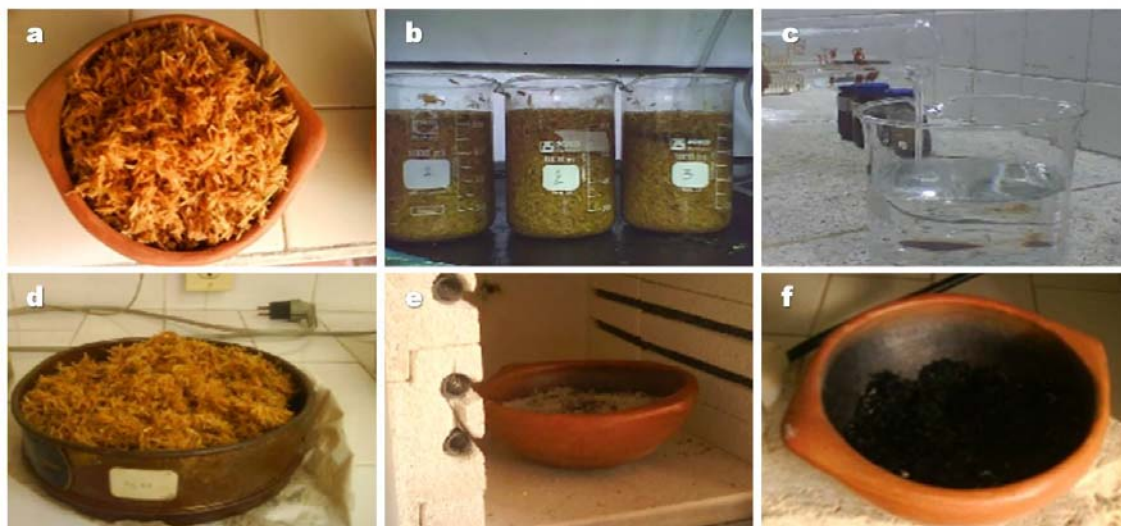
2.1.1 Ceniza De Cascarilla De Arroz

Se tomaron 80g de CA que fueron lavados con agua destilada, después se llevaron a una mufla durante dos horas, la primera hora se mantuvo la temperatura a $100^{\circ}C$ con el fin de eliminar la humedad presente en la muestra y luego fue llevada a $450^{\circ}C$ ⁹.

2.1.2 Activación Con Ácido Fosfórico

La preparación de esta muestra se llevó a cabo en dos partes: activación y calcinación. En la primera se determinó la fracción de espacios vacíos, adicionando agua a un vaso de precipitado que contenía 100g de cascarilla de arroz, hasta cubrirla. Dicha cantidad de agua es equivalente al volumen de espacios vacíos. El agente activante fue el ácido fosfórico (85%) cuya relación fue 1:5¹⁰ respecto a la cascarilla, para llevar a cabo la activación. Luego se dejó en contacto la CA con la solución de ácido fosfórico una hora, se midió el pH y por último, se realizaron varios lavados hasta obtener un pH neutro. Para la calcinación, se procedió de igual manera que en la CCA.

FIGURA 1: Activación de la cascarilla de arroz con H_3PO_4 ; a) Cascarilla de arroz. b) Determinación de espacios vacíos. c) Solución del agente activante. d) Neutralización de la muestra, e) Secado, carbonizado y activación. f) Carbón activado.



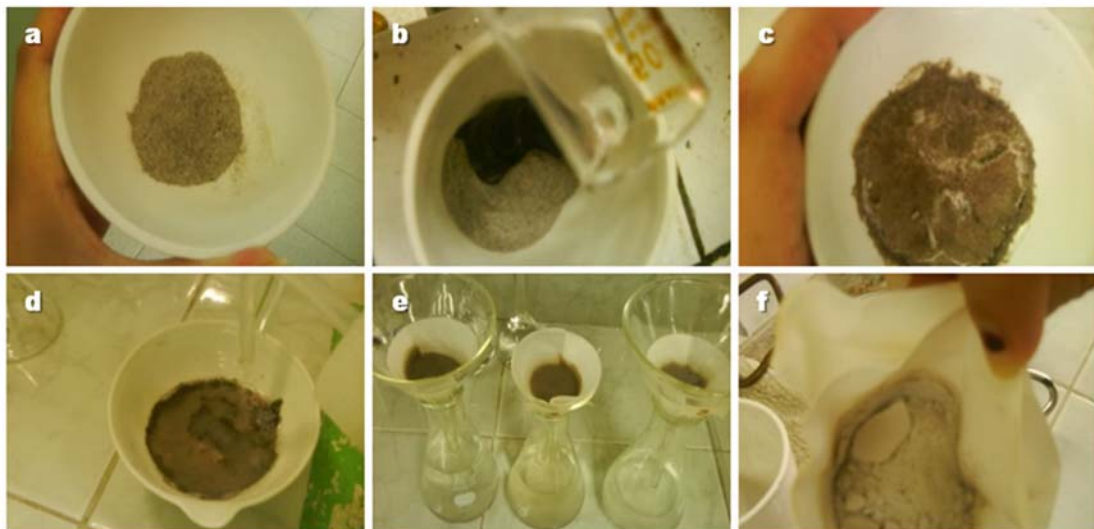
2.1.3 Activación Con Hidróxido De Sodio

Esta se realizó para mejorar la capacidad de adsorción de la cascarilla, en el proceso se varió la concentración de la solución de NaOH, el tiempo de activación y la temperatura. Las etapas para la activación de la cascarilla fueron: Lavado con agua destilada, secado a $120^{\circ}C$ durante toda la noche, luego carbonización a $400^{\circ}C$ por 4 horas. Posteriormente la ceniza se puso en contacto con soluciones de hidróxido de sodio durante 25 minutos a $400^{\circ}C$. Por último se aumentó la temperatura (activación) con una tasa de calentamiento de $15^{\circ}C$ /minuto. Se dejó enfriar la muestra, se lavó con agua destilada y se filtró para secarse a $110^{\circ}C$ por espacio de 3 horas.

Cada muestra puesta en contacto con la solución de NaOH era de 3g de CCA la cual era empapada con 10 ml de solución, inicialmente se trabajaron soluciones

de alta concentración de NaOH ya que la literatura recomendaba una relación 3:1 NaOH/ CCA¹¹, como los resultados no permitieron la obtención de la CA activada se trabajaron concentraciones bajas no mayores de 5% p/p, evaluando muestras de 0,5%, 1% y 5% con variación de tiempos de activación de 30min, 1 hora y 2 horas, a su vez la temperatura fue evaluada a 500°C, 600°C y 700°C, debido a que una temperatura menor, permitía la presencia de sustancias volátiles y una mayor la destrucción de los poros¹².

FIGURA 2: Activación de la cascarilla de arroz con NaOH; a) Ceniza de Cascarilla de arroz. b) Adición de solución de NaOH. c) Carbón activado para lavar. d) Lavado de las muestras, e) Filtración y neutralización del carbón, f) Carbón activado.



2.2 CARACTERIZACIÓN FISCOQUÍMICA

2.2.1. Microscopía Electrónica de Barrido

Este instrumento permite obtener fotografías tridimensionales por su resolución y profundidad en campo, en dichas fotografías se observa la ultraestructura de la muestra detallando sus características morfológicas y topográficas. Inicialmente la CA se observó para así obtener los parámetros específicos, luego se preparó asegurándose de que la muestra presentara fijación, deshidratación, secado y que la superficie fuese conductora. La muestra fue colocada en el portamuestras de la cámara de vacío del microscopio, en donde fue escaneada por medio de un haz de luz de electrones con el fin de determinar la morfología de la CA e identificar los cambios en esta debido a la activación con los dos agentes químicos evaluados. La toma de los datos se realizó con un Microscopio electrónico de barrido ambiental marca FEI modelo Quanta 200 del Instituto Zuliano de Investigaciones Tecnológicas (INZIT), el cual presenta un dispositivo de emisión de campo FEG (Field emission Gun). Las imágenes al MEB fueron tomadas utilizando las siguientes condiciones experimentales: magnificación = 100-6000x, distancia de trabajo (WD) = 7.0, voltaje de aceleración (HV) = 8.4 kV, tamaño del haz (spot) = 3.0, modo SE, detector LFD.

2.2.2 Difracción de Rayos X (DRX)

Las muestras de CA original y modificada fueron pulverizadas utilizando un mortero de ágata y llevadas a un tamaño de 38 μm (400 mesh). El espécimen seleccionado de la muestra fue colocado en un portamuestras de aluminio mediante la técnica de llenado lateral para hacerle el análisis mineralógico. La toma de datos de difracción se realizó en un difractómetro marca RIGAKU modelo D/MAX IIIB ubicado en el Laboratorio de Difracción de Rayos X de la Universidad Industrial de Santander. Las condiciones experimentales fueron voltaje: 40 kV,

corriente 30 mA, rendijas (slits): Ds (1.0°), RS (0,3mm) y SS (1.0°), muestreo: 1.0°, rango de medición: 2- 70° (2θ), radiación: CuKα1, monocromador: Grafito, detector: centelleo, tipo de barrido: a pasos y tiempo de muestreo: 2 seg. El análisis cualitativo de las fases presentes en la muestra se realizó mediante comparación del perfil observado con los perfiles de difracción reportados en la base de datos PDF-2 del *International Centre for Diffraction Data* (ICDD). Esta técnica de caracterización se realizó con el fin de conocer el carácter amorfo de la ceniza para garantizar esta estructura, con la presencia del pico característico de la sílice amorfa.

2.2.3 Espectroscopia Infrarroja Por Transformada De Fourier (FTIR)

Esta técnica se basa en la capacidad de absorción de la radiación infrarroja por parte de cualquier sustancia, la cual indica el tipo de enlaces y grupos funcionales presentes en ella. Para la realización de esta técnica se preparó la muestra pulverizando la cascarilla y los adsorbentes con bromuro de potasio (KBr), luego se elaboró una pastilla compacta y se colocó en un equipo infrarrojo FTIR tensor Bruker, ubicado en el Laboratorio de Instrumentación Química de la escuela de Química de la Universidad Industrial de Santander. Se realizó con el fin de conocer los enlaces y grupos funcionales del material de partida y los cambios obtenidos con los procesos de activación de los adsorbentes que favorezcan la formación de los microporos con la eliminación de algunos compuestos y el porcentaje de sílice debido a la eliminación de humedad y volátiles, permitiendo de acuerdo a los componentes presentes esperar un comportamiento en la adsorción.

2.3 ENSAYOS DE ADSORCIÓN

Se realizaron pruebas de adsorción con una solución problema (agua proveniente del proceso de curtido de una curtiembre del área metropolitana de Bucaramanga)

que presentó una concentración de cromo de 2425mg Cr/L, para 3 tipos de adsorbentes: CCA, CA activada con hidróxido de sodio y CA activada con ácido fosfórico, evaluadas bajo los mismos parámetros. Se tomó de la solución problema 50 ml para cada muestra, en ellas se varió el tiempo de agitación y la cantidad de adsorbente, manteniendo constantes la temperatura (24°C) y la velocidad de agitación (10 rpm), esto se hizo con el fin de trabajar a condiciones ambiente y no incurrir en gastos si el proceso se puede implementar .

Los tiempos empleados en la agitación fueron: 5, 10, 15, 30, 45, 60, 360, 720, 1440 minutos y las cantidades de adsorbente utilizadas fueron: 0.25, 0.50 y 1g. Posteriormente, las muestras fueron filtradas, para luego medirles el pH.

La agitación se llevó a cabo en un Shaker BIOT-S-04 (GFL), el peso del adsorbente se realizó en una balanza analítica Mettler Toledo AB204 con capacidad mínima de 10mg y capacidad máxima de 210g y la medición del pH se hizo con un pHmetro Schott Instrument. Para calcular la cantidad de cromo presente en el agua antes y después del proceso de adsorción se utilizó un espectrofotómetro de absorción atómica marca Thermo Electrón ubicado en el Laboratorio de Instrumentación Química de la escuela de Química de la Universidad Industrial de Santander.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 PREPARACIÓN DEL ADSORBENTE:

3.1.1 Activación De La Cascarilla De Arroz Con Acido Fosfórico

La cantidad de ácido fosfórico usado dependió de la medida de los espacios vacíos, ya que la solución debía tener este volumen con la concentración descrita en la parte experimental para poder activarla, la cual fue de 2400 ml para 100g de cascarilla, finalmente se obtuvo un adsorbente con un tamaño de partícula fino y color negro, dicha coloración se debe al alto contenido de carbón en la muestra.

3.1.2 Activación De La Cascarilla De Arroz Con Hidróxido De Sodio

En la activación de la cascarilla con hidróxido de sodio, las muestras trabajadas con concentraciones de 10%, 20%, 30%, 50% y 70% p/p no permitieron la formación del adsorbente, mientras que las soluciones con concentraciones de 0,5%, 1% y 5% si permitían obtener el carbón, al evaluarlas a diferentes temperaturas y tiempos de activación (ver ANEXO A) se obtuvo que las mejores condiciones del carbón para obtener mayor remoción eran: 1% p/p de la solución de NaOH, 600°C y 30 minutos de activación.

El tiempo de activación fue 30 minutos, debido a que comparado con los otros tiempos evaluados se obtuvo mayor remoción de Cr, esto se presentó porque a tiempos menores el contacto entre la CCA y el NaOH no era suficiente para favorecer la formación de los poros y a tiempos mayores estos se destruían. En cuanto a la temperatura de activación se determinó 600°C, ya que a temperaturas menores no se garantizaba la eliminación del material volátil afectando la

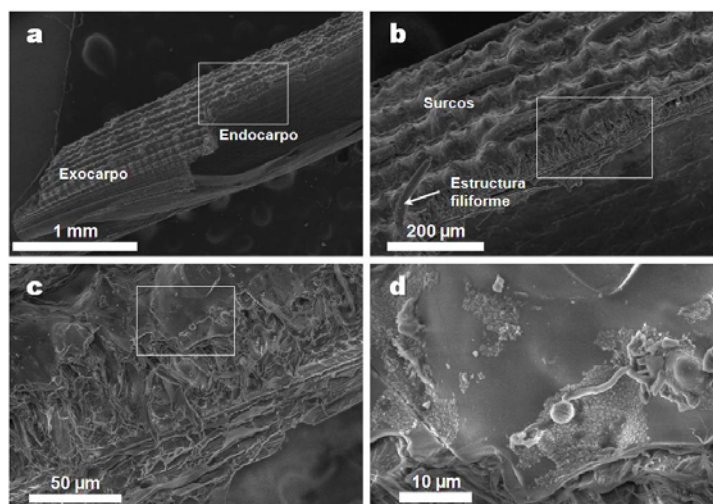
posibilidad de aumentar la porosidad del adsorbente, mientras que a temperaturas superiores se rompen enlaces disminuyendo los poros. Por último, la concentración de la solución del agente activante fue 1% p/p puesto que a valores mayores de 10% se obtuvo un gel que no presentaba las propiedades para un contacto homogéneo con el agua de curtiembre y las concentraciones de 0.5% y 5% removieron menor cantidad de Cr.

3.2 CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA

3.2.1 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)

La Figura 3 ilustra fotografías tomadas con MEB de la muestra de cascarilla de arroz original utilizada en el presente estudio. En general, la superficie externa de la cascarilla de arroz, denominada exocarpo, se caracteriza por tener una estructura simétrica constituida por celdas convexas, las cuales están separadas por surcos y granos de compuestos de silicio dispersos sobre toda la superficie¹³, tal como se observa en la Figura 3a. Es posible observar también la presencia de estructuras filiformes (Figura 3b). La superficie interna (endocarpo) de la muestra de CA sin tratamiento presenta celdas cóncavas y las figuras 3c y 3d son acercamientos de esta.

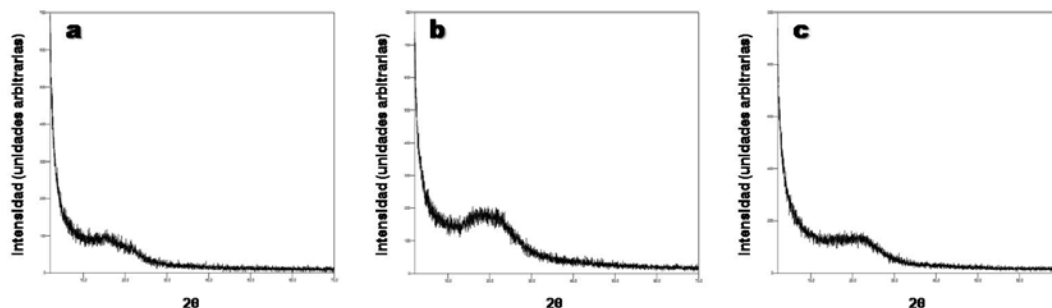
FIGURA 3. Imágenes de MEB de la cascarilla de arroz original. a) Estructura del exocarpo y endocarpo b) estructura filiforme, c) y d) acercamientos de la estructura de la CA.



3.2.2 Difracción de Rayos X (DRX)

La Figura 4a ilustra el perfil de difracción de rayos X de la CA original, el cual presenta una banda amorfa en la región de 2θ entre 12 y 35° relacionada con el estado amorfo de la sílice obtenida a partir de este residuo agroindustrial, tal como lo reportan en la literatura diferentes autores¹⁴ la mayoría de los cuales han demostrado que este residuo agroindustrial es una excelente materia prima para la obtención de sílice amorfa. Las figuras 4b y 4c muestran los perfiles de DRX de los materiales adsorbentes utilizados en las pruebas de adsorción. Estos presentan al igual que la CA original una banda amorfa en un rango de 2θ similar (10 - 35° y 10 - 30°).

FIGURA 4. Perfiles de difracción de rayos X de a) CA original, b) CAC, c) CA activada con H₃PO₄.



3.2.3 Espectroscopia Infrarroja Por Transformada De Fourier (FTIR)

La figura 5 muestra un espectro FTIR para la CA, donde se observan bandas de absorción características para los grupos funcionales de compuestos orgánicos como: la banda en 3413.62 cm^{-1} correspondiente al OH que es consecuencia de la presencia de agua, así mismo las bandas 2922.67 cm^{-1} ; 2125.34 cm^{-1} ; 1643.54 cm^{-1} y 1376.47 cm^{-1} que son características de C=O, C=C y C-H presentes en materiales orgánicos tales como la celulosa, hemicelulosa y lignina¹⁵. Por otra parte, en 1087.87 cm^{-1} aparece el grupo funcional Si-O perteneciente al contenido de sílice presente en la muestra. En la figura 6 se observa el espectro FTIR para la CAC, las bandas mejor marcadas son las correspondientes al agua y a la sílice aunque con una menor intensidad, esto debido a que el agua se evaporó en el proceso de calcinación.

Las figuras 7 y 8 representan el espectro infrarrojo para la CA activada con H₃PO₄ y CAC activada con NaOH respectivamente, en ellas se observa que los picos más sobresalientes son el del agua y la sílice, aunque para la CAC activada con NaOH el pico correspondiente a la sílice es más intenso, lo cual le confiere mayor capacidad para adsorber.

FIGURA 5: FTIR de la CA

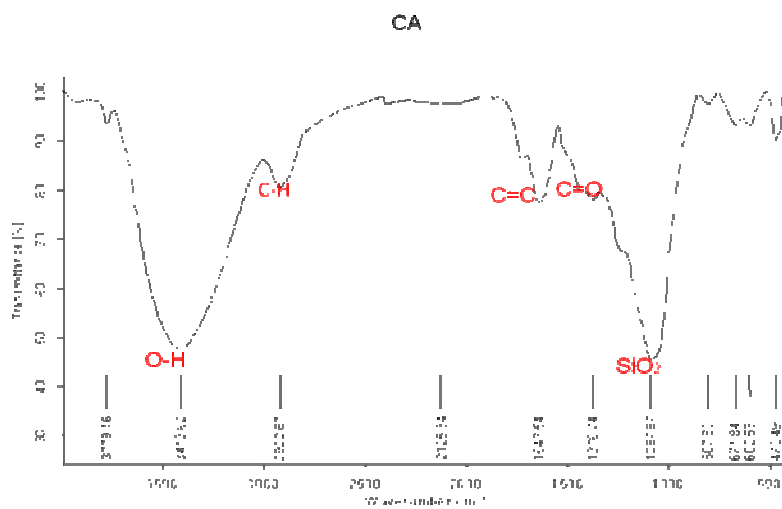


FIGURA 6: FTIR de la CCA

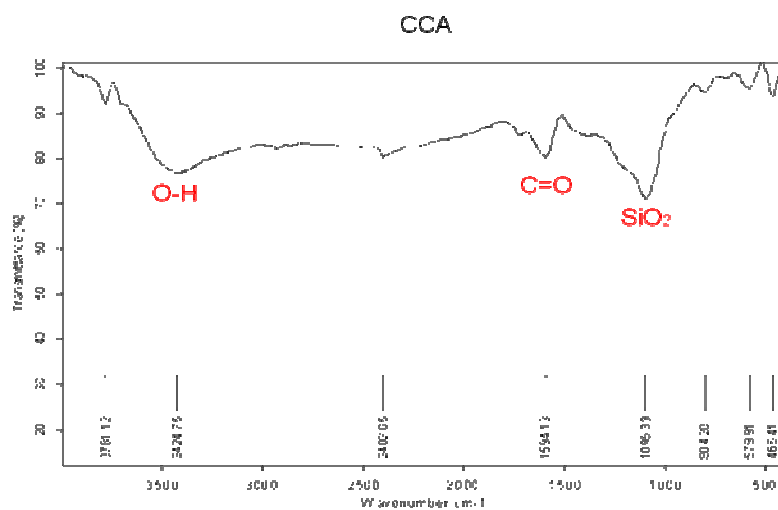


FIGURA 7: FTIR de la CA activada con H₃PO₄

CA activada con H₃PO₄

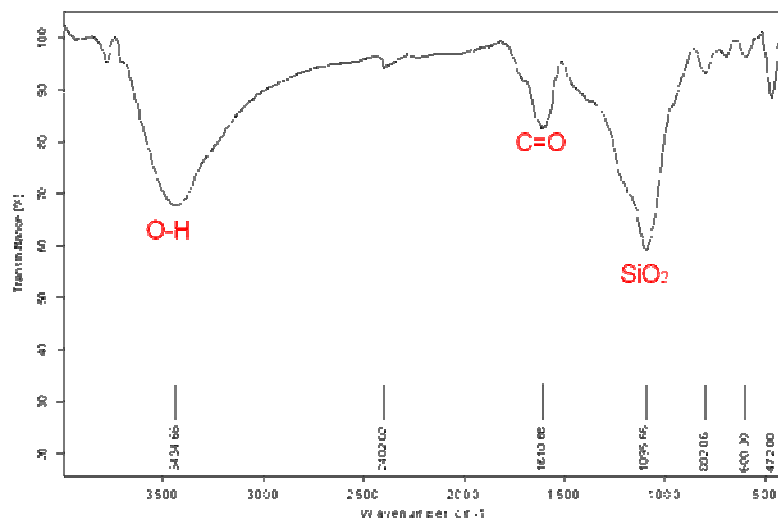
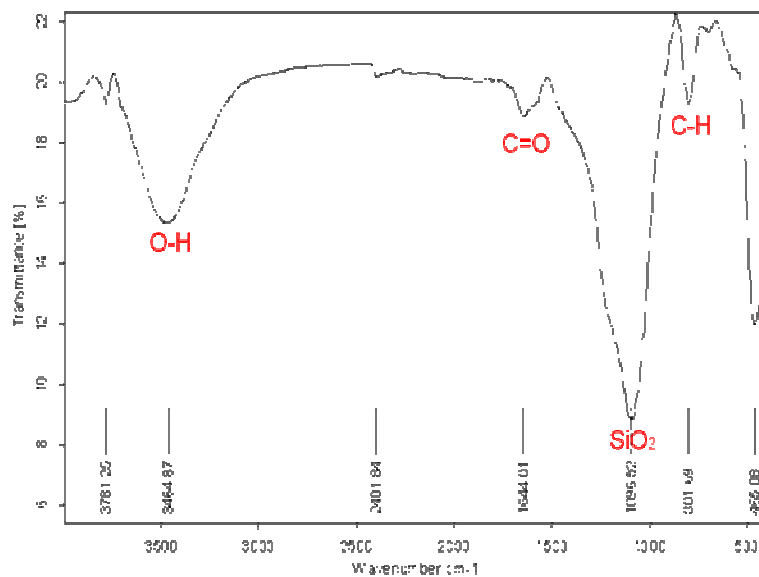


FIGURA 8: FTIR de la CCA activada con NaOH

CCA activada con NaOH



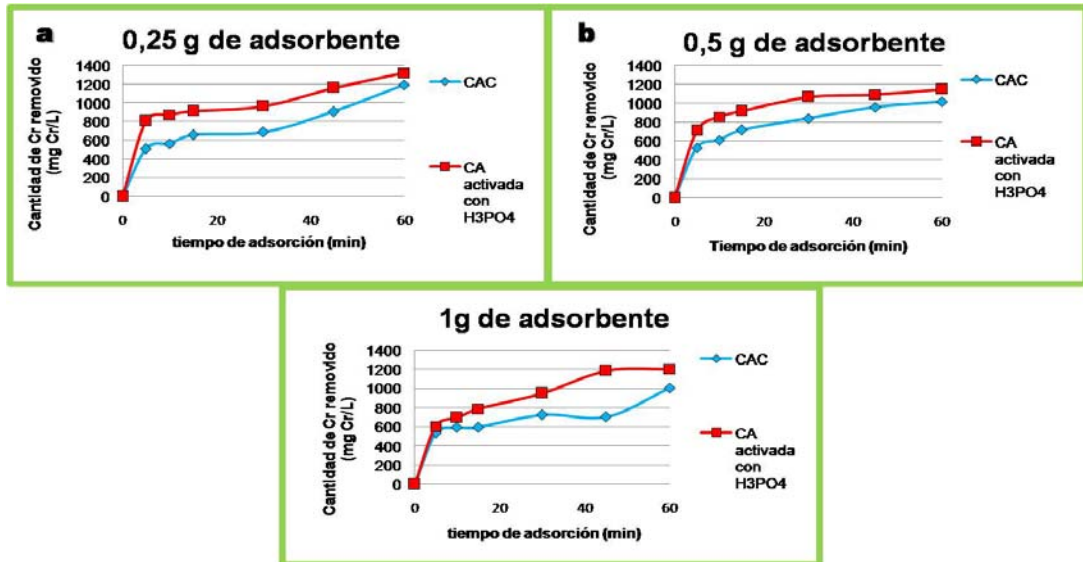
3.3 RETENCION DE CROMO

A continuación se presentan las tablas y graficas correspondientes a la cantidad de cromo retenido y su comportamiento por los adsorbentes descritos para los diferentes tiempos y cantidades de este evaluadas.

Tabla 1: Cantidad de cromo removido en las muestras tratadas con 0,25, 0,5 y 1 g de adsorbente CCA y CA activada con H₃PO₄.

Tiempo (min)	0,25g de adsorbente		0,5g de adsorbente		1g de adsorbente	
	Concentración de Cr (mg/L)		Concentración de Cr (mg/L)		concentracion de Cr (mg/L)	
	CCA	CA activada con H ₃ PO ₄	CCA	CA activada con H ₃ PO ₄	CCA	CA activada con H ₃ PO ₄
0	0	0	0	0	0	0
5	510,808	810,211	529,274	710,563	533,472	602,582
10	565,495	870,816	610,254	852,934	593,576	692,982
15	659,513	914,289	715,691	914,815	594,543	785,682
30	688,591	964,109	840,073	1062,884	724,931	948,832
45	907,504	1157,858	956,609	1089,893	703,303	1185,235
60	1193,489	1320,723	1017,837	1145,043	1006,648	1203,561
360	1178,982	1247,18	997,53	1106,245	1013,181	1201,684
720	1142,951	1213,136	995,503	1093,855	1021,706	1193,424
1440	1114,469	1168,154	945,329	1074,076	1028,86	1183,03

FIGURA 9. Cromo removido por CCA y CA activada con H₃PO₄ en función del tiempo de adsorción; a) 0,25 g de adsorbente, b) 0,5g de adsorbente, y c) 1g de adsorbente.



La Tabla 1 presenta los resultados de la remoción obtenida con CCA y CA activada con H₃PO₄, en esta se observa que en el primer tiempo de contacto, aumenta la remoción con el aumento de la dosis de la CCA, mientras que para la activada con H₃PO₄ ocurre lo contrario. Sin embargo, esto no indica que la cantidad removida sea directamente proporcional con la dosis empleada, ya que hay una cantidad de adsorbente apropiada para tratar los 50ml de agua usada en las pruebas de adsorción.

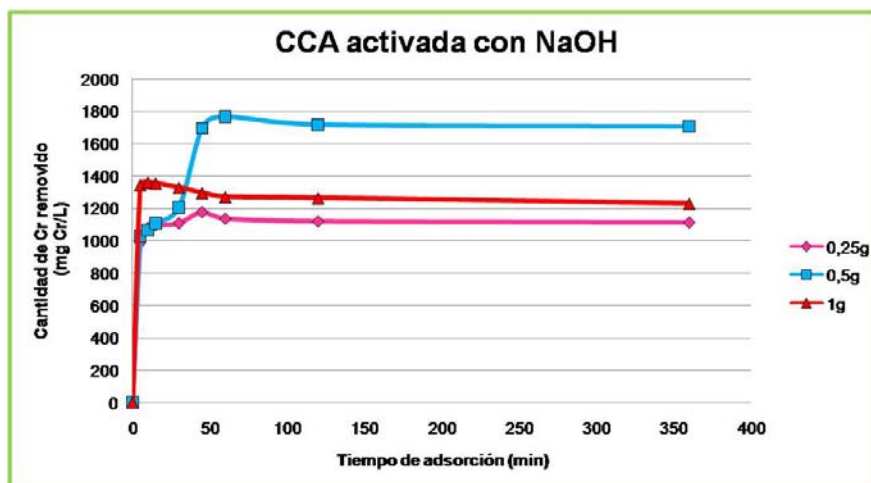
La Figura 9 muestra la cantidad de cromo removido en función del tiempo de adsorción para la CCA y la CA activada con H₃PO₄ para las tres cantidades de adsorbente evaluadas, según el comportamiento, tiempos mayores a una hora no representan un aumento considerable en la remoción, por el contrario la cantidad de cromo removida disminuye tomando un comportamiento estable, debido a que la superficie del adsorbente se satura. A su vez, se puede apreciar, que la dosis de adsorbente que remueve mayor cantidad del ion es 0.25g, aunque la dosis de 0.5g tiene el comportamiento que mejor se ajusta a la teoría. Comparando las

remociones presentadas por los materiales adsorbentes utilizados se observa que ambos presentan el mismo comportamiento con las dosis usadas, y las cantidades removidas no difieren considerablemente, por esta razón no se justifica hacer la activación con ácido fosfórico.

Tabla 2: Cantidad de cromo removido en las muestras tratadas con 0,25, 0,5 y 1 g de adsorbente CCA activada con NaOH.

Tiempo (min)	0,25g	0,5g	1g
0	0	0	0
5	989,225	1029,225	1344,857
10	1081,233	1065,682	1360,662
15	1096,32	1105,682	1355,462
30	1109,424	1204,642	1328,403
45	1178,464	1693,465	1296,291
60	1137,246	1766,169	1270,618
120	1120,444	1716,291	1263,632
360	1113,573	1705,396	1230,004

FIGURA 10. Cromo removido por CCA activada con NaOH en función del tiempo de adsorción



La Tabla 2 presenta los resultados de la remoción obtenida con CCA activada con NaOH, en esta se observa que en el primer tiempo de contacto, aumenta la remoción con el aumento de la dosis pero teniendo en cuenta el comportamiento

con el tiempo de adsorción, la cantidad de adsorbente apropiada para tratar los 50ml de agua usada en las pruebas de adsorción fue de 0.5g.

La Figura 10 muestra los resultados obtenidos con la activación de CCA con NaOH, de la cual se infiere que la mayor remoción se presenta en una hora de contacto entre el adsorbente y el agua tratada, con una dosis de 0,5g.

3.4. DETERMINACIÓN DE LA EFICIENCIA DE LOS ADSORBENTES EN LA RETENCIÓN DE CROMO

Los adsorbentes CCA, CA activada con H₃PO₄ y CCA activada con NaOH, presentaron las siguientes eficiencias.

$$EFICIENCIA DE CCA = \left(\frac{1193,489}{2425} \right) * 100 = 49.2\%$$

$$EFICIENCIA DE CA ACTIVADA CON H^3PO^4 = \left(\frac{1320,723}{2425} \right) * 100 = 54.5\%$$

$$EFICIENCIA DE CCA ACTIVADA CON NaOH = \left(\frac{1766,169}{2425} \right) * 100 = 72.8\%$$

De los respectivos cálculos se puede inferir que el mejor adsorbente es la CCA activada con NaOH el cual tiene un 23,6% más de remoción en comparación con la CCA, mientras que la CA activada con H₃PO₄ presenta un 5,3% más. Por lo tanto, la activación con NaOH proporciona mayor remoción y condiciones de activación que hacen viable el proceso.

3.5 MEDIDAS DE pH

Tabla 3: Condiciones de pH de CCA y CA activada con H₃PO₄

Tiempo (min)	CCA			CA activada con H ₃ PO ₄		
	0,25g	0,5g	1g	0,25g	0,5g	1g
0	4.199	4.199	4.199	4.199	4.199	4.199
5	4.006	4.021	4.100	3.953	3.950	3.925
10	4.025	4.016	4.094	3.953	3.943	3.918
15	4.009	4.012	4.094	3.953	3.939	3.912
30	4.008	4.012	4.096	3.958	3.942	3.912
45	4.013	4.014	4.091	3.957	3.938	3.907
60	4.032	4.012	4.094	3.955	3.940	3.909
360	4.037	4.016	4.080	3.958	3.949	3.916
720	4.015	4.030	4.074	3.961	3.937	3.921
1440	4.015	4.043	4.091	3.975	3.941	3.918

FIGURA 11. Condiciones de pH para CCA y CA activada con H₃PO₄. a) pH CCA hasta 60 min, b) pH CCA hasta 24 horas, c) pH CA activada con H₃PO₄ hasta 60 min, d) pH CA activada con H₃PO₄ hasta 24 horas.

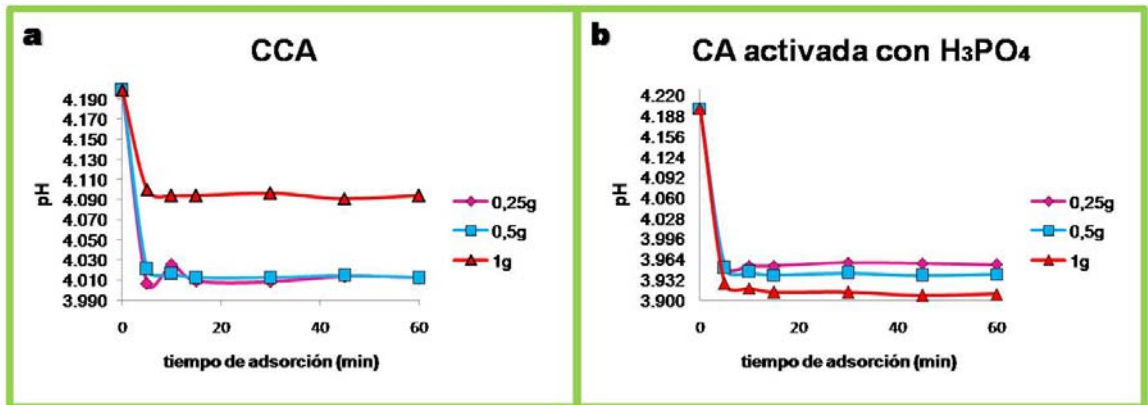
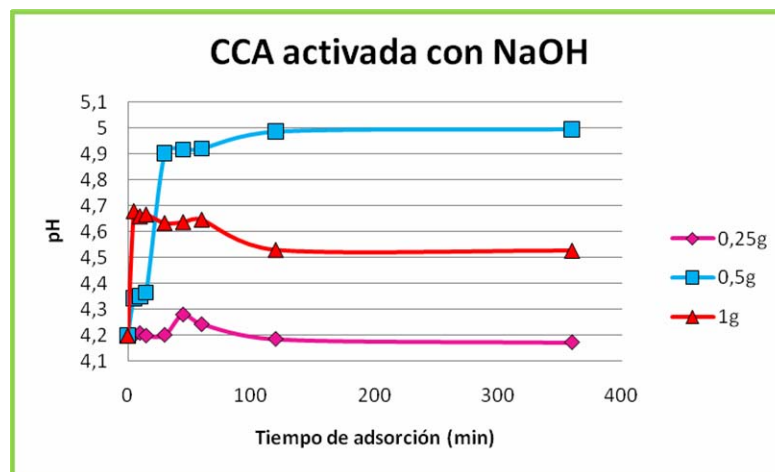


Tabla 4: Condiciones de pH de CCA activada con NaOH

tiempo (min)	0,25g	0,5g	1g
0	4,199	4,199	4,199
5	4,2	4,343	4,681
10	4,209	4,352	4,661
15	4,199	4,366	4,668
30	4,202	4,902	4,635
45	4,282	4,915	4,638
60	4,244	4,919	4,648
120	4,186	4,985	4,531
360	4,173	4,994	4,528

FIGURA 12. Condiciones de pH para CAC activada con NaOH



Las Tablas 3 y 4 presentan los resultados de las mediciones de pH de los tres adsorbentes para los diferentes tiempos de adsorción representados en las Figuras 11 y 12. Estas mediciones se hicieron para garantizar que el proceso de adsorción se llevará a cabo, de acuerdo con los rangos de pH dentro de los cuales ocurre la adsorción, que están comprendidos entre 0 y 5 aproximadamente. La grafica 11 muestra que los dos primeros adsorbentes presentan disminución del pH a diferencia de lo que se observa con el adsorbente activado con NaOH; esto debido a una mayor interacción entre la superficie y el adsorbato en solución.

4. CONCLUSIONES

Los resultados del presente estudio revelan que la CCA activada con NaOH representa el material adsorbente que muestra la mayor eficiencia en el proceso de remoción de Cr (72.8%), comparada con la obtenida con la CA activada con H_3PO_4 (54,7%).

Las condiciones optimas de activación con NaOH fueron: concentración del 1% p/p de NaOH, temperatura de activación 600°C y tiempo de activación 30 minutos.

La activación de la CCA activada con NaOH muestra que a concentraciones altas no hay formación de adsorbente ya que el exceso de la soda forma un gel que no permite un contacto homogéneo entre el adsorbente y el efluente a tratar.

5. RECOMENDACIONES

Es necesario complementar la caracterización de los materiales adsorbentes con el fin de manipular las variables experimentales de tal manera que permitan determinar entre otros aspectos el área superficial del material preparado, favoreciendo la formación de los poros del carbón activado y mejorando la capacidad de remoción.

Es recomendable extender este estudio a la evaluación de otros parámetros experimentales que pueden influir en el proceso de adsorción, tales como condiciones de agitación, pH, temperatura y afinidad del material adsorbente por el ion a remover.

BIBLIOGRAFÍA

(1) DUPONT, L. *et al.* Removal of hexavalent chromium with a lignocellulosic substrate extracted from wheat bran, *Environ. Sci. Technol.* 37 (2003) 4235–4241.

DEAN, F. *et al.* Removing heavy metals from waste water, *Environ. Sci. Technol.* 6 (1972) 518–522.

(2) Gupta, V. *et al.* Removal of cadmium and nickel from wastewater using bagasse fly ash—a sugar industry waste, *Water Res.* 37 (2003) 4038–4044.

RENGARAJ, S. *et al.* Kinetics of removal of chromium from water and electronic process wastewater by ion exchange resins: 1200H, 1500H and IRN97H, *J. Hazard. Mater.* 102 (2003) 257–275.

(3) BORKOTOKY, Shasanka Sekhar, B.E. (Chemical). Activated Carbon from rice husk. Visveswaraya Technological University. 2009.

(4) YUPENG, Guo, *et al.* Adsorption of Cr (VI) on micro- and mesoporous rice husk-based active carbón. Department of Chemistry, Jilin University, Changchun 130023, China. 2002.

YUPENG, Guo, *et al.* The preparation and mechanism studies of rice husk based porous carbon. Department of Chemistry, Jilin University. China. 2001

YUPENG, Guo, *et al.* Use of rice husk-based porous carbon for adsorption of Rhodamine B from aqueous solutions. Department of Chemistry, Jilin University. China. 2004.

(5) SURESH, Gupta y B.V. Babu. Removal of toxic metal Cr(VI) from aqueous solutions using sawdust as adsorbent: Equilibrium, kinetics and regeneration studies. Chemical Engineering Department, Birla Institute of Technology and Science (BITS). India. 2009.

(6) TAPIA SANHUEZA, Jaime. Fuentes de contaminación por cromo. [En línea]. (2007). [consultado 15 Noviembre 2009]. Disponible en http://www.laseguridad.ws/consejo/consejo/html/memorias/Memorias_Complementarias_Congreso_39/archivos/trabajos/ambiente/ProduccionmaslimpiaArrozDiana.pdf

Informe técnico sobre la minimización de residuos en una curtiembre: el proceso de curtido y la generación de residuos.

(7) DOMENECH, Xavier. Química Ambiental de Sistemas Terrestres. Editorial Revertè. Barcelona. 2006. Pàg. 48 y 49.

(8) VALVERDE, Agustín. Análisis comparativo de las características fisicoquímicas de la cascarilla de arroz. Universidad Tecnológica de Pereira. 2007.

(9) y (10) FIERRO, V. et. Al. Rice straw as precursor of activated carbons: Activation with phosphoric acid. Journal of Hazardous Materials, 2009 .

Producción de carbones activados [en línea]. (2007). [Consultado 24 Octubre 2009] Disponible en <http://www.oviedo.es/personales/carbon/cactivo/impqcatex.htm>.

(11) NARSI, Ram Bishnoi, et. al. Adsorption of Cr (VI) on activated rice husk carbón and activated alumina. Department of Environmental Sciences and Engineering, Guru Jambheshwar University, Hisar 125001, Haryana, India. 2003.

DIMITRIOS Kalderis, *et. al.* Production of activated carbon from bagasse and rice husk by a single-stage chemical activation method at low retention times. Department of Environmental Engineering, Technical University of Crete. Grecia. 2008.

(12) MANJEET, Bansala, *et. al.* Removal of Cr (VI) from aqueous solutions using pre-consumer processing agricultural waste: A case study of rice husk. University of Science and Technology. India.2008.

CHUAH, T.G. ,*et. al.* Rice husk as a potentially low-cost biosorbent for heavy metal and dye removal: an overview. Department of Chemical and Environmental Engineering. Malaysia.2004

N. Yalc in, V. Sevinc. Studies on silica obtained from rice husk. Sakarya University, Arts and Sciences Faculty, Chemistry Department, Serdivan, 54180 Sakarya, Turkey.2000.

(13) ARCOS, C.A., PINTO, D.M., RODRÍGUEZ, J.E. (2007). La cascarilla de arroz como fuente de SiO₂. Rev. Fac. Ing. Univ. Antioquia. N.o 41. pp. 7-20.

(14) Grupo de investigación para la utilización de Cascara de Arroz (GICA), Benigno L. Labrada Vázquez, Aramis Fernández Rodríguez y otros.

MCCABE, Warren; SMITH, Julian y HARRIOT, Peter . Operaciones Unitarias en Ingeniería Química. Cuarta Edición. 1995.Pag. 797-800

PICKERING, William. Química Analítica Moderna. España. Editorial Reverte S.A. 1980. Pag 332-343.

TREYBAL, Robert. Operaciones de Transferencia de Masa. Segunda Edición. Pag 625-629

WEBER, Walter J. Control de la calidad del agua: Procesos físicoquímicos. España. Editorial Reverté, S.A. 2003. pág 159-165

(15) CARDONA, Brenda. Obtencion y caracterización de carburo y nitruro de silicio a partir de cascarilla de arroz. Universidad Autonoma de Puebla.2009.

ANEXO

ANEXO A: INFORMACIÓN GENERAL DE LA ACTIVACIÓN CON HIDROXIDO DE SODIO

Inicialmente la cascarilla se lavó, filtró y se pesó para determinar el porcentaje de humedad luego del secado, el cual fue 69,18. Posteriormente se sometió a carbonización obteniéndose un porcentaje del carbonizado del 81,55%. Después se realizó la activación variando la concentración, tiempo de activación y temperatura de activación, cuyas condiciones y resultados se muestran en la siguiente tabla.

Tabla 1. Condiciones y resultados de CCA activada con NaOH

Cantidad de Agua curtiembre (ml)	Cantidad de NaOH usado (ml)	Concentración de NaOH (%p/p)	Tiempo de Activación (min)	Temperatura de Activación (°C)	Tiempo de adsorción (min)	Concentración de Cr (ppm)
50	10	1	30	500	10	855,935
					30	1025,102
					60	1168,23
50	10	1	30	700	10	809,55
					30	948,725
					60	1129,78
50	15	5	30	700	10	953,394
					30	1045,616
					60	1097,384
50	15	5	60	700	10	861,237
					30	1197,712
					60	1288,909
50	10	5	30	600	30	895,321
					60	1153,257
					120	1276,905
50	10	1	10	600	30	986,554
					60	1238,567
					120	1383,307
50	10	5	10	600	30	993,557
					60	1256,961
					120	1345,678
50	10	1	600	20	30	982,227
					60	1215,332
					120	1328,562
50	10	5	600	20	30	965,322
					60	1038,654
					120	1232,456

50	10	0.5	600	30	30	957,345
					60	1234,546
					120	1287,543
50	10	1	600	30	30	<u>1204,642</u>
					60	<u>1693,465</u>
					120	<u>1766,169</u>
50	10	5	600	30	30	858,987
					60	956,765
					120	1038,439
50	10	0.5	600	60	60	803,567
					120	1056,237
					120	1365,238
50	10	1	600	60	60	876,983
					120	1067,424
					120	1289,67
50	10	5	600	60	60	945,329
					120	1054,53
					120	1118,292