

Obtención de carbón activado a partir del lodo digerido de aguas residuales domésticas para la recuperación de nutrientes

Laura Vanessa Palacios Cuadrado y Camilo Esteban Rueda Torres

Trabajo de grado para optar por el título de Ingeniero Químico

Modalidad de trabajo de investigación

Director

Debora Alcida Nabarlatz

Ph.D. en Ingeniería Química

Codirector

Laura Valentina Quintero Prada

Ingeniera Química

Universidad Industrial de Santander

Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas

Escuela de Ingeniería Química

Bucaramanga

2026

Dedicatoria

A Dios, por darme la fortaleza, inteligencia y paciencia.

A mi madre, por ser ese símbolo de disciplina y esfuerzo, a mi hermana, por ser mi roomie que me apoya en cada momento y a mis abuelos, por ser un apoyo incondicional

A mi familia, por apoyarme y amarme en cada momento.

A Laura, por ser esa persona fiel que me ha acompañado en esta travesía llamada tesis.

A mis amigos que son los que están conmigo alegrándose en los momentos difíciles.

CAMILO ESTEBAN RUEDA TORRES

A Dios, por darme sabiduría, resiliencia y nunca apartarse de mi lado.

A mi padre, a mi madre, y a mis hermanas, por nunca cortar mis alas, por su apoyo incondicional y por ser un ejemplo a seguir en mi vida.

A Camilo, por convertirse en ese amigo que me acompañó durante todo este proceso.

A los amigos que permanecieron, a los que quedaron en el camino y a los que conocí en esta travesía, por todas las risas y buenos momentos que me brindaron.

A mi familia, por animarme y acompañarme aun estando a la distancia.

A mí, por nunca rendirme a pesar de todas las adversidades, por siempre levantarme en momentos de tristeza y celebrar los momentos de alegría.

LAURA VANESSA PALACIOS CUADRADO

Agradecimientos

A nuestra directora de trabajo de grado Debora Nabarlatz por ser nuestra guía y la confianza que deposito en nosotros.

A nuestra codirectora Valentina Quintero por su orientación, tiempo y paciencia durante esta travesía.

A todos los profesores que nos acompañaron en este largo camino llamado Universidad.

A Denis por ser nuestra amiga, por permanecer a nuestro lado en momentos de tristeza y alegría.

A los amigos que hicimos en el camino, gracias por sacarnos sonrisas.

Al grupo de investigación INTERFASE, por su colaboración y momentos compartidos durante las largas jornadas en guatiguará y laboratorio central.

Al grupo de investigación GIP y CICAT, por su colaboración en el momento que necesitamos realizar los análisis.

A nuestra querida alma mater UIS, por ser una institución que brinda los más altos estándares de calidad en educación.

Tabla de contenido

Introducción.....	11
1. Objetivos.....	14
1.1. Objetivo General	14
1.2. Objetivos Específicos.....	14
2. Estado del arte.....	15
3. Metodología.....	17
3.1. Caracterización del lodo digerido	18
3.1.1. Sólidos totales (ST):.....	18
3.1.2. Sólidos volátiles (SV):	18
3.1.3. Demanda química de oxígeno (DQO):.....	19
3.1.4. Contenido de nitrógeno amoniacal (NH ₄ -N) y fósforo como ortofosfatos (PO ₄ -P):	19
3.1.5. Metales pesados:	19
3.2. Deshidratación del lodo	20
3.3. Obtención de los carbones activados a partir de los lodos	20
3.4. Caracterización de los carbones activados obtenidos.....	21
3.4.1. Área superficial (BET):	21
3.4.2. Análisis próximo:	21
3.4.3. Punto cero de carga (pHpzc):	21
3.5. Pruebas de adsorción de amonio y fosfatos.....	22
4. Resultados	23
4.1. Caracterización del lodo digerido	23
4.2. Obtención de los carbones activados a partir de lodos UASB.....	25
4.3. Caracterización de los carbones activados y biochar	27
4.3.1. Área superficial.....	27
4.3.2. Análisis próximo	29
4.3.3. Punto cero de carga	32
4.4. Pruebas de adsorción de amonio y fosfatos.....	33

5. Conclusiones.....	38
6. Recomendaciones.....	39
Referencias bibliográficas.....	40
Apéndices.....	47

Lista de tablas

Tabla 1. Caracterización fisicoquímica del lodo purga del reactor UASB (PTAR Río Frío).....	23
Tabla 2. Resultados obtenidos del análisis de metales pesados	25
Tabla 3. Área BET, volumen del poro y tamaño del poro para los carbones activados con KOH	29
Tabla 4. Análisis próximo de los carbones activados obtenidos y los biochar.....	31
Tabla 5. Valores de pH _{pzc} de los carbones activados y los biochar	33

Lista de figuras

Figura 1. Esquema de las fases del proyecto	17
Figura 2. Rendimiento (%) de biochar y carbones activados obtenidos.....	26
Figura 3. Concentración de fosfatos ($\text{PO}_4\text{-P}$) (barras, eje principal) y capacidad de adsorción en el equilibrio (q_e) (Puntos, eje secundario) de biochar y carbones activados obtenidos.	35
Figura 4. Concentración de amonio ($\text{NH}_4\text{-N}$) (barras, eje principal) y capacidad de adsorción en el equilibrio (q_e) (puntos, eje secundario) de biochar y carbones activados obtenidos.	37

Lista de apéndices

Apéndice A. Protocolos de operación (RAMÍREZ, 2013).....	47
Apéndice B. Curvas TGA de los biochar y carbones activados.....	53
Apéndice C. Puntos ceros de carga para los biochar y carbones activados	54

Resumen

Título: Obtención de carbón activado a partir del lodo digerido de aguas residuales domésticas para la recuperación de nutrientes*

Autor: Laura Vanessa Palacios Cuadrado, Camilo Esteban Rueda Torres**

Palabras claves: lodo digerido, carbón activado, biochar, adsorción, recuperación de nutrientes, amonios, fosfatos.

Descripción: En este estudio se realizó un proceso de producción de biochar y carbones activados a partir de lodos digeridos de aguas residuales domésticas mediante pirólisis y activación química con hidróxido de potasio (KOH) y ácido fosfórico (H_3PO_4) a temperaturas de 500 y 600°C. Los materiales fueron caracterizados mediante análisis de área superficial BET, análisis termogravimétrico (TGA) y determinación del punto cero de carga (pHpzc), así como se evaluó su potencial para la recuperación de nutrientes mediante adsorción de amonio (NH_4^+) y fosfatos ($\text{PO}_4\text{-P}$). Los resultados mostraron que la activación con KOH favoreció el desarrollo de la estructura porosa, en la cual se alcanzó un área superficial máxima de $109 \text{ m}^2/\text{g}$ para el material obtenido a 600°C, mientras que los carbones activados con H_3PO_4 presentaron áreas superficiales de $2,0 \text{ m}^2/\text{g}$ para el obtenido a la misma temperatura. En los valores de pHpzc se evidenciaron superficies básicas para los carbones activados con KOH, ácidas para los activados con H_3PO_4 y cercanas a la neutralidad (pH 7) para los biochar sin activar, por lo que el pH superficial está relacionado a su proceso de activación y la eficiencia de lavado. Las pruebas de adsorción indicaron que el biochar activado a las dos temperaturas (500 y 600°C), presentaron la mayor capacidad de remoción de fosfatos, obteniendo valores de q_e 0,0416 mg $\text{PO}_4\text{-P/g}$, mientras que el carbón activado con KOH a 600°C mostró la mayor capacidad de adsorción de amonio (0,2577 mg $\text{NH}_4\text{-N/g}$). Estos resultados demuestran que los lodos digeridos constituyen una materia prima viable para la producción de materiales adsorbentes con potencial aplicación en la recuperación de nutrientes, permitiendo el aprovechamiento de biosólidos en estrategias de economía circular.

*Trabajo de grado

**Facultad de Ingeniería Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. Director Debora Alcida Nabarlatz. Codirector Laura Valentina Quintero Prada

Abstract

Title: *Production of Activated Carbon from Digested Domestic Wastewater Sludge for Nutrient Recovery*

Authors: Laura Vanessa Palacios Cuadrado, Camilo Esteban Rueda Torres

Keywords: digested sludge, activated carbon, biochar, adsorption, nutrient recovery, ammonium, phosphate.

Description: In this study, biochar and activated carbons were produced from digested sludge derived from domestic wastewater through pyrolysis and chemical activation using potassium hydroxide (KOH) and phosphoric acid (H_3PO_4) at temperatures of 500 and 600°C. The materials were characterized by BET surface area analysis, thermogravimetric analysis (TGA), and determination of the point of zero charge (pH_{pzc}). In addition, their potential for nutrient recovery was evaluated through the adsorption of ammonium (NH_4^+) and phosphates ($\text{PO}_4\text{-P}$). The results showed that KOH activation promoted the development of the porous structure, reaching a maximum surface area of 109 m^2/g for the material obtained at 600°C. In contrast, the activated carbons produced with H_3PO_4 showed a surface area of 2.0 m^2/g at the same temperature. The pH_{pzc} values revealed basic surfaces for the KOH-activated carbons, acidic surfaces for the H_3PO_4 -activated carbons, and values close to neutrality (pH 7) for the non-activated biochars. This indicates that the surface pH is associated with the activation process and washing efficiency. The adsorption tests indicated that the biochars obtained at both temperatures, 500 and 600°C, showed the highest phosphate removal capacity, reaching q_e values of 0.0416 mg $\text{PO}_4\text{-P}/\text{g}$. Meanwhile, the KOH-activated carbon produced at 600°C showed the highest ammonium adsorption capacity, with a value of 0.2577 mg $\text{NH}_4\text{-N}/\text{g}$. These results demonstrate that digested sludge is a viable raw material for producing adsorbent materials with potential application in nutrient recovery, enabling the use of biosolids within circular economy strategies.

*Bachelor Thesis

**Facultad de Ingeniería Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. Director Debora Alcida Nabarlatz. Codirector Laura Valentina Quintero Prada

Introducción

La transición hacia modelos de economía circular en el sector de agua potable y saneamiento básico ha cobrado especial relevancia en Colombia, en el marco de los compromisos adquiridos con los Objetivos de Desarrollo Sostenible, especialmente los ODS 6 y 12, así como con la Política Nacional de producción y consumo (Departamento nacional de planeación, 2016). Bajo esta perspectiva, los lodos resultantes del tratamiento biológico de aguas residuales domésticas, denominados biosólidos cuando cumplen criterios de estabilización, dejan de ser considerados únicamente como residuos y pueden convertirse en materias primas con potencial de valorización en diferentes cadenas productivas.

En Colombia, la generación de biosólidos derivados de los procesos de tratamiento de aguas ha experimentado un incremento sostenido, asociado con la expansión de la cobertura de saneamiento. Se estima una producción superior a 300.000 toneladas de materia seca por año (Peña, 2016). No obstante, las alternativas de disposición final, entre ellas el relleno sanitario y la aplicación agrícola, presentan limitaciones técnicas, regulatorias y de aceptación social, lo que evidencia la necesidad de explorar rutas de valorización innovadoras y ambientalmente sostenibles. En este escenario, la obtención de biochar y carbones activados a partir de lodos digeridos se presenta como una alternativa de aprovechamiento alineada con los principios de sostenibilidad y economía circular. En este sentido, la valorización de lodos digeridos mediante procesos termoquímicos como la pirólisis y la activación química constituye una ruta de interés para transformar residuos de baja utilidad en materiales funcionales con posibles aplicaciones ambientales.

Paralelamente, las corrientes derivadas del tratamiento de aguas residuales contienen nutrientes críticos, principalmente nitrógeno en forma de amonio y fósforo en forma de fosfatos, cuya presencia en efluentes es causa de eutrofización en cuerpos de agua receptores y pérdida de servicios ecosistémicos. Desde la perspectiva de la economía circular y la seguridad alimentaria, estos nutrientes son recursos valiosos: el fósforo es un insumo no renovable para fertilizantes y su disponibilidad geoestratégica es limitada, mientras que el nitrógeno, aunque abundante en la atmósfera, requiere procesos intensivos en energía para su fijación industrial. La remoción por adsorción de amonio y fosfato de aguas residuales contribuye a reducir cargas contaminantes, cerrar ciclos de nutrientes y disminuir la dependencia de fuentes minerales externas.

Por otro lado, la capacidad de los carbones activados derivados de lodos para adsorber contaminantes presentes en soluciones acuosas, incluidos nutrientes como el amonio y el fosfato, ha sido ampliamente documentada en la literatura científica internacional (Inyang et al., 2016; J. Wang & Wang, 2019). Sin embargo, su desempeño depende en gran medida de factores que inciden directamente en el desarrollo de la porosidad, la química superficial y la capacidad de adsorción del material.

En concordancia con lo anterior, el presente trabajo se desarrolla en el marco del proyecto **“Desarrollo de estrategias para el manejo de aguas residuales en asentamientos periurbanos, con enfoques de sostenibilidad y economía circular, en la cuenca del río Alto Lebrija”** (Documento Técnico Proyecto BPIN 2021000100536, 2021), orientado a la búsqueda de alternativas sostenibles para el manejo y aprovechamiento de subproductos derivados del tratamiento de aguas residuales. La presente investigación evalúa, a escala experimental, el potencial de aprovechamiento de lodos digeridos mediante su transformación en carbones

activados, con el fin de analizar sus propiedades fisicoquímicas y su posible aplicación en la remoción por adsorción de nutrientes presentes en las corrientes derivadas del tratamiento de aguas residuales.

1. Objetivos

1.1.Objetivo General

Obtener carbón activado a partir del lodo digerido de aguas residuales domésticas para la recuperación de nutrientes de aguas residuales.

1.2.Objetivos Específicos

- Evaluar la producción de carbón activado a partir de lodo digerido de aguas residuales domésticas.
- Caracterizar el carbón activado obtenido mediante la determinación de su área superficial, porosidad y capacidad de adsorción.
- Evaluar la recuperación de nutrientes tales como amonio (NH_4^+) y fosfatos (PO_4^- P) mediante adsorción utilizando los carbones activados obtenidos.

2. Estado del arte

La transformación de lodos de aguas residuales en materiales adsorbentes porosos se ha explorado ampliamente en la literatura científica, destacándose la preparación de carbón activado y biochar para la descontaminación de efluentes y la estabilización de metales (Betancurt Romero et al., 2022; Carreño Hernández et al., 2025; Martínez-Alvarenga et al., 2024). Estos materiales se obtienen generalmente mediante pirólisis del lodo en atmósfera inerte, seguida en muchos casos de una etapa de activación química con agentes como ZnCl_2 , H_2SO_4 , H_3PO_4 o KOH , que permite desarrollar estructuras micro- y mesoporosas con mayor área superficial específica y volumen de poro. La temperatura de pirólisis es una variable determinante en las propiedades finales del material: un estudio que evaluó biochar derivado de lodo en un rango de 300 a 750 °C encontró que la capacidad de adsorción de fosfato aumentaba con la temperatura, alcanzando su valor máximo a 700 °C, con un ajuste excelente al modelo de Langmuir y una capacidad de adsorción monocapa de 5,469 mg de $\text{PO}_4\text{-P/g}$; en ese mismo trabajo se determinó que el aumento en la adsorción no se debió principalmente a cambios en el área superficial, la carga o los grupos funcionales, sino a la precipitación del fosfato con el magnesio intercambiable del material (Liang et al., 2022). En cuanto a la modificación química post-pirólisis, se ha reportado que el biochar de lodo sin modificar presenta un área superficial BET de apenas 17,76 m^2/g y un volumen de poro de 0,037 cm^3/g , mientras que su versión impregnada con magnesio incrementa estos valores hasta 93,35 m^2/g y 0,17 cm^3/g , evidenciando el papel central de la impregnación metálica en el desarrollo de la porosidad (C. Y. Wang et al., 2024a).

En el ámbito de los compuestos inorgánicos como los nutrientes, especialmente amonio (NH_4^+) y fosfatos (PO_4^{3-}), diversos estudios han demostrado que carbones activados y biochar derivados de lodos transportan capacidad de retención mediante adsorción, intercambio iónico y

formación de complejos superficiales, con grupos funcionales que favorecen la captura de nutrientes y porosidad que incrementa la capacidad máxima de adsorción (Chen et al., 2022; Q. Li et al., 2026; C. Y. Wang et al., 2024). Un ejemplo representativo de cómo la modificación química permite abordar simultáneamente ambos nutrientes es el de un biochar de lodo modificado con magnesio y aluminio mediante un proceso electroasistido, que alcanzó capacidades máximas de adsorción de 65,19 mg/g para amonio y 92,10 mg/g para fosfato, valores 4,45 y 6,28 veces superiores a los del material sin modificar (Q. Wang et al., 2024).

La literatura sobre adsorción y recuperación de fosfatos en materiales derivados de lodos reporta capacidades de adsorción entre 4,5–7,5 mg de $\text{PO}_4\text{-P/g}$ en carbones activados de lodos deshidratados o digestados, y superan en algunos casos la capacidad de carbones comerciales cuando se ajusta el pH, dosis y tiempo de contacto (CHENa et al., 2022; Huggins TM et al., 2016; Z. Li et al., 2026; Zishuai et al., 2024). Además, tanto el biochar como el carbón activado procedente de residuos orgánicos o lodos acumulan fósforo y otros macronutrientes durante el tratamiento de efluentes (Akter et al., 2024; Elser J & Bennett E, 2011; Sengupta et al., 2015). Por otro lado, la capacidad de adsorción de amonio se ha reportado entre 10 y 25 mg $\text{NH}_4\text{-N/g}$, dependiendo del pH, la concentración inicial y las condiciones de contacto (Di Bianca et al., 2026; Zishuai et al., 2024).

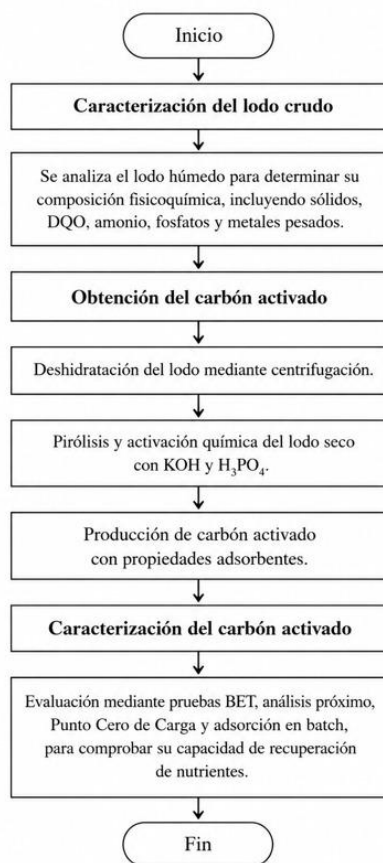
En la presente investigación se busca que sea una aportación novedosa que integra la valorización residual de lodos con la economía circular de nutrientes en el ciclo del agua, y además propone un proceso que articula la síntesis de carbón activado de lodo digerido doméstico, su caracterización y su uso en recuperación de fósforo y nitrógeno mediante adsorción.

3. Metodología

La investigación se llevó a cabo en tres etapas principales. Primero, se realizó la caracterización del lodo digerido para determinar su composición fisicoquímica. La segunda fase inició con la deshidratación mediante centrifugación, para posteriormente ser sometido a pirólisis y activación química con activante básico (KOH) y ácido (H_3PO_4). Finalmente, los carbones activados obtenidos se caracterizaron mediante pruebas BET, análisis próximo, Punto Cero de Carga y adsorción de nutrientes (fosfatos y amonio) en modo batch. En la Figura 1 se muestra un resumen de las fases descritas anteriormente.

Figura 1.

Esquema de las fases del proyecto



3.1.Caracterización del lodo digerido

El lodo digerido de aguas residuales domésticas se obtuvo de la purga de uno de los reactores UASB de la planta de tratamiento de aguas residuales (PTAR) de Río Frío, operada por la empresa EMPAS S.A.S. El lodo se caracterizó de la siguiente manera:

3.1.1. Sólidos totales (ST): Se pesó un crisol previamente secado, y se le adicionó una cantidad exacta de lodo. Posteriormente, la muestra se secó en estufa a 105°C durante 24 horas. Al finalizar este tiempo el crisol se trasladó a un desecador hasta alcanzar la temperatura ambiente y luego se pesó nuevamente. Con los valores obtenidos, se determinó el contenido de sólidos totales (ST) mediante la ecuación 1 establecida en la norma Standard Methods 2540 (American Public Health Association et al., 2017a).

$$ST \left(\frac{g \text{ de sólido seco}}{kg \text{ de lodo húmedo}} \right) = \frac{(C - A) * 1000}{B - A} \quad (\text{Ec.1})$$

En donde A es el peso del crisol vacío (g), B el peso del crisol más la muestra húmeda (g) y C el peso del crisol con la muestra seca (g). El procedimiento se realizó por triplicado.

3.1.2. Sólidos volátiles (SV): Los crisoles que contienen la muestra de ST, se llevaron a una mufla a 550°C por 1 hora, que después se ponen en un desecador para dejarlos enfriar y pesarlos. La cantidad de sólidos volátiles se determinó usando la ecuación 2 de la norma Standard Methods 2540(American Public Health Association et al., 2017a).

$$SV \left(\frac{g \text{ de sólidos volátiles}}{kg \text{ de lodo húmedo}} \right) = \frac{(C - D) * 1000}{B - A} \quad (\text{Ec.2})$$

En donde A es el peso del crisol vacío (g), B el peso del crisol más la muestra húmeda (g) y C el peso del crisol con la muestra seca (g) y D es el peso del crisol junto con la muestra calcinada (g). El procedimiento se realizó por triplicado.

3.1.3. Demanda química de oxígeno (DQO): Se determinó mediante la oxidación de la materia orgánica de la muestra con dicromato de potasio ($K_2Cr_2O_7$) en un medio de ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4 de 95 al 98%p/p) a $150^\circ C$ por 2 horas en un termoreactor. Tras la digestión, se lleva a un espectrofotómetro para medir la cantidad de oxidante consumido en g O_2/L , utilizando una curva de calibración de biftalato de potasio (KHP) como estándar. Se siguió las normas SM 5220-D y EPA 410.4 (American Public Health Association et al., 2017b; United States Environmental Protection Agency, 1993). El procedimiento se realizó por triplicado.

$$DQO \left(\frac{g \text{ de } O_2}{L} \right) = \frac{\text{Absorbancia} * \text{Factor de dilución}}{0,0003 * 1000} \quad (\text{Ec.3})$$

El factor 0,0003 presentado en la ecuación 3, es el valor obtenido de la curva de calibración de KHP.

3.1.4. Contenido de nitrógeno amoniacal (NH_4-N) y fósforo como ortofosfatos (PO_4-P):

Se determinó mediante el uso los kits de Test Amonio Spectroquant y Test Fosfatos Spectroquant del proveedor Merck KGaA, Darmstadt, Alemania, que siguen las normas ISO 7150-1 y ISO 6878 respectivamente (método de colorimetría). El procedimiento se realizó por triplicado.

3.1.5. Metales pesados: Se determinó utilizando espectroscopia de emisión atómica de plasma acoplado inductivamente (ICP-OES) que se rige por la norma Standard Methods 3120 B. Este análisis se realizó a través del laboratorio CEIAM de la Universidad Industrial de Santander

3.2.Deshidratación del lodo

Para la concentración de los sólidos presentes en el lodo húmedo recogido en la PTAR Río Frío, la muestra se centrifugó a 2500 rpm durante 2 minutos y 30 segundos, después se secó en una mufla a 105°C durante 24 horas para obtener una cantidad de 200 g de lodo seco.

3.3.Obtención de los carbones activados a partir de los lodos

El proceso de obtención de los carbones activados (CA) se realizó mediante impregnación del sólido seco del lodo digerido con ácido fosfórico (H_3PO_4) e hidróxido de potasio (KOH) como agentes activantes, con una relación de impregnación de 2 g activante/1 g precursor. La temperatura de activación se varió en dos niveles: 500°C y 600°C. Adicionalmente, el sólido seco se pirolizó en las mismas condiciones sin agente activante para obtener los biochar (B) (B500 y B600) correspondientes, utilizados como blancos para comparar. En todos los casos el tiempo de reacción se estableció en 60 min, y todos los experimentos se realizaron por duplicado. En el caso del carbón activado con KOH se impregnaron 15 g de sólidos con 30 g de KOH a las dos temperaturas de activación: 500°C (CAK500) y 600°C (CAK600), mientras que para los carbones activados con H_3PO_4 a esas mismas temperaturas (CAP500 y CAP600), se impregnaron 15 g de sólidos con 21 ml de H_3PO_4 (el cálculo correspondiente se presenta en el Apéndice A) (Almahbashi et al., 2021; Hunsom et al., 2013).

Luego de impregnado el sólido, el mismo se activó en un horno tubular horizontal ThermolyneType 21100 con un controlador de temperatura Maxtherimo MC 5438. Dentro del horno se ubica el reactor tubular, el cual consta de un tubo de acero inoxidable de 39 cm de longitud y un diámetro interno de 7 cm; dentro del reactor se ubica la cápsula portamuestra la cual está hecha de acero inoxidable (el protocolo de funcionamiento del pirolizador se encuentra en el Apéndice A) (RAMÍREZ, 2013). En todos los experimentos se trabajó con atmósfera inerte de

nitrógeno (N₂) con un flujo de 100 mL/min y una rampa de calentamiento de 15°C/min. Después de cumplir el tiempo de reacción, los carbones se lavaron con una solución 0,1 M de NaOH o HCl, hasta pH neutro, y posteriormente con agua destilada, para finalmente secarlo en estufa a 105°C durante 24 horas, pesarlo, y determinar el rendimiento luego de la activación mediante la ecuación 4.

$$\%Rendimiento = \frac{M_f}{M_o} * 100 \quad (Ec.4)$$

En donde M_f es la masa final del carbón (g) y M_o es la masa inicial del precursor (g).

3.4.Caracterización de los carbones activados obtenidos

3.4.1. Área superficial (BET): El área superficial se determinó con base en la teoría de Brunauer-Emmett-Teller (BET) mediante adsorción/desorción de nitrógeno (N₂) a 77 K, utilizando un equipo Vac Prep 061, Micromeritics. Este análisis se realizó mediante la solicitud de servicios analíticos al grupo de investigación CICAT-UIS.

3.4.2. Análisis próximo: Se determinó a partir de un análisis termogravimétrico que consiste en usar una balanza termogravimétrica ATG 5500 (American TA Instruments Cot, USA) siguiendo la norma ASTM D7582 y N₂ como gas de arrastre. Este análisis se realizó mediante la solicitud de servicios analíticos al grupo de investigación GIP-UIS.

3.4.3. Punto cero de carga (pHpzc): Se ponen en contacto 0,2 g de CA con 10 mL de solución de NaCl al 0,01 M, se usó NaOH 0,1 M y HCl 0,1 M para ajustar la solución a diferentes valores de pH (2-9). Las mezclas se agitaron a 250 rpm durante 1 h, transcurrido ese tiempo, la solución se filtró y se midió el pH final, se analizó el pH final vs pH inicial trazando una diagonal para determinar el pHpzc (Bakatula et al., 2018). Cada pH se realizó por duplicado.

3.5.Pruebas de adsorción de amonio y fosfatos

Se prepararon por separado soluciones patrón de cloruro de amonio (NH_4Cl) y fosfato monopotásico (KH_2PO_4) con concentraciones de 10 mg $\text{PO}_4\text{-P/L}$ y 100 mg $\text{NH}_4\text{-N/L}$, respectivamente. En erlenmeyers de 50 mL se pusieron 25 mL de cada solución patrón por separado, y se le adicionaron 0,5 g del material adsorbente, agitando a 150 rpm por 24 horas; los experimentos se realizaron por duplicado. Después usando un filtro jeringa se retiró el sobrenadante para realizar la medición de la concentración final de amonio como nitrógeno amoniacal ($\text{NH}_4\text{-N}$) y fósforo como ortofosfatos ($\text{PO}_4\text{-P}$) (Saleh et al., 2021) mediante el método mencionado en la sección 3.1.4. A partir de esto se calculó la capacidad de adsorción en el equilibrio por medio de la ecuación 5.

$$q_e \left(\frac{\text{mg}}{\text{g}} \right) = \frac{(C_o - C_e) * V}{m} \quad (\text{Ec.5})$$

En donde C_o es la concentración inicial del adsorbato (mg/L), C_e es la concentración final del adsorbato (mg/L), V es el volumen de la solución (L) y m es la masa del carbón activado (g).

4. Resultados

4.1. Caracterización del lodo digerido

En la tabla 1 se presentan los resultados de la caracterización del lodo digerido utilizado para la preparación de los carbones activados. Como puede observarse, se evidencia la presencia de una fracción orgánica importante correspondiente al 71,62%p/p (Que relaciona los SV con los ST), con un contenido de sólidos volátiles de $8,46 \pm 0,067$ g/kg y sólidos totales $11,812 \pm 0,033$ g/kg, lo que indica que gran parte de la materia orgánica presente podría ser degradada. Respecto a la concentración de los nutrientes, presenta concentraciones de amonio (como nitrógeno amoniacal) de $106,018 \pm 0,782$ mg de $\text{NH}_4\text{-N/L}$ y fosfatos (fósforo como ortofosfatos) de $23,261 \pm 1,716$ mg de $\text{PO}_4\text{-P/L}$, estas se encuentran dentro de los rangos reportados para lodos provenientes de reactores UASB en donde el nitrógeno amoniacal suele variar entre 50 y 1500 mg $\text{NH}_4\text{-N/L}$ y el fósforo como ortofosfato entre 10 y 100 mg $\text{PO}_4\text{-P/L}$, dependiendo de las características del afluente y del grado de estabilización del lodo (AlSayed et al., 2020; Chernicharo, 2007). En cuanto a la demanda química de oxígeno, esta es de $3,831 \pm 0,457$ g de $\text{O}_2\text{/L}$, lo cual indica una carga orgánica residual propia de lodo estabilizado proveniente de un reactor UASB, que generalmente oscila entre 2 y 10 g $\text{O}_2\text{/L}$, dependiendo del contenido de materia orgánica residual y de las condiciones de operación del sistema (AlSayed et al., 2020; Chernicharo, 2007).

Tabla 1.

Caracterización fisicoquímica del lodo purga del reactor UASB (PTAR Río Frío)

Parámetro	Valor
-----------	-------

Sólidos totales (ST) [g/Kg]	11,812±0,033
Sólidos volátiles (SV) [g/Kg]	8,46±0,067
Nitrógeno amoniacal NH₄-N [mg/L]	106,018±0,782
Fósforo como ortofosfatos PO₄-P [mg/L]	23,261±1,716
DQO total [g O₂/L]	3,831±0,457

Las concentraciones de metales pesados como el arsénico, cadmio, cromo y mercurio determinadas en el lodo digerido se presentan en la Tabla 2, y fueron inferiores a los límites máximos permisibles para biosólidos categoría A, establecidos en el decreto 774 de 2025 para su uso en aplicaciones ambientales (Decreto 774 de 2025, 2025). En el caso del níquel, selenio, zinc, molibdeno y cobre, no se establecen límites debido a que diversas normativas internacionales (Directiva Europea 86/278/CEE y Norma Estadounidense 40 CFR Parte 503) y nacionales (NTC 5167 de 2022) no los consideran elementos restrictivos para la clasificación (Decreto 774 de 2025, 2025); por lo tanto, su presencia no condiciona ni restringe su uso en aplicaciones ambientales. También se debe tener en cuenta, que en el decreto mencionado anteriormente presenta valores máximos permisibles de ciertos microorganismos que pueden llegar a estar presentes en el lodo digerido, que en nuestro caso no fueron medidos.

Tabla 2.

Resultados obtenidos del análisis de metales pesados

Metal pesado	mg de metal pesado/L de lodo	mg de metal pesado/kg de sólido seco
Arsénico	0,14	11,85
Cadmio	0,01	0,85
Cobre	3,35	283,60
Cromo	0,48	40,64
Mercurio	<0,0048	<0,41
Molibdeno	0,08	6,77
Níquel	0,22	18,63
Selenio	0,05	4,23
Zinc	5,82	492,72
Plomo	0,06	5,08
Potasio	69,82	5910,94

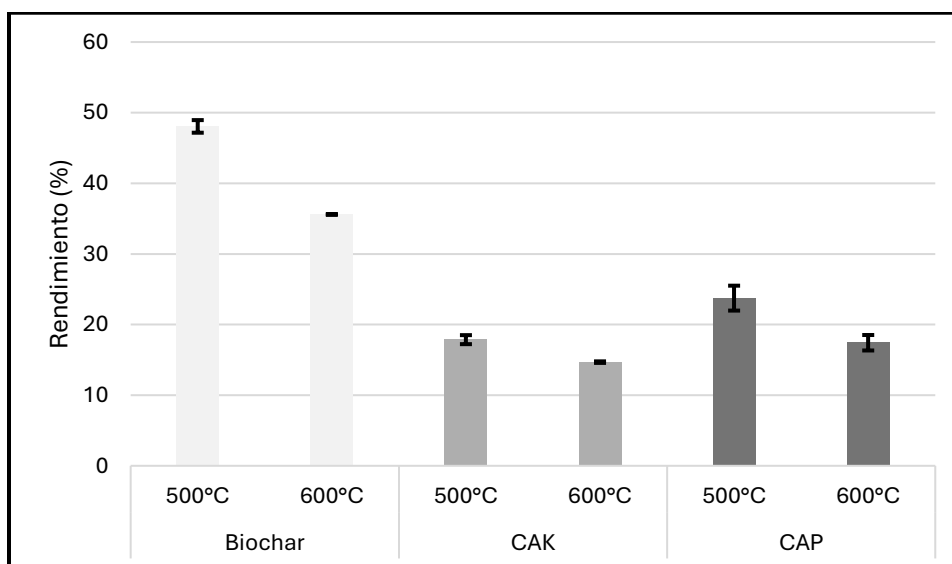
4.2. Obtención de los carbones activados a partir de lodos UASB

En la figura 2 se evidencia que el biochar presentó los mayores rendimientos entre los materiales evaluados, con un rendimiento de $48,057\% \pm 0,893$ a 500°C y $35,591\% \pm 0,057$ a 600°C , mientras que los carbones activados químicamente exhibieron rendimientos inferiores, situados en un rango de 14% hasta 24%. No obstante, el menor rendimiento de los carbones activados no debe

interpretarse como una desventaja, dado que el proceso de activación suele mejorar la porosidad y la capacidad de adsorción, atributos fundamentales en aplicaciones ambientales (Hagemann et al., 2018; Zhao et al., 2023). Asimismo, el descenso del rendimiento asociado al incremento de la temperatura es consistente con la literatura sobre pirólisis de lodos, la cual reporta una relación inversa entre la temperatura y el rendimiento, atribuible a la intensificación de los procesos de desvolatilización y la gasificación secundaria (Halalsheh et al., 2024). En términos generales, los biochars obtenidos a partir de lodos de aguas residuales presentan rendimientos comprendidos entre 30 y 60% en el intervalo de 400–600 °C, mientras que los procesos de activación química reducen este valor hasta aproximadamente 10–30%, debido a que los agentes activantes promueven la eliminación adicional de materia orgánica y favorecen el desarrollo de una estructura porosa altamente accesible (Gęca et al., 2022; Tomczyk et al., 2020; Zhao et al., 2023).

Figura 2.

Rendimiento (%) de biochar y carbones activados obtenidos



4.3. Caracterización de los carbones activados y biochar

4.3.1. Área superficial

Los resultados del análisis BET se encuentran en la Tabla 3. Al comparar los carbones CAK500 y CAK600, se evidenció que el carbón activado a una mayor temperatura (CAK600) presentó un área superficial de $109,0 \text{ m}^2/\text{g}$, en comparación al registrado para el carbón CAK500, con un valor de $19,0 \text{ m}^2/\text{g}$. De igual manera, CAK600 desarrolló un mayor volumen de poro, con $0,0768 \text{ cm}^3/\text{g}$, en comparación con $0,0709 \text{ cm}^3/\text{g}$ en CAK500. En cuanto al tamaño promedio de poro, este fue menor en CAK600, con 11 nm , respecto a los 16 nm obtenidos para CAK500. A pesar de esta disminución, ambos valores corresponden a poros suficientemente amplios para favorecer la adsorción de moléculas como el ion amoniacal (NH_4^+), cuyo diámetro hidratado aproximado es de $0,662 \text{ nm}$ (Tomczak, 2022) y el de los fosfatos como ortofosfatos (H_2PO_4^- y HPO_4^{2-}), que presentan diámetros hidratados aproximados de $0,662$ y $0,654 \text{ nm}$, respectivamente (Kiriukhin & Collins, 2002). Estos resultados indican que el aumento de la temperatura de activación favoreció la formación de poros accesibles, debido a que el KOH favorece reacciones de gasificación y apertura a la matriz carbonosa, lo que incrementa el desarrollo de la porosidad (Hunsom & Autthanit, 2013). Asimismo, en la literatura se ha señalado que el incremento en la temperatura de activación de los carbones favorece la eliminación de compuestos volátiles y la generación de microporos, contribuyendo al aumento del área superficial específica (T. Yang & Lua, 2003). Sin embargo, la adsorción no depende únicamente del tamaño del poro, sino también de la carga superficial del material.

Por otra parte, el carbón activado con ácido fosfórico a 600°C (CAP600) presenta un área superficial de $2,0 \text{ m}^2/\text{g}$ y un volumen de poro de $0,0147 \text{ cm}^3/\text{g}$, lo que sugiere una estructura poco desarrollada o la posible obstrucción de poros por compuestos minerales o trazas del activante.

Este comportamiento ha sido reportado en carbones activados obtenidos mediante activación con H_3PO_4 cuando permanecen residuos fosforados en la estructura o cuando las condiciones de activación no favorecen al desarrollo de la porosidad del material (Hunsom & Autthanit, 2013).

Los resultados obtenidos coinciden con lo reportado en literatura, donde la activación con KOH suele generar mayores áreas superficiales que la activación con H_3PO_4 . Esta tendencia también es observada en la investigación de Ros et al. (2006), en la cual reportaron materiales con áreas superficiales entre 700 y 1700 m^2/g mediante activación química con hidróxidos alcalinos, mientras que la activación con H_3PO_4 resultó menos eficiente para el desarrollo de porosidad. Por otro lado, las áreas superficiales obtenidas en este estudio fueron inferiores a las reportadas para carbones activados elaborados a partir de otros precursores, como residuos agrícolas. Por ejemplo, para carbones activados producidos a partir de cáscara de pistacho mediante activación química con KOH se reportan áreas BET de hasta 2451 m^2/g (T. Yang & Lua, 2003). De igual manera, para carbones preparados a partir de diversos residuos agrícolas se reportaron valores entre 250 – 2410 m^2/g , lo cual puede atribuirse principalmente a la naturaleza del precursor utilizado, ya que los lodos digeridos de aguas residuales presentan elevados contenidos de materia inorgánica y cenizas que pueden bloquear o limitar el desarrollo de la estructura porosa (Ros et al., 2006).

En este sentido, los materiales precursores que suelen favorecer una mayor porosidad luego de la activación son aquellos con alto contenido de carbono, baja proporción de cenizas y menor presencia de compuestos orgánicos, como residuos lignocelulósicos derivados de cáscaras, semillas, madera, fibras y vegetales u otros residuos agrícolas. Estos precursores resultan favorables porque están constituidos principalmente por celulosa, hemicelulosa y lignina, componentes que durante los procesos de carbonización y activación contribuyen a la formación de una matriz carbonosa con mayor desarrollo poroso (Alcañiz-Monge et al., 2022).

Tabla 3.

Área BET, volumen del poro y tamaño del poro para los carbones activados con KOH

Muestra	A _{BET} (m ² /g)	Volumen del Poro	Tamaño del poro
		BJH (cm ³ /g)	BJH (nm)
CAK500	19,0	0,0709	16,0
CAK600	109,0	0,0768	11,0
CAP600	2,0	0,0147	28,0

Nota. Tomado del documento enviado por el grupo de investigación CICAT de la UIS, el cual presenta los resultados obtenidos del análisis BET.

En la Tabla 3 no se presentan resultados del carbón activado CAP500 y de los biochar B500 y B600 debido a que, durante la realización del análisis, el equipo Vac Prep 061, Micromeritics del grupo CICAT – UIS presentó fallas y no se logró concluir la prueba. Durante el semestre no se pudo llevar a cabo el arreglo del equipo y no se encontró otra escuela o grupo de investigación en la que pudiera solicitarse el servicio, por lo que el análisis de estas muestras está pendiente.

4.3.2. Análisis próximo

El análisis termogravimétrico permite cuantificar el porcentaje de humedad, materia volátil, carbono fijo y cenizas de los carbones activados y biochar presentados en la Tabla 4.

En todos los materiales analizados, la remoción de humedad se da a temperaturas inferiores a 105°C, comportamiento que concuerda con lo reportado en la literatura para materiales carbonosos (Marzeddu et al., 2022). Esa pérdida inicial de masa se atribuye a la evaporación del agua físicamente adsorbida en la superficie y en los poros del material. De acuerdo con la Tabla 4,

los carbones activados con KOH presentaron contenidos de humedad de 4,495%p/p para CAK500 y 6,475%p/p para CAK600, mientras que para los carbones activados con H_3PO_4 , los contenidos de humedad fueron de 3,551%p/p para CAP500 y 6,250%p/p para CAP600. Por último, los biochar sin activar, cuyos contenidos de humedad fueron de 3,554%p/p para B500 y 3,051%p/p para B600.

La descomposición de material volátil se da en el rango de 105 a 600°C, la cual presentó diferencias entre los carbones activados obtenidos con diferentes agentes activantes y los biochar. Los carbones activados con KOH mostraron los mayores porcentajes, con valores de 22,257 y 25,622%p/p para CAK500 y CAK600, respectivamente, mientras que los carbones activados con H_3PO_4 registraron los menores contenidos (8,479%p/p para CAP500 y 12,232%p/p para CAP600). Por su parte, los biochar presentaron valores que disminuyen cuando aumenta la temperatura, obteniendo 16,976%p/p para B500 y 11,754%p/p para B600. Esta reducción de la materia volátil con el incremento de la temperatura indica una mayor eliminación de compuestos orgánicos y un aumento en el grado de carbonización del material, comportamiento ampliamente reportado para materiales carbonosos obtenidos por medio de pirólisis (*Lehmann & Joseph, 2015*).

En cuanto al contenido de carbono fijo, asociado a la fracción carbonosa estable del adsorbente, fue mayor en los biochar, alcanzando valores de 15,79 y 14,72%p/p para B500 y B600, respectivamente, lo cual es esperable debido a las condiciones de pirólisis menos severas. Entre los carbones activados, CAK500 presentó el valor más alto (13,31%p/p), seguido de CAP500 (8,36%p/p), CAP600 (7,43%p/p) y por último CAK600 (7,30%p/p); la disminución observada en los materiales tratados activados a 600°C sugiere que el aumento de la temperatura favoreció las reacciones de degradación y gasificación de la matriz carbonosa. No obstante, esta pérdida de material carbonoso puede estar asociada al desarrollo de microporos y al incremento del área

superficial, especialmente en los materiales activados químicamente (Ahmad et al., 2014; Tan et al., 2015)

Por último, todos los materiales presentaron altos contenidos de cenizas, las cuales se obtuvieron a partir de una temperatura de 800 °C, con valores comprendidos aproximadamente entre 50 y 80% p/p. Los carbones activados con H₃PO₄ registraron los mayores porcentajes de cenizas (79,621%p/p para CAP500 y 74,084%p/p para CAP600), seguidos por los biochar (63,677 y 70,477%p/p para B500 y B600 respectivamente) y los carbones activados con KOH (59,950%p/p para CAK500 y 60,604%p/p para CAK600). Estos resultados son característicos de materiales derivados de lodos digeridos de aguas residuales, debido a la elevada presencia de minerales como sílice, calcio, hierro y fosfatos. Aunque los altos contenidos de cenizas pueden reducir la proporción de carbono disponible para la adsorción y afectar el desarrollo de la porosidad, también evidencian la reducción de la fracción inorgánica tras los procesos de pirólisis y activación química (Hossain et al., 2011).

Tabla 4.

Análisis próximo de los carbones activados obtenidos y los biochar

Muestra	Humedad (%)	Materia volátil (%)	Cenizas (%)	Carbón fijo (%)
B500	3,554	16,976	63,677	15,973
B600	3,051	11,754	70,477	14,718
CAK500	4,495	22,247	59,950	13,308
CAK600	6,475	25,622	60,604	7,299
CAP500	3,551	8,469	79,621	8,359
CAP600	6,250	12,232	74,084	7,434

Nota. Tomado de las gráficas del análisis termogravimétrico realizado por el grupo de investigación GIP de la UIS.

4.3.3. Punto cero de carga

El valor del punto cero de carga (pHpzc) nos indica la carga superficial del material obtenido luego de los procesos de activación (los gráficos del pHpzc se encuentran en el Apéndice C). De forma general, podemos decir que si el pH del medio es mayor que el pHpzc del carbón, predominan las cargas negativas en la superficie de éste; por el contrario, si el pH del medio es menor que el pHpzc, se tiene una superficie cargada positivamente. Esto favorece o limita la adsorción según la carga de las especies presentes en la solución, ya que una superficie negativa promueve la atracción de compuestos catiónicos, como el amonio, mientras que una superficie positiva favorece la interacción con especies aniónicas, como los fosfatos (Rodríguez et al., 2010).

Los biochar obtenidos a 500 y 600°C presentaron valores de pHpzc de 7,5 y 8,6 respectivamente, lo que indica una superficie de carácter neutro a ligeramente básico. El aumento que presenta el pHpzc con el aumento en la temperatura de activación, se debe a la degradación progresiva de grupos funcionales oxigenados de naturaleza ácida, tales como carboxilos, lactonas y fenoles, así como el enriquecimiento de especies minerales alcalinas presentes en el lodo incluyendo compuestos de calcio, magnesio y potasio. Este comportamiento ha sido reportado en estudios previos sobre biochar que indican la relación entre el aumento de la temperatura de pirólisis y el pHpzc del carbón (J. H. Yuan et al., 2011)

Por otro lado, el carbón CAK500 presentó el mayor pHpzc (10,9) lo que indica una superficie altamente básica. Este resultado es consistente con la activación química mediante KOH, la cual promueve la eliminación de grupos ácidos superficiales y favorece la formación de

sitios básicos relacionados con estructuras aromáticas condensadas (Lillo-Rodenas et al., 2003). Sin embargo, CAK600 presenta un pH_{pzc} (7,5) menor que el anterior mencionado, esto puede deberse a que presentan un mayor grado de gasificación y desarrollo poroso durante su activación a 600°C (Álvarez-Merino et al., 2008).

Por último, los carbones activados con H₃PO₄ presentan un pH_{pzc} de 2,8 para CAP500 y 2,2 para CAP600, tal como se puede observar en la Tabla 5. Esto se debe a la formación de ácidos polifosfóricos como el H₄P₂O₇ y H₅P₃O₁₀ en la superficie del carbón, presentes a temperaturas por encima de los 200°C (Carreño Hernández et al., 2025). Por lo tanto, se espera que este material sea un buen adsorbente de cationes en soluciones acuosas; este comportamiento es similar a lo reportado en *Carreño Hernandez et al., 2025* para carbones activados con H₃PO₄ a temperaturas entre los 450 y 650°C obtenidos a partir de lodos digeridos de aguas residuales con un valor de punto cero de carga entre 2,50 y 3,00.

Tabla 5.

Valores de pH_{pzc} de los carbones activados y los biochar

Muestra	pH _{pzc}	
	500°C	600°C
Biochar	7,5±0,113	8,6±0,113
CAK	10,9±0,014	7,5±0,028
CAP	2,8±0,014	2,2±0,042

4.4.Pruebas de adsorción de amonio y fosfatos

Los resultados que se presentan en la figura 3 evidencian que los biochar (como blancos) obtenidos a partir del lodo digerido de aguas residuales domésticas mostraron una mayor capacidad

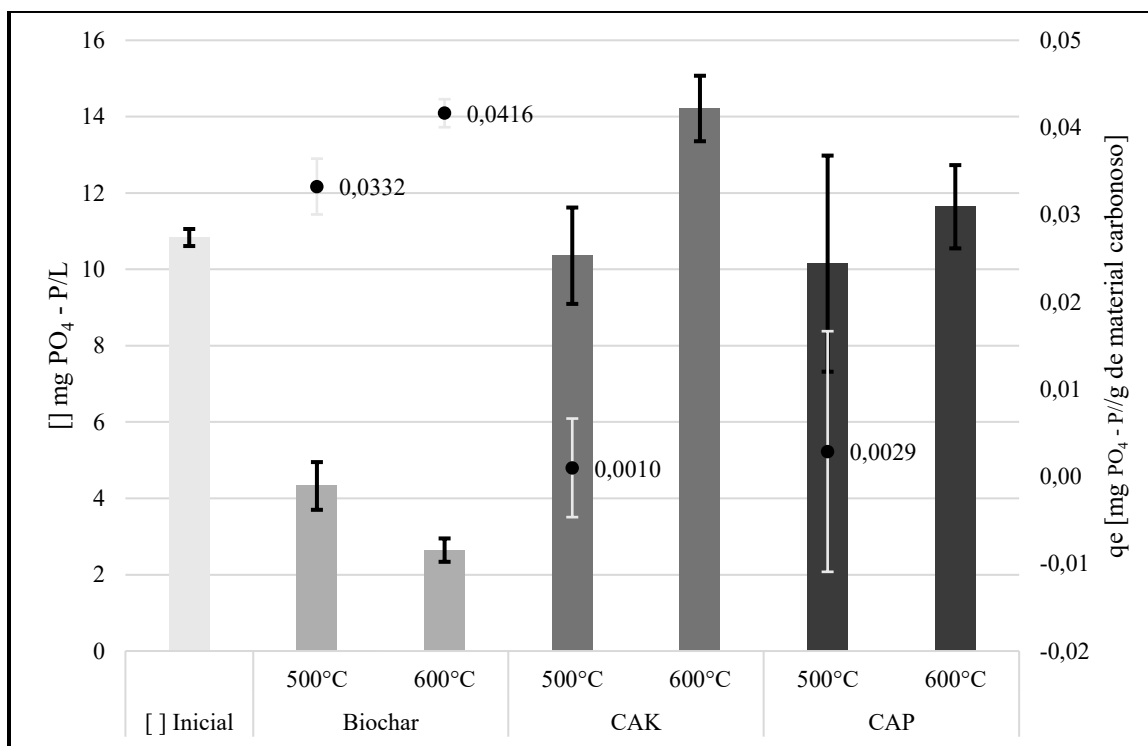
de adsorción de fosfato en comparación con los carbones activados químicamente. El biochar producido a 600°C alcanzó la mayor capacidad de adsorción en el equilibrio ($q_e = 0,0416 \pm 1,6 \cdot 10^{-3}$ mg de $\text{PO}_4\text{-P/g}$), seguido por biochar obtenido a 500°C ($q_e = 0,0332 \pm 3,1 \cdot 10^{-3}$ mg de $\text{PO}_4\text{-P/g}$). Esto se tradujo en una disminución significativa de la concentración de fosfatos, la cual pasó de 10,8 mg de $\text{PO}_4\text{-P/L}$ en la solución inicial a $4,3 \pm 0,6$ mg de $\text{PO}_4\text{-P/L}$ para B500 y a $2,6 \pm 0,3$ mg de $\text{PO}_4\text{-P/L}$ para B600, equivalente a porcentajes de remoción por adsorción de 60,1% y 75,6% respectivamente. Dado que para los biochar el potencial zeta es cercano a la neutralidad, es poco probable que la adsorción de fosfatos haya estado dominada por interacciones electrostáticas; por el contrario, este comportamiento puede relacionarse, en primer lugar, con la presencia de fases minerales ricas en calcio, hierro y aluminio en los biochar, que favorecen mecanismos de precipitación superficial e intercambio iónico con especies fosfatadas (Yang et al., 2018; Mo et al., 2024).

En cambio, los carbones activados con KOH (CAK) y H_3PO_4 (CAP), la concentración final de fosfatos están por encima ($14,213 \pm 0,858$ mg de $\text{PO}_4\text{-P/L}$ para CAK600 y $11,639 \pm 1,09$ mg de $\text{PO}_4\text{-P/L}$ para CAP600), estos resultados sugieren la liberación de fósforo desde la matriz carbonosa hacia la solución, fenómeno asociado a un mal lavado de los carbones activados, a la posible transformación de compuestos fosfatados presentes originalmente en el lodo durante la activación química y al aumento de la solubilidad de dichas especies en el medio acuoso (Jin et al., 2016; Y. Li et al., 2025.). Aunque la activación química suele incrementar el área superficial de los materiales carbonosos, en la adsorción de fosfatos la química superficial y a la presencia de sitios activos metálicos juegan un papel más determinante que la porosidad desarrollada (J. Li et al., 2019.). Esto explicaría el mejor desempeño de los biochar frente a los carbones activados y, a

su vez, resalta el potencial como adsorbente de fósforo considerando que es un material que no tuvo funcionalización.

Figura 3.

Concentración de fosfatos ($PO_4\text{-P}$) (barras, eje principal) y capacidad de adsorción en el equilibrio (q_e) (Puntos, eje secundario) de biochar y carbones activados obtenidos.



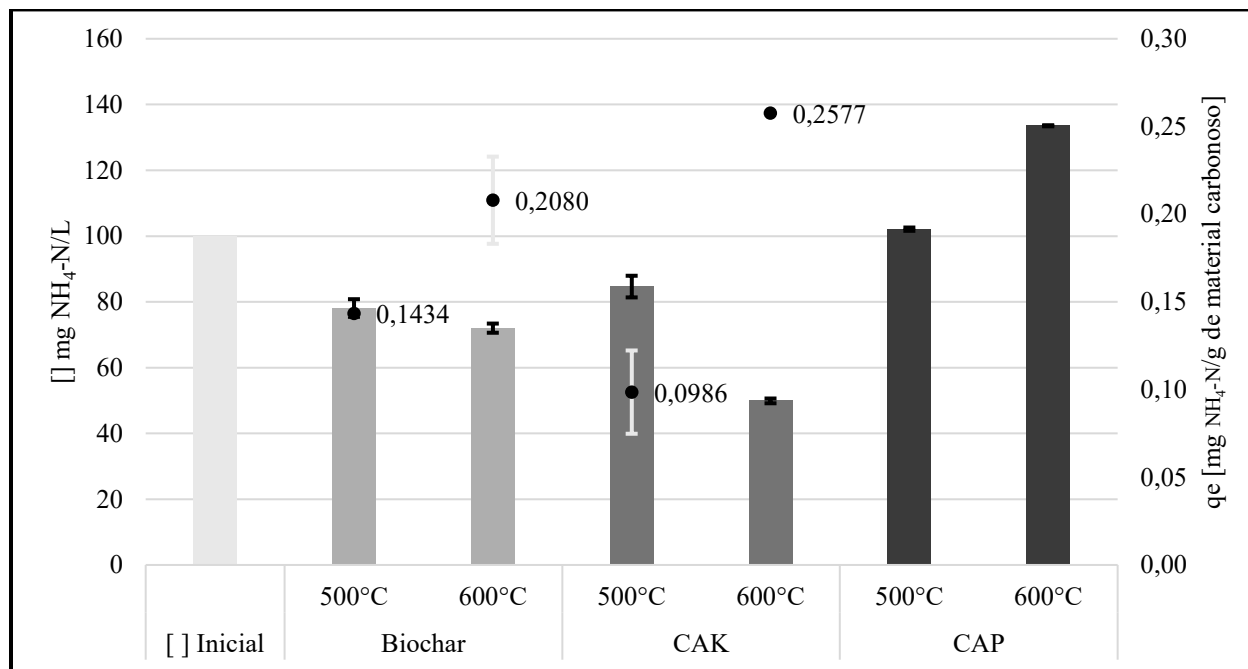
Por otro lado, en la figura 4 se presentaron los resultados de adsorción de amonio. Con respecto al biochar obtenido a 500°C, la concentración disminuye de 100 mg de $NH_4\text{-N/L}$ a $78\pm 2,6$ mg de $NH_4\text{-N/L}$ aproximadamente (porcentaje de remoción por adsorción del 21,9%), lo que demuestra una capacidad de adsorción en el equilibrio de $0,1434\pm 3,4\cdot 10^{-2}$ mg de $NH_4\text{-N/g}$, mientras que el biochar producido a 600°C presentó una mayor adsorción llegando hasta $72\pm 1,3$ mg de $NH_4\text{-N/L}$ y un q_e de $0,2080\pm 8,3\cdot 10^{-4}$ mg de $NH_4\text{-N/g}$. Este comportamiento concuerda con lo reportado en la literatura donde indica que el incremento de la temperatura de pirólisis favorece

el desarrollo de estructuras aromáticas y porosas que incrementan la interacción con especies nitrogenadas (Lehmann & Joseph, 2015). Asimismo, diversos estudios señalan que el uso de temperaturas cercanas a 600°C genera un biochar con mayor área superficial y una mayor disponibilidad de sitios activos para la adsorción de compuesto inorgánicos (Mohan et al., 2014).

Por otro lado, en los carbones activados, se observa un comportamiento dependiente del agente activante. El material activado químicamente con KOH (CAK) mostró un aumento en la capacidad de adsorción q_e al aumentar la temperatura de activación de 500 a 600°C, pasando de $0,0986 \pm 2,4 \cdot 10^{-2}$ mg de $\text{NH}_4\text{-N/g}$ para CAK500 a $0,2577 \pm 2,3 \cdot 10^{-2}$ mg de $\text{NH}_4\text{-N/g}$ para CAK600 respectivamente, permitiendo obtener concentraciones finales de $84,649 \pm 3,3$ mg de $\text{NH}_4\text{-N/L}$ y $49,889 \pm 0,7$ mg de $\text{NH}_4\text{-N/L}$, respectivamente. Este resultado se le atribuye al desarrollo de una red microporosa más extensa y al aumento del área superficial, fenómenos ampliamente descritos para la activación de KOH (Marsh & Rodríguez Reinoso, 2006). Por otro lado, los carbones activados con H_3PO_4 (CAP) obtuvieron concentraciones finales superiores a la inicial, con valores de $102,108 \pm 0,5$ mg de $\text{NH}_4\text{-N/L}$ para CAP500 y $133,549 \pm 0,7$ mg de $\text{NH}_4\text{-N/L}$ para CAP600, lo que sugiere una posible liberación de compuestos nitrogenados retenidos en la matriz carbonosa debido a un mal lavado o la presencia de grupos superficiales que desfavorecen la retención de amonios. Este comportamiento ha sido reportado en materiales carbonosos derivados de lodos cuando la química superficial está dominada por grupos ácidos fosforados que generan repulsión electrostática frente a especies catiónicas (Foo & Hameed, 2012; Tan et al., 2015).

Figura 4.

Concentración de amonio ($\text{NH}_4\text{-N}$) (barras, eje principal) y capacidad de adsorción en el equilibrio (q_e) (puntos, eje secundario) de biochar y carbones activados obtenidos.



De las figuras 3 y 4 se puede evidenciar que el biochar tanto a 500°C como a 600°C son los más adecuados para la recuperación de fosfatos, con porcentajes de recuperación de fosfatos 60,1% y 75,6%, para B500 y B600 respectivamente, valores comparables a los reportados con biochar de lodos pirolizados a temperaturas similares, quienes obtuvieron remociones de 58,7% a 76,1% (H. Yuan et al., 2015). Con respecto a la adsorción del amonio, los biochar B500 y B600 alcanzaron una remoción por adsorción de amonio entre 21,9% y 28% respectivamente, lo cual ya ha sido reportado dentro del rango de 18% a 32% para biochar en condiciones análogas (Akbar et al., 2025). En este sentido, se destaca el carbón activado CAK600 debido a que presenta el mayor porcentaje de remoción por adsorción de amonio con un 50,1%, resultado coherente para carbones activados con KOH con una recuperación de amonio de hasta del 53,4% (Zhu et al., 2016).

5. Conclusiones

La valorización de lodos digeridos de aguas residuales domésticas mediante procesos termoquímicos (a temperaturas de 500°C y 600°C) permitió obtener materiales carbonosos (como los biochar y carbones activados con KOH) para aplicaciones medioambientales como adsorbentes. Esto demuestra que este residuo constituye una materia prima con potencial, permitiendo contribuir a estrategias de economía circular orientadas al aprovechamiento sostenible de biosólidos y recuperación de nutrientes.

La caracterización fisicoquímica de los materiales obtenidos evidenció diferencias sustanciales en función del agente activante y de la temperatura de activación. Es el caso del carbón activado con KOH a 600°C, éste presentó el mayor desarrollo estructural, con un A_{BET} de 109 m²/g, un volumen de poro de 0,0768 cm³/g y un tamaño de poro de 11 nm, mientras que los carbones activados con H₃PO₄ mostraron estructuras poco desarrolladas. Los valores del pH_{pzc} reflejaron superficies de carácter básico para los carbones activados con KOH, ácido para los carbones activados con H₃PO₄ y neutro para los biochar.

La evaluación de la recuperación de amonio y fosfatos mediante adsorción en modo batch reveló que la eficiencia de remoción de nutrientes no está condicionada únicamente al área superficial, sino también por la química superficial de cada material. Para la recuperación de fosfatos, el biochar obtenido a 600°C tuvo el mejor desempeño de adsorción con un valor de q_e de 0,0416 mg de PO₄-P/g de B600, mientras que para recuperación de amonio, el carbón activado con KOH a 600°C alcanzó la mayor capacidad de adsorción de 0,2577 mg de NH₄-N /g.

6. Recomendaciones

- ✓ Terminar de obtener el área BET de los biochar y carbones activados faltantes, para mirar su influencia en los cambios obtenidos.
- ✓ Determinar la cantidad de metales pesados presentes en los materiales para ver su influencia sobre la adsorción de los nutrientes.
- ✓ Realizar la cinética de adsorción y las isothermas de adsorción/desorción de cada uno de los materiales para obtener el tiempo y la capacidad máxima de adsorción.

Referencias bibliográficas

- Ahmad, M., Rajapaksha, A. U., Lim, J. E., Zhang, M., Bolan, N., Mohan, D., Vithanage, M., Lee, S. S., & Ok, Y. S. (2014). Biochar as a sorbent for contaminant management in soil and water: A review. In *Chemosphere* (Vol. 99, pp. 19–33). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2013.10.071>
- Akbar, S. A., Mauliza, L., & Fazli, R. R. (2025). Recent advances in carbon-based adsorbent materials for ammonium removal from water. *BIO Web of Conferences*, 156. <https://doi.org/10.1051/bioconf/202515602014>
- Akter, Mst. M., Hosen, Md. A., Gilroyed, B. H., Akter Eti, S., Sarker, P., Kabir, M. M., & Mohinuzzaman, M. (2024). Nutrient Recovery for Fertilizer Production and Wastewater Treatment for a Circular Economy. *ACS Sustainable Resource Management*, 1(4), 787–798. <https://doi.org/10.1021/acssusresmgt.4c00016>
- Alcañiz-Monge, J., Román-Martínez, M. D. C., & Lillo-Ródenas, M. Á. (2022). Chemical Activation of Lignocellulosic Precursors and Residues: What Else to Consider? In *Molecules* (Vol. 27, Number 5). MDPI. <https://doi.org/10.3390/molecules27051630>
- Almahbashi, N. M. Y., Kutty, S. R. M., Ayoub, M., Noor, A., Salihi, I. U., Al-Nini, A., Jagaba, A. H., Aldhawi, B. N. S., & Ghaleb, A. A. S. (2021). Optimization of preparation conditions of sewage sludge based activated carbon. *Ain Shams Engineering Journal*, 12(2), 1175–1182. <https://doi.org/10.1016/j.asej.2020.07.026>
- AlSayed, A., Soliman, M., & Eldyasti, A. (2020). Anaerobic-based water resources recovery facilities: A review. In *Energies* (Vol. 13, Number 14). MDPI AG. <https://doi.org/10.3390/en13143662>
- Álvarez-Merino, M. A., Fontecha-Cámara, M. A., López-Ramón, M. V., & Moreno-Castilla, C. (2008). Temperature dependence of the point of zero charge of oxidized and non-oxidized activated carbons. *Carbon*, 46(5), 778–787. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2008.02.002>
- American Public Health Association, American Water Works Association, & Water Environment Federation. (2017a). 2540 SOLIDS. In *Standard Methods For the Examination of Water and Wastewater* (23rd ed.). American Public Health Association. <https://doi.org/10.2105/SMWW.2882.030>
- American Public Health Association, American Water Works Association, & Water Environment Federation. (2017b). 5220 CHEMICAL OXYGEN DEMAND (COD). In *Standard Methods For the Examination of Water and Wastewater* (23rd ed.). American Public Health Association. <https://doi.org/10.2105/SMWW.2882.103>

- Bakatula, E. N., Richard, D., Neculita, C. M., & Zagury, G. J. (2018). Determination of point of zero charge of natural organic materials. *Environmental Science and Pollution Research*, 25(8), 7823–7833. <https://doi.org/10.1007/s11356-017-1115-7>
- Betancurt Romero, H. M., Lapo Calderón, B. G., & Ayala Armijos, J. H. (2022). Evaluación de la obtención de carbón activado a partir lodos de depuradoras de aguas residuales de la comunidad de Valencia: revisión bibliográfica. *Ingeniería Industrial*, (43), 137–158. <https://doi.org/10.26439/ing.ind2022.n43.5959>
- Carreño Hernández, G., Pulido Melián, E., & Santiago, D. E. (2025). Synthesis of activated carbon from sewage sludge using phosphoric acid as activating agent. *Environmental Science and Pollution Research*. <https://doi.org/10.1007/s11356-025-36516-y>
- Chen, J., Cao, S., Wang, J., Chen, Z., Jin, J., & Zhang, Y. (2022). Sludge Activated Carbon Prepared by High Dehydration and Carbonization Equipment and Adsorb Phosphorus in Wastewater. *Advances in Transdisciplinary Engineering*, 23, 1096–1102. <https://doi.org/10.3233/ATDE220388>
- Chen, J., Cao, S., Wang, J., Chen, Z., Jin, J., Yang, & Zhang. (2022). *Sludge Activated Carbon Prepared by High Dehydration and Carbonization Equipment and Adsorb Phosphorus in Wastewater*. <https://api.semanticscholar.org/CorpusID:261953993>
- Chernicharo, C. A. de Lemos. (2007). *Anaerobic reactors. Volume 4 ; Biological wastewater treatment*. IWA Publishing.
- Decreto 774 de 2025. (2025). Decreto 774 de 2025. In *Obtenido de Diario Oficial de la República de Colombia*. <https://www.funcionpublica.gov.co/eva/gestornormativo/norma.php?i=260716>
- Departamento nacional de planeación. (2016). *Política nacional para la gestión integral de residuos sólidos (Documento CONPES 3874)*.
- Di Bianca, M., Borchì, C., Lotti, G., Rizzo, A. M., & Salimbeni, A. (2026). Phosphorus recovery and adsorbents production from municipal sewage sludge by the integration of slow pyrolysis and chemical leaching. *Cleaner Engineering and Technology*, 30. <https://doi.org/10.1016/j.clet.2025.101140>
- Documento técnico proyecto BPIN 2021000100536*. (2021).
- Elser J, & Bennett E. (2011). Phosphorus cycle: A broken biogeochemical cycle. *Nature*, 29–31.
- Foo, K. Y., & Hameed, B. H. (2012). Preparation, characterization and evaluation of adsorptive properties of orange peel based activated carbon via microwave induced K₂CO₃ activation. *Bioresource Technology*, 104, 679–686. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2011.10.005>

- Gęca, M., Wiśniewska, M., & Nowicki, P. (2022). Biochars and activated carbons as adsorbents of inorganic and organic compounds from multicomponent systems – A review. *Advances in Colloid and Interface Science*, 305, 102687. <https://doi.org/10.1016/j.cis.2022.102687>
- Hagemann, N., Spokas, K., Schmidt, H. P., Kägi, R., Böhler, M. A., & Bucheli, T. D. (2018). Activated carbon, biochar and charcoal: Linkages and synergies across pyrogenic carbon's ABCs. In *Water (Switzerland)* (Vol. 10, Number 2). MDPI AG. <https://doi.org/10.3390/w10020182>
- Halalsheh, M., Shatanawi, K., Shawabkeh, R., Kassab, G., Mohammad, H., Adawi, M., Ababneh, S., Abdullah, A., Ghantous, N., Balah, N., & Almomani, S. (2024). Impact of temperature and residence time on sewage sludge pyrolysis for combined carbon sequestration and energy production. *Heliyon*, 10(7). <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2024.e28030>
- Hossain, M. K., Strezov Vladimir, V., Chan, K. Y., Ziolkowski, A., & Nelson, P. F. (2011). Influence of pyrolysis temperature on production and nutrient properties of wastewater sludge biochar. *Journal of Environmental Management*, 92(1), 223–228. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2010.09.008>
- Huggins TM, Haeger A, Biffinger JC, & Ren ZJ. (2016). Granular biochar compared with activated carbon for wastewater treatment and resource recovery. *Water Research*, 165–176.
- Hunsom, M., & Autthanit, C. (2013). Adsorptive purification of crude glycerol by sewage sludge-derived activated carbon prepared by chemical activation with H₃PO₄, K₂CO₃ and KOH. *Chemical Engineering Journal*, 229, 334–343. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2013.05.120>
- Inyang, M. I., Gao, B., Yao, Y., Xue, Y., Zimmerman, A., Mosa, A., Pullammanappallil, P., Ok, Y. S., & Cao, X. (2016). A review of biochar as a low-cost adsorbent for aqueous heavy metal removal. *Critical Reviews in Environmental Science and Technology*, 46(4), 406–433. <https://doi.org/10.1080/10643389.2015.1096880>
- Jin, H., Capareda, S., Chang, Z., Gao, J., Xu, Y., & Zhang, J. (n.d.). *Biochar pyrolytically produced from municipal solid wastes for aqueous As(V) removal: Adsorption property and its improvement with KOH activation*. RSC Advances.
- Kiriukhin, M. Y., & Collins, K. D. (2002). Dynamic hydration numbers for biologically important ions. *Biophysical Chemistry*, 99(2), 155–168. [https://doi.org/10.1016/S0301-4622\(02\)00153-9](https://doi.org/10.1016/S0301-4622(02)00153-9)
- Lehmann, J., & Joseph, S. (2015a). *Biochar for Environmental Management*.

- Li, J., Li, B., Huang, H., Lv, X., Zhao, N., Guo, G., & Zhang, D. (n.d.). Removal of phosphate from aqueous solution by dolomite-modified biochar derived from urban dewatered sewage sludge. *Science of the Total Environment*, 460–469.
- Li, Q., Wang, H., Huang, C., Wang, P., Zhu, J., Jiang, Y., Deng, Y., Wang, Z., & Hou, Z. (2026). Preparation of phosphate adsorbent with high affinity for simultaneous phosphorus recovery from sludge phosphorus release solution. *Separation and Purification Technology*, 396. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2026.138005>
- Li, Y., Zhang, X., Chen, H., Wang, J., & Liu, Z. (n.d.). Phosphorus release and recovery behavior of phosphorus-containing activated carbons derived from sewage sludge. *Environmental Science and Pollution Research*, 5872–5885.
- Li, Z., Zhang, Y., Deng, F., Peng, S., Huang, Z., Gen, X., Peng, W., & Dong, J. (2026). PREPARATION OF STRAW-SLUDGE BASED ACTIVATED CARBON FOR THE TREATMENT OF PHOSPHORUS-CONTAINING WASTEWATER. *World Journal of Engineering Research*, 4(3), 46–53. <https://doi.org/10.61784/wjer3098>
- Liang, J., Ye, J., Shi, C., Zhang, P., Guo, J., Zubair, M., Chang, J., & Zhang, L. (2022). Pyrolysis temperature regulates sludge-derived biochar production, phosphate adsorption and phosphate retention in soil. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 10(3), 107744. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2022.107744>
- Lillo-Rodenas, M., Cazorla-Amoros, D., & Linares-Solanó, A. (2003). Understanding chemical reactions between carbons and NaOH and KOH An insight into the chemical activation mechanism. In *Carbon* (Vol. 41).
- Marsh, H., & Rodríguez Reinoso, F. (2006). *Activated Carbon*. Elsevier Science & Technology. <http://ebookcentral.proquest.com/lib/bibliouis-ebooks/detail.action?docID=269972>
- Martínez-Alvarenga, H., Gutiérrez, M. C., Gómez-Cámer, J. L., Benítez, A., Martín, M. A., & Caballero, A. (2024). Integral evaluation of effective conversion of sewage sludge from WWTP into highly porous activated carbon. *Journal of Environmental Management*, 351. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2023.119822>
- Marzeddu, S., Décima, M. A., Camilli, L., Bracciale, M. P., Genova, V., Paglia, L., Marra, F., Damizia, M., Stoller, M., Chiavola, A., & Boni, M. R. (2022). Physical-Chemical Characterization of Different Carbon-Based Sorbents for Environmental Applications. *Materials*, 15(20). <https://doi.org/10.3390/ma15207162>
- Mo, J., Li, Q., Sun, X., Zhang, H., Xing, M., Dong, B., & Zhu, H. (2024). Capacity and Mechanisms of Phosphate Adsorption on Lanthanum-Modified Dewatered Sludge-Based Biochar. *Water (Switzerland)*, 16(3). <https://doi.org/10.3390/w16030418>

- Mohan, D., Sarswat, A., Ok, Y. S., & Pittman, C. U. (2014). Organic and inorganic contaminants removal from water with biochar, a renewable, low cost and sustainable adsorbent - A critical review. *Bioresource Technology*, 160, 191–202. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2014.01.120>
- Peña, M. R. (2016). *En Memorias del XII Seminario Latinoamericano y del Caribe de Ingeniería Sanitaria y Ambiental*. ACODAL.
- RAMÍREZ, O. (2013). *PRODUCCIÓN DE CARBONES ACTIVADOS POR ACTIVACIÓN QUÍMICA CON H₃PO₄ A PARTIR DE CARBÓN PIROLÍTICO DE BAGAZO DE CAÑA DE AZÚCAR*.
- Rodríguez, P., Giraldo, L., & Moreno, J. C. (n.d.). *INFLUENCIA DEL pH SOBRE LA ADSORCIÓN EN CARBÓN ACTIVADO DE Cd(II) Y Ni(II) DESDE SOLUCIONES ACUOSAS Fisicoquímica e Inorgánica* (Vol. 39).
- Ros, A., Lillo-Ródenas, M. A., Fuente, E., Montes-Morán, M. A., Martín, M. J., & Linares-Solano, A. (2006). High surface area materials prepared from sewage sludge-based precursors. *Chemosphere*, 65(1), 132–140. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2006.02.017>
- Saleh, A. A. S., Ibrahim, N., Awang, N. R., & Akbar, N. A. (2021). Characteristics study of ammonia-n and phosphorus in sewage wastewater effluent: A case study of Alkhumrah, Jeddah Wastewater Treatment Plant. *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, 842(1). <https://doi.org/10.1088/1755-1315/842/1/012034>
- Sengupta, S., Nawaz, T., & Beaudry, J. (2015). Nitrogen and Phosphorus Recovery from Wastewater. In *Current Pollution Reports* (Vol. 1, Number 3, pp. 155–166). Springer. <https://doi.org/10.1007/s40726-015-0013-1>
- Tan, X., Liu, Y., Zeng, G., Wang, X., Hu, X., Gu, Y., & Yang, Z. (2015). Application of biochar for the removal of pollutants from aqueous solutions. In *Chemosphere* (Vol. 125, pp. 70–85). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2014.12.058>
- Tomczak, W. (2022). The Application of the Nanofiltration Membrane NF270 for Separation of Fermentation Broths. *Membranes*, 12(12). <https://doi.org/10.3390/membranes12121263>
- Tomczyk, A., Sokołowska, Z., & Boguta, P. (2020). Biochar physicochemical properties: pyrolysis temperature and feedstock kind effects. In *Reviews in Environmental Science and Biotechnology* (Vol. 19, Number 1, pp. 191–215). Springer. <https://doi.org/10.1007/s11157-020-09523-3>
- United States Environmental Protection Agency. (1993). *Method 410.4, Revision 2.0: The Determination of Chemical Oxygen Demand by Semi-Automated Colorimetry*. www.epa.gov

- Wang, C. Y., Wang, Q., Zhou, H. D., Fang, X., Zeng, Q., & Zhu, G. (2024a). Adsorption of phosphate over a novel magnesium-loaded sludge-based biochar. *PLoS ONE*, 19(4 April). <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0301986>
- Wang, C. Y., Wang, Q., Zhou, H. D., Fang, X., Zeng, Q., & Zhu, G. (2024b). Adsorption of phosphate over a novel magnesium-loaded sludge-based biochar. *PLoS ONE*, 19(4 April). <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0301986>
- Wang, J., & Wang, S. (2019). Preparation, modification and environmental application of biochar: A review. *Journal of Cleaner Production*, 227, 1002–1022. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.04.282>
- Wang, Q., Wang, C. Y., Zhou, H. D., Xue, D. X., Xiong, X. L., & Zhu, G. (2024). Simultaneous adsorption of ammonia nitrogen and phosphate on electro-assisted magnesium/aluminum-loaded sludge-based biochar and its utilization as a plant fertilizer. *PLoS ONE*, 19(10 October). <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0311430>
- Yang, Q., Wang, X., Luo, W., Sun, J., Xu, Q., Chen, F., Zhao, J., Wang, S., Yao, F., Wang, D., Li, X., & Zeng, G. (2018). Effectiveness and mechanisms of phosphate adsorption on iron-modified biochars derived from waste activated sludge. *Bioresource Technology*, 247, 537–544. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2017.09.136>
- Yang, T., & Lua, A. C. (2003). Characteristics of activated carbons prepared from pistachio-nut shells by potassium hydroxide activation. *Microporous and Mesoporous Materials*, 63(1–3), 113–124. [https://doi.org/10.1016/S1387-1811\(03\)00456-6](https://doi.org/10.1016/S1387-1811(03)00456-6)
- Yuan, H., Lu, T., Huang, H., Zhao, D., Kobayashi, N., & Chen, Y. (2015). Influence of pyrolysis temperature on physical and chemical properties of biochar made from sewage sludge. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 112, 284–289. <https://doi.org/10.1016/j.jaap.2015.01.010>
- Yuan, J. H., Xu, R. K., & Zhang, H. (2011). The forms of alkalis in the biochar produced from crop residues at different temperatures. *Bioresource Technology*, 102(3), 3488–3497. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2010.11.018>
- Zhao, L., Sun, Z. F., Pan, X. W., Tan, J. Y., Yang, S. S., Wu, J. T., Chen, C., Yuan, Y., & Ren, N. Q. (2023). Sewage sludge derived biochar for environmental improvement: Advances, challenges, and solutions. In *Water Research X* (Vol. 18). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/j.wroa.2023.100167>
- Zhu, N., Yan, T., Qiao, J., & Cao, H. (2016). Adsorption of arsenic, phosphorus and chromium by bismuth impregnated biochar: Adsorption mechanism and depleted adsorbent utilization. *Chemosphere*, 164, 32–40. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2016.08.036>

Zishuai, H. E., Haitao, L. I., & Hong, G. A. O. (2024). Preparation of sludge-based activated carbon and its application for phosphorus adsorption. *Gongye Shui Chuli*, 44.
<https://doi.org/10.19965/j.cnki.iwt.2023-1126>

Apéndices

Apéndice A. Protocolos de operación (RAMÍREZ, 2013)

Protocolo de Impregnación para activación con H_3PO_4 y KOH

El protocolo de impregnación con H_3PO_4 contempla los siguientes pasos:

1. Pesar la cápsula porta-muestra (previamente lavada y seca) que se usará para la impregnación.
2. Pesar en la cápsula porta-muestra la cantidad de muestra a impregnar.
3. Calcular y medir el volumen de ácido necesario para impregnar la muestra haciendo uso de la siguiente expresión:

$$V_{H_3PO_4} = \frac{R * m_{m1}}{\rho_{H_3PO_4}} * \frac{1}{[H_3PO_4]}$$

Donde $V_{H_3PO_4}$ es el volumen de H_3PO_4 [mL], R es la relación de impregnación a usar en la prueba [$g_{H_3PO_4}/g_{muestra}$], m_{m1} es la cantidad de muestra a impregnar [g], $\rho_{H_3PO_4}$ es la densidad aparente de la muestra [1,685g/cm³] y $[H_3PO_4]$ es la concentración de ácido fosfórico utilizado [0,85 mL ácido/mL disolución].

4. Diluir el ácido medido con agua destilada en un vaso de precipitados hasta completar un volumen de 10 mL, luego mezclar uniformemente esta solución con la muestra que se encuentra en la cápsula porta-muestra (se recomienda usar una espátula metálica). Finalmente tapar la cápsula porta-muestra con papel aluminio e introducir al reactor.

El protocolo de impregnación con KOH contempla los siguientes pasos:

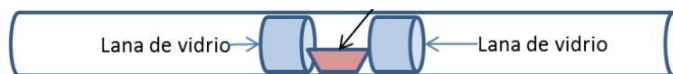
1. Pesar la cápsula porta-muestra (previamente lavada y seca) que se usará para la impregnación.
2. Pesar en la cápsula porta-muestra la cantidad de muestra a impregnar.
3. Calcular y adicionar a la cápsula porta-muestra la cantidad de KOH necesario para impregnar la muestra haciendo uso de la siguiente expresión:

$$m_{KOH} = m_{m1} * R$$

En donde m_{KOH} es la masa del KOH [g], R es la relación de impregnación a usar en la prueba [$g_{KOH}/g_{muestra}$] y m_{m1} es la cantidad de muestra a impregnar [g].

Protocolo de Carga del Reactor

1. Cargar el tubo de acero inoxidable con lana de vidrio y con la cápsula porta-muestra teniendo en cuenta la siguiente figura:



Introducir de la manera más suave posible la cápsula y la última sección de lana de vidrio, teniendo especial cuidado en no perder muestra. Se aconseja usar madera de balsa para introducir la cápsula y la lana.

2. Montar el tubo de acero inoxidable en el horno de modo que la cápsula quede ubicada en la parte central del horno. Marcar el tubo con una referencia para conocer la posición horizontal de la muestra y sellar herméticamente los extremos con las tapas correspondientes a la salida y entrada del gas de arrastre.

Se recomienda evitar movimientos bruscos cuando se realice el sellado, ya que se puede derramar la muestra dentro del tubo.

Protocolo de Arranque y Parada del Reactor

Establecidas las condiciones de operación a las cuales se debe llevar a cabo la prueba: Temperatura de activación (T), tiempo de activación (t) y relación másica de impregnación (R), se procede de la siguiente manera:

1. Abrir completamente la válvula del cilindro de Nitrógeno. Ajustar la presión de salida en 14,7 psi usando el regulador que posee el cilindro de Nitrógeno.
2. Estabilizar el flujo de N₂ en 100 mL/min apoyándose en el rotámetro previamente calibrado.
3. Realizar una prueba de fugas con agua-jabón a través de todas las uniones de la tubería observando con detalle la posible formación de burbujas. En caso de detectarse una fuga ajuste las uniones correspondientes y repita el paso.
4. Conectar el horno *Thermolyne Type 21100* a un tomacorriente de 110V.
5. Encender el horno oprimiendo el interruptor Power. El interruptor se iluminará.

La siguiente figura muestra el panel de control Max Thermo que posee el equipo y enumera los pulsadores con el fin de facilitar el seguimiento del protocolo:



6. Una vez encendido el equipo, oprimir y sostener dos segundos el pulsador 1 hasta que aparezca la opción *user* en el display del controlador.
7. Oprimir el pulsador 2. La opción *user* titila.
8. Oprimir el pulsador 4. Se muestra la opción *program*.

9. Oprimir y sostener dos segundos el pulsador 1. Se ingresa al menú de programación; el primer elemento que emerge es *SEG* e indica el número de segmento o paso que está ocurriendo en el programa. Por ejemplo, el controlador puede manejar hasta 8 rampas o pasos, si nos encontramos en el paso 3 aparecerá el número 3 en esta sección; si no está ejecutándose un programa aparecerá cero. (La opción *SEG* no se puede modificar, únicamente visualizar).
10. Oprimir el pulsador 1. Se muestra la opción *time*, indica el tiempo que falta para que termine el paso que se está ejecutando. Los números a la izquierda del punto indican horas y los números a la derecha del punto indican minutos, por ejemplo, 1.05 significa que falta una hora y cinco minutos para finalizar el paso. (La opción *time* no se puede modificar).
11. Oprimir el pulsador 1. Se muestra la opción *EndS*, indica el número de pasos que queremos programar. En este caso únicamente se usará un paso (una rampa) para la activación del biochar. Para modificar la opción *EndS* presionar el pulsador 2 y con los pulsadores 3 o 4 ubicar el número 1 en el display. Nuevamente se presiona el pulsador 1 para fijar la selección.
12. Oprimir el pulsador 1. Se muestra la opción *SVI*, indica la temperatura que se quiere alcanzar en la rampa 1. En este caso la temperatura a la cual se llevará a cabo la activación. Para modificar la opción *SVI* presionar el pulsador 2 y con los pulsadores 3 o 4 ubicar la temperatura de activación (T) deseada en °C. Nuevamente presionar el pulsador 1 para fijar la selección.
13. Oprimir el pulsador 1. Se muestra la opción *tpI*, indica el tiempo transcurrido en llegar a la temperatura de activación (T) desde la temperatura ambiente (to). Este

tiempo depende de la rampa que se desee usar en la activación y se calcula con la siguiente expresión:

$$tp1 [min] = \frac{T [^{\circ}C] - t_o [^{\circ}C]}{Rampa\ de\ calentamiento\ [\frac{^{\circ}C}{min}]}$$

Una vez determinado $tp1$ se aproxima a su minuto superior y ese valor se ingresa de la siguiente forma: Oprimir el pulsador 2 y con los pulsadores 3 o 4 introducir $tp1$ recordando que los números a la izquierda del punto son horas y a la derecha son minutos. Luego oprimir el pulsador 1 para fijar la selección.

14. Oprimir el pulsador 1. Se muestra la opción $ts1$, indica el tiempo que se debe sostener la temperatura de activación. En este caso corresponde al tiempo de residencia (τ). Para modificar se debe presionar el pulsador 2 y con los pulsadores 3 o 4 ubicar el tiempo τ . Seguidamente oprimir el pulsador 1 para fijar la selección.
15. Una vez programadas las condiciones anteriores se procede a iniciar el programa presionando y sosteniendo durante tres segundos el pulsador 4. Un led color verde encenderá en el display del controlador indicando el arranque del programa.
16. Finalizado el programa, en el display parpadeará el mensaje $EndP$. Para regresar al menú principal del controlador oprimir y sostener el pulsador 3 seguido del pulsador.
17. Dejar que la temperatura descienda hasta alcanzar los 70°C y cerrar el paso de N₂.
18. Apagar el horno presionando el interruptor *Power*.

Protocolo de Descarga del Reactor

Es prudente realizar la descarga del reactor cuando la temperatura del horno sea menor o igual a 70°C y se recomienda emplear guantes apropiados para esa temperatura. El

protocolo de descarga contempla los siguientes pasos:

1. Retirar cuidadosamente las tapas de entrada y salida al tubo de acero inoxidable (usar máscara para gases).
2. Desmontar el tubo del soporte del horno en forma horizontal, procurar no inclinar el tubo para evitar pérdidas de carbón activado.
3. Retirar la lana de vidrio. Esta lana de vidrio estará contaminada y se deberá cambiar para el siguiente experimento.
4. Retirar cuidadosamente la cápsula porta-muestra, taparla con papel aluminio y permitir que alcance la temperatura ambiente en desecador.
5. Pesar la cápsula con el papel aluminio, luego retirar el papel aluminio y pesarlo.
6. Nuevamente cubrir la cápsula con papel aluminio para prevenir pérdidas mientras se preparan los materiales para el lavado.
7. Lavar profundamente el tubo de acero inoxidable con agua y jabón, secar con aire para el siguiente experimento y guardarlo.

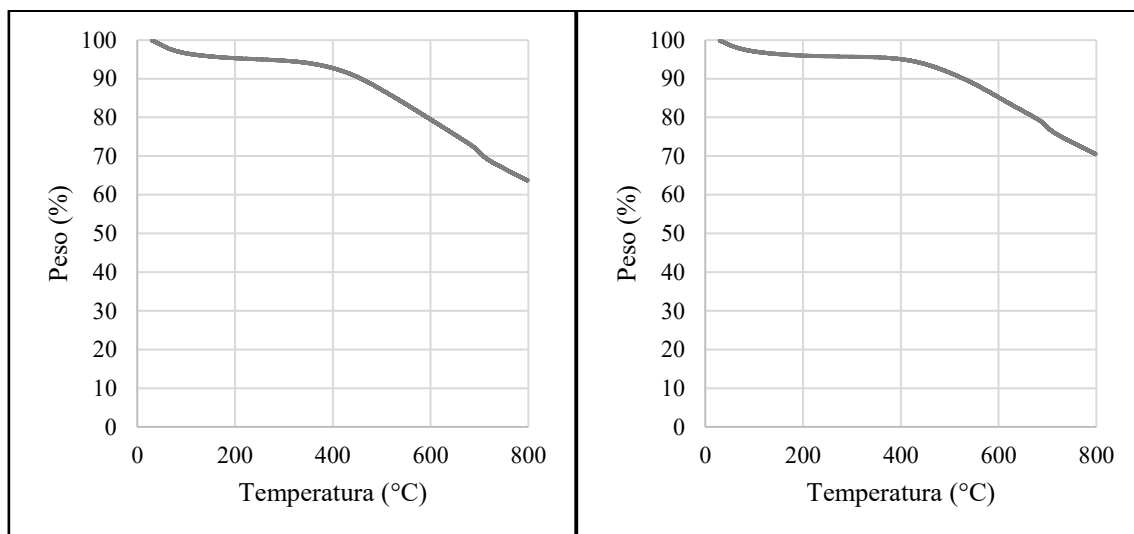
Protocolo de lavado del Carbón Activado

1. Introducir todo el carbón activado y un agitador magnético en un vaso de precipitados de 250 mL, neutralizar con una solución 0,1 M de NaOH o HCl según sea el caso y posteriormente filtrar la mezcla.
2. Poner en contacto el carbón activado con aproximadamente 200 mL de agua destilada en un vaso de precipitado. Ubicar el vaso en una plancha de calentamiento a una temperatura aproximada de 55°C con una agitación de 300 rpm y dejar agitando por 20 minutos.
3. Retirar el vaso de la plancha, filtrar la mezcla y medir el pH del agua saliente. No

olvidar disponer adecuadamente el agua filtrada en el contenedor de residuos.

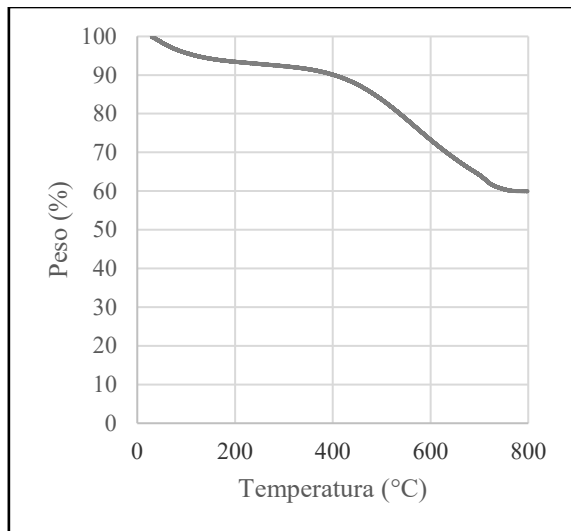
4. Repetir los pasos 2) y 3) hasta que el agua de salida alcance un pH mayor 5,5.
5. Ubicar el carbón activado en una estufa de calentamiento a 105°C por un periodo no inferior a 4 horas. Se puede hacer colocando el filtro con el carbón dentro de un vaso de precipitados del tamaño adecuado.
6. Retirar el carbón de la estufa de calentamiento, guardarlo en una bolsa debidamente marcada e introducirlo en un desecador.

Apéndice B. Curvas TGA de los biochar y carbones activados

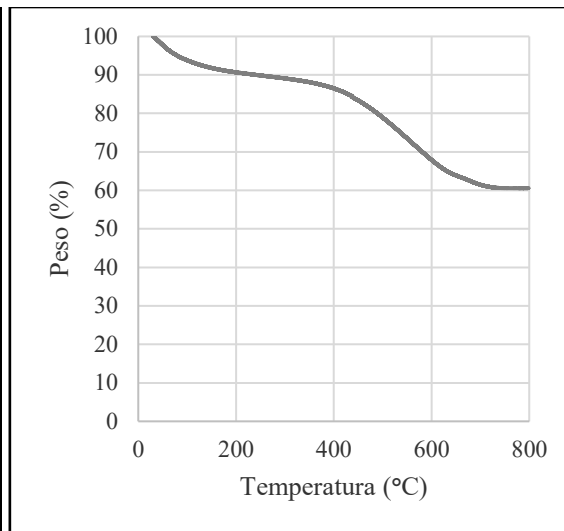


a)

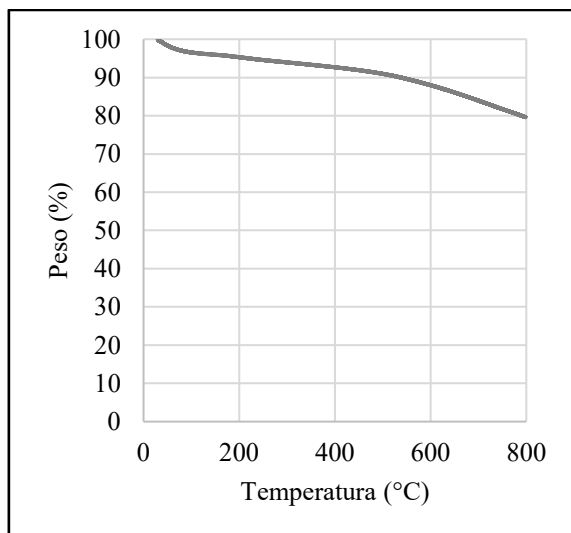
b)



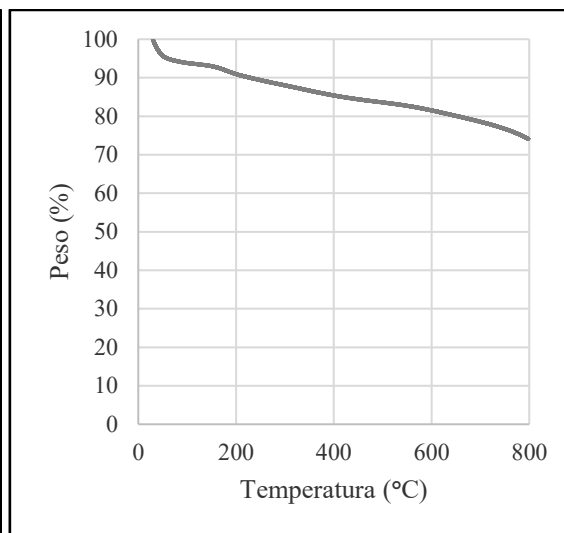
c)



d)



e)



f)

Figura B1: Curvas TGA de los biochar B500 (a), B600 (b) y los carbones activados CAK500 (c), CAK600 (d), CAP500 (e) y CAP600 (f)

Apéndice C. Puntos ceros de carga para los biochar y carbones activados

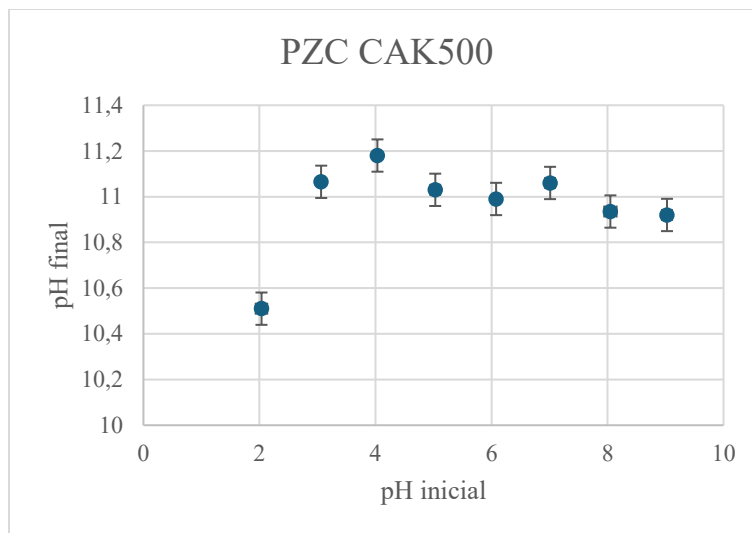


Figura C1: Punto cero de carga de CAK500. Agitación: 250 rpm. Relación: 0,2 g de CA con 10 mL de solución de NaCl

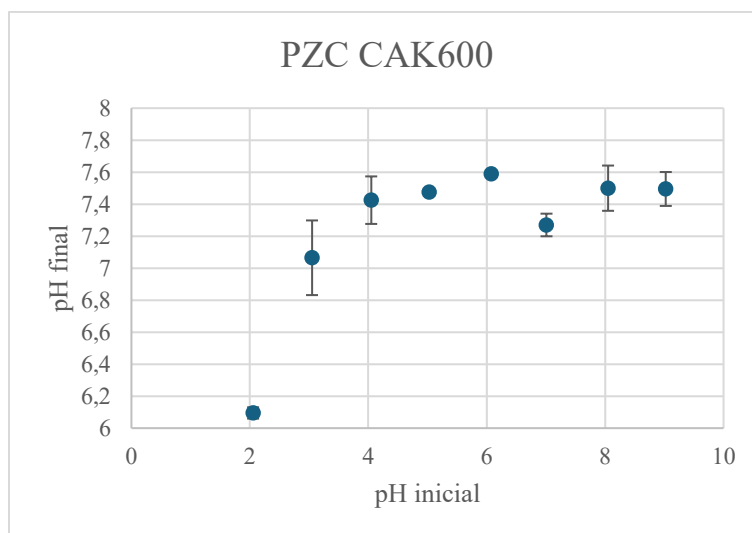


Figura C2: Punto cero de carga CAK600. Agitación: 250 rpm. Relación: 0,2 g de CA con 10 mL de solución de NaCl

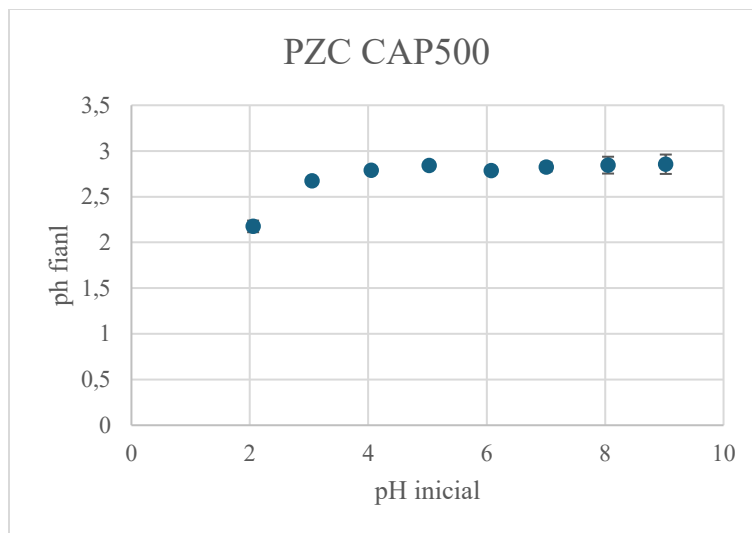


Figura C3: Punto cero de carga CAP500. Agitación: 250 rpm. Relación: 0,2 g de CA con 10 mL de solución de NaCl

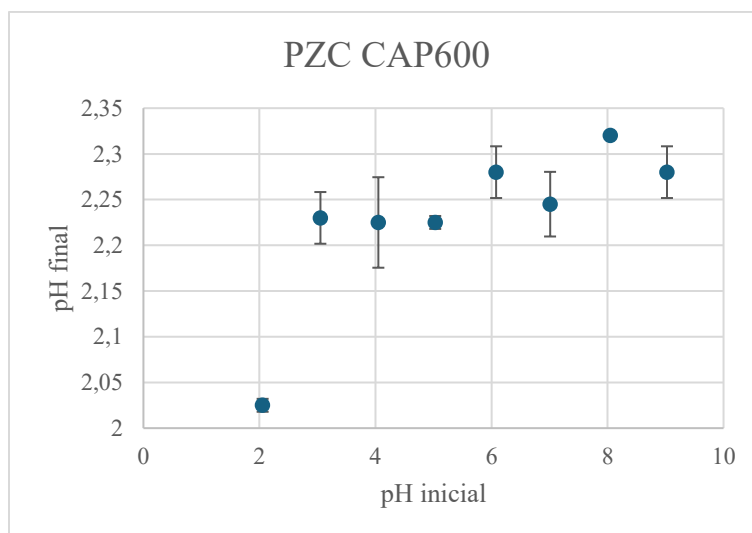


Figura C4: Punto cero de carga CAP600. Agitación: 250 rpm. Relación: 0,2 g de CA con 10 mL de solución de NaCl

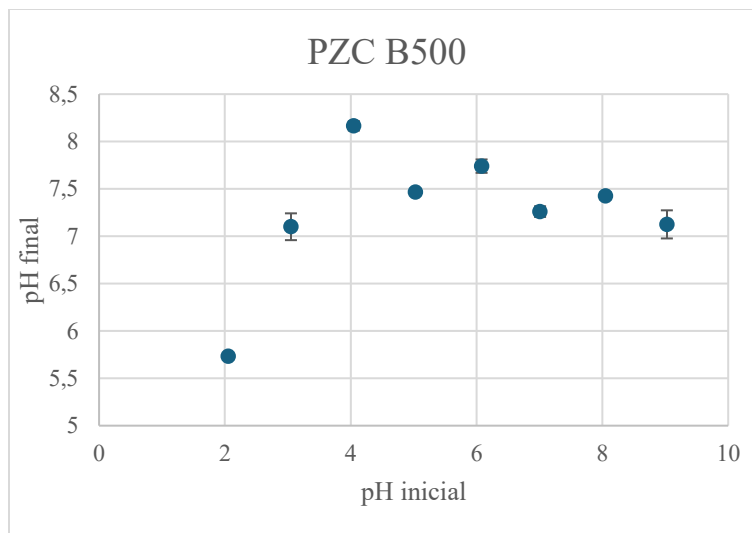


Figura C5: Punto cero de carga CAB500. Agitación: 250 rpm. Relación: 0,2 g de CA con 10 mL de solución de NaCl

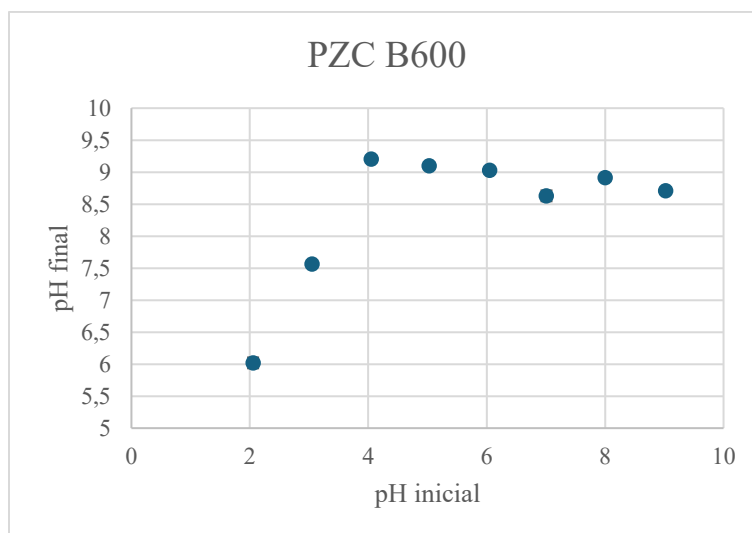


Figura C6: Punto cero de carga CAB600. Agitación: 250 rpm. Relación: 0,2 g de CA con 10 mL de solución de NaCl