

OBTENCIÓN DE CARBÓN ACTIVADO A PARTIR DE CÁSCARA DE COCO PRETRATADA CON VAPOR

Jorge Velásquez J. [†], Luz Adriana Mejía T., Federico Carrasquilla G., Ricardo López S., Beatriz Garcés B.

Universidad Pontificia Bolivariana. Facultad de Ingeniería Química. Grupo de Investigación Pulpa y Papel. Cq. 1 #70-01, Bl. 11, Medellín, Colombia.

Recibido 20 Abril 2007; aceptado 01 Junio 2007
Disponible en línea: 29 junio 2007

Resumen: La cáscara de coco se trató fisicoquímicamente para obtener carbón activado de alta calidad. La cáscara se sometió a un tratamiento con vapor para incrementar su contenido relativo de lignina y su accesibilidad química; la severidad del tratamiento, R_0 , se optimizó buscando el máximo índice de yodo del carbón activado obtenido. Se utilizó la metodología ANOVA variando $\log R_0$ entre 4.25 y 4.65, tomando como variable de respuesta el índice de yodo. Condiciones de la activación química con ácido fosfórico: relación ácido/cáscara de coco: 1.4; tiempo de impregnación: 48 h; activación: 1 h a 150 °C; carbonización: 2 h a 475 °C. La severidad del tratamiento con vapor tuvo un efecto significativo sobre el índice de yodo, posiblemente por la degradación de hemicelulosas y la modificación del grado de polimerización de la celulosa y la lignina. Se obtuvo un índice de yodo de 580 para el valor óptimo $\log R_0 = 4.35$. *Copyright © 2007 UPB.*

Abstract: The coconut shell was physically and chemically treated to obtain high quality activated carbon. Coconut shell was steam exploded to increase its relative lignin content and its chemical accessibility. The treatment severity, R_0 , was optimized to obtain the maximum iodine index. ANOVA methodology was used, $\log R_0$ was varied between 4.25 – 4.65, the response variable was iodine index. The chemical activation was carried out with phosphoric acid at the following conditions: acid/coconut shell ratio: 1.4; impregnation time: 48 h; activation: 1 h at 150 °C; carbonization: 2 h at 475 °C. The treatment severity had a statistically significant effect on iodine index, probably due to the hemicelluloses degradation and the modification of the cellulose and lignin polymerization degree. At the optimal treatment severity, $\log R_0 = 4.35$, the carbon iodine index was 580.

Keywords: Coconut shell, Activated carbon, Steam exploded

[†] Autor al que se le dirige la correspondencia:
Tel. (+574) 4159015 ext 9584, fax 4118779.
E-mail: jorge.velasquezj@upb.edu.co (Jorge Velásquez).

1. INTRODUCCIÓN

El carbón activado es uno de los adsorbentes más ampliamente utilizados y puede producirse a partir de una gran variedad de materiales ([Ahmadpour et al., 1997](#); [Laine et al., 1989](#); [González et al., 1997](#); [Dai et al., 1999](#)). La cáscara de coco es adecuada para la preparación de carbón activado micoporoso debido a su excelente estructura natural y a su bajo contenido de cenizas ([Pandolfo et al., 1994](#)). Existen dos métodos para la obtención de carbón activado: activación química o física. En la activación química, el agente de activación funciona como un agente deshidratante que inhibe la formación de alquitrán ([Toles et al., 1996](#); [Teng et al., 2000](#); [Caturra et al., 1991](#)). Sin embargo el producto requiere de lavado para remover sustancias inorgánicas residuales. La activación física utiliza agentes de activación gaseosos ([Rodríguez-Reinoso et al., 1995](#); [Lua et al., 2000](#)), pero requiere mucho tiempo y energía para la producción de carbones activados micoporosos.

Una posibilidad aún no explorada consiste en aplicar un tratamiento con vapor (*steam explosion*) a la materia prima antes de someterla a una activación. Este pretratamiento consiste en la exposición de las fibras a una alta presión de vapor (1.5-3.0 MPa) por un corto periodo de tiempo (1-10 minutos), seguida por una expansión súbita del material a presión atmosférica ([Velásquez et al., 2003](#)). Este proceso tiene por fin eliminar hemicelulosas para lograr un aumento porcentual del contenido de lignina del material. Una ventaja del pretratamiento con vapor reside en que la cantidad de energía que requiere es mucho menor que la necesaria en otros procesos físicos como la pirólisis, donde se deben mantener temperaturas elevadas durante grandes lapsos de tiempo.

En esta trabajo la cáscara de coco se pretrata con vapor y posteriormente se activa con ácido fosfórico. Se pretende determinar las bondades del pretratamiento con vapor, así como el mejor valor de su severidad para obtener el carbón activado con mayor área superficial.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1. Materiales

Materiales. La cáscara de coco (*Cocos Nucifera L.*) proviene de residuos de empresas alimenticias. El material se limpió y se partió en trozos de dimensión menor a 5 cm.

Reactor para el pretratamiento con vapor (*steam explosion*). El equipo fue diseñado y construido para autogenerar el vapor durante el pretratamiento. El sistema consiste en dos recipientes: un reactor de 0.5 litros y un tanque de despresurización de 3.5 litros. Se adiciona agua al reactor sin que entre en contacto con la cáscara de coco y mediante un calentamiento eléctrico el agua se vaporiza, de tal manera que la cáscara está siempre en contacto con vapor saturado y nunca con el líquido.

En la [Figura 1](#) se indican las dimensiones del equipo usado para el pretratamiento con vapor. Además, el montaje está equipado con un termopar, un registrador de temperatura y una chaqueta de calentamiento.

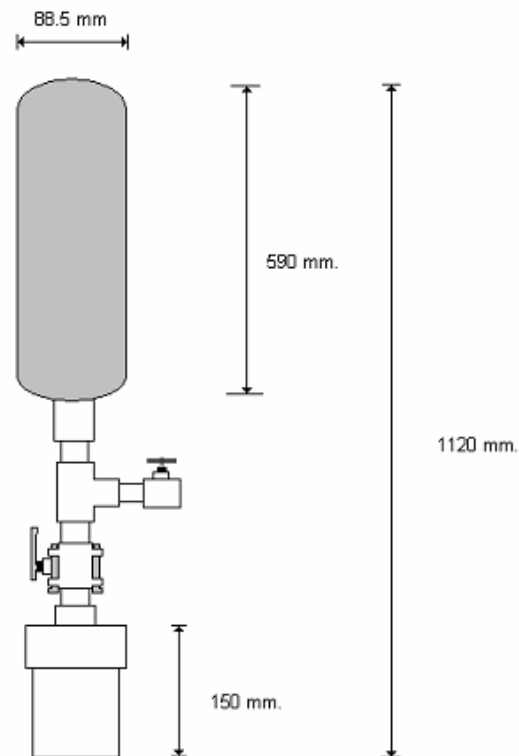


Fig. 1. Equipo de pretratamiento con vapor

2.2. Métodos

Pretratamiento con vapor. La cáscara de coco triturada (35 g) se introduce en el reactor. Se adiciona agua suficiente para generar vapor (70 mL), sin que la cáscara quede sumergida. El sistema se lleva a una temperatura (T) de 210°C y a una presión (P) de 1.8 MPa y se mantiene a estas condiciones durante un lapso de tiempo (t), que depende de la severidad de consigna. Posteriormente se lleva a cabo la expansión. El material pretratado se retira del sistema y se lava.

Activación química con H₃PO₄. Al material pretratado seco y triturado (15 g) se le adiciona ácido fosfórico (21 g). La mezcla se deja reposar durante 48 horas, agitando esporádicamente. Se introduce en la mufla durante 1 hora, a una temperatura de 150°C. Se eleva la temperatura de la mufla a 475°C y se deja durante 2 horas más. Se lava el material hasta obtener un pH neutro en el agua de lavado. El carbón activado obtenido se seca en el horno a 110°C.

Índice de yodo. Las áreas superficiales de los carbones activados fueron caracterizadas mediante la capacidad de absorción de yodo determinada usando un método estandarizado, norma técnica colombiana NTC 4467.

Diseño de experimentos. Debido a las condiciones de operación dentro del reactor, la temperatura y el tiempo fueron reemplazadas con la severidad - logR₀. La severidad combina la temperatura y el tiempo del pretratamiento en una sola variable que indica el avance de la reacción (Overend et al., 1987), su expresión es la siguiente:

$$R_0 = \int_{t=0}^{t=t} e^{\left(T - \frac{100}{14.75}\right)} dt .$$

Se evaluó el factor de severidad en cinco niveles, para valores de logR₀ entre 4,25 y 4,65; los niveles se eligieron con base en experiencias previas con materiales similares (Velásquez et al., 2003). Se realizaron tres repeticiones para cada nivel; los ensayos se hicieron en forma aleatoria. La variable de respuesta fue el índice de yodo. En la Tabla 1 se muestra el listado de los experimentos realizados.

Tabla 1. Experimentos para el pretratamiento con vapor

logR ₀	Número del experimento
-------------------	------------------------

4,25	1	5	11
4,35	4	7	14
4,45	2	9	13
4,55	6	10	15
4,65	3	8	12

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En la Tabla 2 se registran los diferentes factores de severidad obtenidos al variar el tiempo del pretratamiento.

Tabla 2. Resultados del pretratamiento con vapor de la cáscara de coco

Experimento	logR ₀ teórico	logR ₀ experimental
1	4,25	4,25
2	4,45	4,46
3	4,65	4,65
4	4,35	4,36
5	4,25	4,26
6	4,55	4,56
7	4,35	4,36
8	4,65	4,66
9	4,45	4,45
10	4,55	4,54
11	4,25	4,25
12	4,65	4,65
13	4,45	4,45
14	4,35	4,36
15	4,55	4,55

En la Tabla 3 se muestran los resultados del diseño de experimentos.

Tabla 3. Resultados de los experimentos

Muestra	logR ₀	Índice de yodo
1	4,25	523
2	4,45	523
3	4,65	546
4	4,35	583
5	4,25	546
6	4,55	538
7	4,35	580
8	4,65	538
9	4,45	----
10	4,55	523
11	4,25	546
12	4,65	546
13	4,45	----
14	4,35	580
15	4,55	538
Comercial	----	480

Se midió, además, el índice de yodo de un carbón activado comercial. Los valores del índice de yodo de los carbones producidos, mayores que el de la muestra comercial, indican que el carbón obtenido de cáscara de coco por medio de

pretratamiento con vapor y activación química posee un área superficial mayor que el carbón activado comercial.

Se realizó un análisis de varianza para los resultados obtenidos, análisis que se muestra en la Tabla 4 ([Montgomery et al., 2002](#)).

Tabla 4. Análisis de varianza

Fuente	S.C.	G.L.	C.M.	P.F.	V.P.
E.G.	4897,59	4	1224,4	17,77	0,0005
D.G.	551,333	8	68,9167		
Total	5448,92	12			

La Tabla 4 descompone la variancia del índice de yodo en dos componentes: uno entre grupos (E.G.) y otro dentro de los grupos (D.G.). Se presentan la suma de cuadrados (S.C.), los grados de libertad (G.L.) y los cuadrados medios (C.M.). La proporción F (P.F.), la cual en este caso es igual a 17,77, es la división del C.M. del E.G. entre el C.M. del D.G. Puesto que el valor P (V.P.) es menor que 0.05, existe una diferencia estadísticamente significativa entre el valor medio del índice de yodo de un nivel de severidad al de otro, con un nivel de confianza del 95%.

La [Figura 2](#) muestra los valores promedio del índice de yodo para cada nivel de severidad y un intervalo alrededor de cada promedio. Los intervalos que se muestran están basados en el procedimiento de la diferencia mínima significativa de Fisher (LSD), de manera que si dos medias son iguales, sus intervalos se solaparán el 95% de las veces. Cualquier pareja de intervalos que no se solape verticalmente corresponde a una pareja de promedios que tienen una diferencia estadísticamente significativa con un nivel de significancia del 95%.

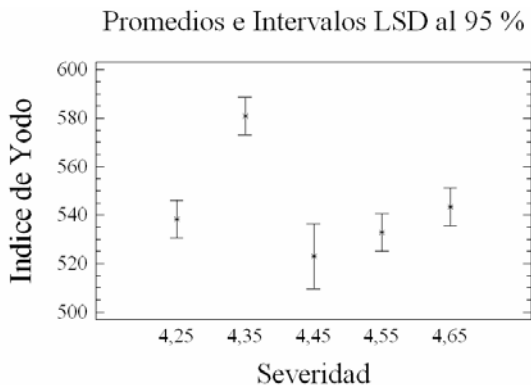


Figura 2. Intervalos promedio LSD del índice de yodo para cada nivel de severidad

Se observa que el mejor índice de yodo se obtiene para un tratamiento con severidad intermedia

($\log R_0 = 4.35$). Otros valores de severidad dan origen a índices de yodo estadísticamente iguales. Esto se puede explicar de la siguiente manera: cuando el factor de severidad es muy pequeño, las hemicelulosas no alcanzan a ser destruidas, por lo que carbón obtenido presenta baja porosidad, de manera que su índice de yodo es bajo. Cuando el factor de severidad es muy alto, se destruyen las hemicelulosas, pero la celulosa y la lignina también se ven afectadas, provocando que el índice de yodo del carbón disminuya notablemente. A un nivel de severidad intermedio, es posible que el pretratamiento destruya todas las hemicelulosas y parte de la celulosa, pero no afecte la lignina. Esto coincide con lo reportado por otros autores ([Basso et al., 2002](#)), en cuanto a que mientras mayor la cantidad porcentual de lignina en el material lignocelulósico mejor es el carbón activado obtenido.

Una ventaja del punto óptimo encontrado es que corresponde a un bajo tiempo de residencia de la cáscara en el reactor, lo que puede favorecer la viabilidad económica del proyecto.

En cuanto a los rendimientos obtenidos, el pretratamiento logra un rendimiento del 82% con respecto a la cáscara de coco, mientras la activación química arroja un rendimiento del 94% con respecto al material pretratado, de manera que el rendimiento global del proceso es del 77% respecto a la cáscara de coco.

4. CONCLUSIONES

La calidad del carbón activado obtenido a partir de cáscara de coco, por el método de pretratamiento con vapor y posterior activación química, supera la del carbón activado comercial.

La calidad del carbón activado obtenido, determinada por el índice de yodo, depende de la severidad del pretratamiento con vapor.

Hay un factor de severidad óptimo para el pretratamiento con vapor, para el cual la cantidad de hemicelulosas, celulosa y lignina afectadas hacen que el carbón presente unas mejores propiedades de adsorción.

El pretratamiento con vapor de la cáscara de coco para obtener carbón activado puede ser una alternativa viable, ya que los costos de operación son bajos y la materia prima es un residuo

industrial; se considera factible escalar el procedimiento a nivel piloto.

REFERENCIAS

- Ahmadpour y D. D. Do. (1997). The Preparation Of Activated Carbon From Macadamia Nutshell By Chemical Activation. *Carbon*, 35(12), pp. 1723-1732
- Lua, Aik Chong y Jia Guo. (2000). Activated Carbon Prepared From Oil Palm Stone By One-Step CO_2 Activation For Gaseous Pollutant Removal. *Carbon*, 38(7), pp. 1089-1097
- Basso, M. C.; Cerrella, E. G. y Cukierman, A. L. (2002). Lignocellulosic Materials as Potential Biosorbents of Trace Toxic Metals from Wastewater. *Ind. Eng. Chem. Res.*, 41(15), pp. 3580-3585.
- Dai, X. y Antal, M. J., Jr. (1999). Synthesis Of A High-Yield Activated Carbon By Air Gasification Of Macadamia Nut Shell Charcoal. *Ind. Eng. Chem. Res.*, 38(9), pp. 3386-3395
- Caturla, F., Molina-Sabio, M. y F. Rodríguez-Reinoso, (1991). Preparation Of Activated Carbon By Chemical Activation With ZnCl_2 . *Carbon*, 29(7), pp. 999-1007
- Rodríguez-Reinoso, F., Molina-Sabio, M. y M. T. González. (1995). The Use Of Steam And CO_2 As Activating Agents In The Preparation Of Activated Carbons. *Carbon*, 33(1), pp. 15-23
- Pandolfo, G., Amini-Amoli, M. y J. S. Killingley. (1994). Activated Carbons Prepared From Shells Of Different Coconut Varieties. *Carbon*, 32(5), pp. 1015-1019
- Laine, J., Calafat, A. y M. Labady. (1989). Preparation And Characterization Of Activated Carbons From Coconut Shell Impregnated With Phosphoric Acid. *Carbon*, 27(2), pp. 191-195
- González, M. T., Rodríguez-Reinoso F., García A. N. y A. Marcilla. (1997). CO_2 Activation Of Olive Stones Carbonized Under Different Experimental Conditions. *Carbon*, 35(1), pp. 159-162
- Montgomery, Douglas y Runger, George. (2002). *Probabilidad Y Estadística Aplicadas A La Ingeniería*. 2da Edición. Limusa. México. pp. 815
- Overend, R. P., Chornet, E., Gascoigne, J. A. (1987). Fractionation Of Lignocellulosics By Steam-Aqueous Pretreatments. *Philos T Roy Soc A*. 321, pp. 523 – 536.
- Teng, H. y Wang, S. C. (2000). Influence Of Oxidation On The Preparation Of Porous Carbons From Phenol-Formaldehyde Resins With Koh Activation. *Ind. Eng. Chem. Res.*, 39(3), pp. 673-678
- Toles, S. Rimmer y J. C. Hower. (1996). Production Of Activated Carbons From A Washington Lignite Using Phosphoric Acid Activation. *Carbon*, 34(11), pp. 1419-1426
- Velásquez, J.; Ferrando, F.; Farriol, X. y J. Salvadó. (2003). Binderless Fiberboard From Steam Exploded Miscanthus Sinensis. *Wood Science And Technology*, 37(3-4), pp. 269-278.

SOBRE LOS AUTORES

Jorge Velásquez J.

Profesor Titular de la Facultad de Ingeniería Química de la Universidad Pontificia Bolivariana. Ingeniero Químico de la Universidad Pontificia Bolivariana. Maestro en Ciencias Forestales, graduado de la Universidad de Guadalajara. Doctor en Ingeniería Química de la Universitat Rovira i Virgili. Áreas de interés investigativo: Pulpa y Papel, Simulación de procesos químicos.

Luz Adriana Mejía T.

Ingeniera Química de la Universidad Pontificia Bolivariana.

Federico Carrasquilla G.

Ingeniero Químico de la Universidad Pontificia Bolivariana.

Ricardo López S.

Ingeniero Químico de la Universidad Pontificia Bolivariana.

Beatriz Garcés B.

Profesora Asociada de la Facultad de Ingeniería Química de la Universidad Pontificia Bolivariana. Ingeniera Química de la Universidad Pontificia Bolivariana. Maestra en Filosofía, graduada de la Universidad de Antioquia. Áreas de interés investigativo: Pulpa y Papel, Ética.