



**UNIVERSIDAD NACIONAL DEL ALTIPLANO**  
**ESCUELA DE POSGRADO**  
**DOCTORADO EN CIENCIA TECNOLOGÍA Y MEDIO**  
**AMBIENTE**



**TESIS**

**DEGRADACIÓN DE CONTAMINANTES ORGÁNICOS EN LIXIVIADOS  
PRODUCIDOS POR RESIDUOS SÓLIDOS, MEDIANTE LA TÉCNICA  
DE FOTO-ACTIVACIÓN DE PEROXIMONOSULFATO CON  
BIOCARBÓN MAGNETIZADO.**

**PRESENTADA POR:**

**AIDA JIMÉNEZ CUTIPA**

**PARA OPTAR EL GRADO ACADÉMICO DE:**

**DOCTOR EN CIENCIA, TECNOLOGÍA Y MEDIO AMBIENTE**

**PUNO, PERÚ**

**2022**



# UNIVERSIDAD NACIONAL DEL ALTIPLANO

## ESCUELA DE POSGRADO

### DOCTORADO EN CIENCIA, TECNOLOGÍA Y MEDIO AMBIENTE

#### TESIS

#### DEGRADACIÓN DE CONTAMINANTES ORGÁNICOS EN LIXIVIADOS PRODUCIDOS POR RESIDUOS SÓLIDOS, MEDIANTE LA TÉCNICA DE FOTO-ACTIVACIÓN DE PEROXIMONOSULFATO CON BIOCARBÓN MAGNETIZADO.

PRESENTADA POR:

AIDA JIMÉNEZ CUTIPA

PARA OPTAR EL GRADO ACADÉMICO DE:

DOCTOR EN CIENCIA, TECNOLOGÍA Y MEDIO AMBIENTE

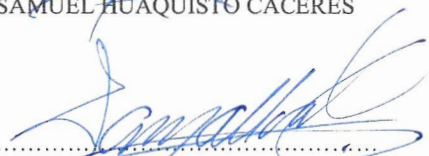


APROBADA POR EL JURADO SIGUIENTE:

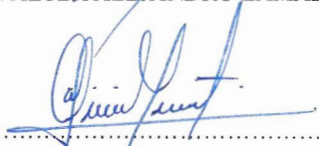
PRESIDENTE

  
.....  
SAMUEL HUAQUISTO CACERES

PRIMER MIEMBRO

  
.....  
WALTER ALEJANDRO ZAMALLOA CUBA

SEGUNDO MIEMBRO

  
.....  
ALICIA MAGALY LEON TACCA

ASESOR DE TESIS

  
.....  
WALTHER BENIGNO APARICIO ARAGON

Puno, 11 de julio de 2022

**ÁREA:** Ciencias de la Ingeniería

**TEMA:** Degradación de contaminantes orgánicos en lixiviados producidos por residuos sólidos, mediante la técnica de foto – activación de peroximonosulfato con biocarbón Magnetizado.

**LÍNEA:** Recursos Naturales y Medio Ambiente



## DEDICATORIA

*A mi familia, mi padre Teodosio, mi madre Aida y mi tía Hilda por su valioso apoyo durante la ejecución de este proyecto de investigación. Así mismo, a mi esposo John y mi hijo Homard Sebastian, por su paciencia y su cariño incondicional hasta la finalización de esta tesis.*



## AGRADECIMIENTOS

Agradezco el apoyo financiero por parte del Proyecto Concytec-Banco Mundial “Mejoramiento y Ampliación de los Servicios del Sistema Nacional de Ciencia Tecnología e Innovación Tecnológica” 8682-PE, a través de su unidad ejecutora ProCiencia contrato número 01-2018-FONDECYT/BM-Programas de Doctorados en Áreas Estratégicas y Generales.

A la Universidad Nacional del Altiplano y a la Escuela de Posgrado.

Al coordinador del Doctorado de Ciencia Tecnología y Medio Ambiente – CONCYTEC, Ángel Canales por su constante seguimiento en el proyecto.

Al Ph. D. Walther Benigno Aparicio Aragón, por su valioso apoyo en la ejecución, revisión y redacción de la tesis Doctoral.

Al laboratorio de control de calidad del agua de la Facultad de Ingeniería Química por brindar el equipamiento necesario en los análisis

Al mega laboratorio de la Universidad Nacional del Altiplano, por el espacio brindado para ejecutar gran parte del proyecto de tesis.

A la Gerencia de Gestión Integral De Residuos Sólidos de la Municipalidad de Puno por los permisos y facilidades en el muestreo de lixiviados.





## ÍNDICE GENERAL

	<b>Pág.</b>
DEDICATORIA	ii
AGRADECIMIENTOS	iii
ÍNDICE GENERAL	iv
ÍNDICE DE TABLAS	vii
ÍNDICE DE FIGURAS	viii
ÍNDICE DE ANEXOS	x
ÍNDICE DE ACRÓNIMOS	xi
RESUMEN	xiii
ABSTRACT	xiv
INTRODUCCIÓN	1

### CAPÍTULO I

#### REVISIÓN DE LITERATURA

1.1 Marco teórico	3
1.1.1. Residuos sólidos municipales	3
1.1.2. Producción de lixiviados	3
1.1.3. Características fisicoquímicas de los lixiviados	4
1.1.4. Tratamiento de lixiviados	6
1.1.4.1. Tratamientos convencionales	6
1.1.4.2. Tratamiento biológico	6
1.1.4.3. Tratamientos fisicoquímicos	7
1.1.4.4. Procesos de oxidación avanzada (POA)	7
1.1.5. Peroximonosulfato de potasio	7
1.1.6. Métodos de activación para PMS	8
1.1.7. Biocarbón como catalizador	11



1.1.8.	Producción de biocarbón	12
1.1.9.	Métodos de síntesis de biocarbón magnético	13
1.1.9.1.	Métodos termoquímicos	13
1.1.9.2.	Método de coprecipitación química	15
1.1.9.3.	Método de co-deposición reductora	15
1.1.9.4.	Método de la Molienda mecánica	16
1.1.10.	Biocarbón a partir de lodos de aguas residuales	16
1.2	Antecedentes	17

## **CAPÍTULO II**

### **PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA**

2.1	Identificación del problema	20
2.2	Enunciados del problema	21
2.2.1	Enunciado general	21
2.2.2	Enunciados específicos	21
2.3	Justificación	22
2.4	Objetivos	23
2.4.1	Objetivo general	23
2.4.2	Objetivos específicos	23
2.5	Hipótesis	23
2.5.1	Hipótesis general	23
2.5.2	Hipótesis específicas	23

## **CAPÍTULO III**

### **MATERIALES Y MÉTODOS**

3.1	Lugar de estudio	24
3.2	Población	25
3.3	Muestra	25



3.4	Método de investigación	26
3.4.1	Características fisicoquímicas de los lixiviados	26
3.4.2	Síntesis del biocarbón magnetizado	26
3.4.3	Eficiencia de degradación de contaminantes orgánicos en lixiviados	27
3.5	Descripción detallada de métodos por objetivos específicos	28
3.5.1	Características fisicoquímicas de los lixiviados.	28
3.5.2	Síntesis del biocarbón magnetizado	29
3.5.3	Eficiencia de degradación de contaminantes orgánicos en lixiviados	30
<b>CAPÍTULO IV</b>		
<b>RESULTADOS Y DISCUSIÓN</b>		
4.1	Características fisicoquímicas de los lixiviados	33
4.2	Síntesis del biocarbón magnetizado.	41
4.2.1	Microscopía electrónica de barrido de emisión de campo (FESEM).	41
4.2.2	Fases cristalinas mediante difracción de rayos X (DRX)	49
4.2.3	Estructura del carbono mediante Espectroscopia RAMAN	53
4.3	Eficiencia de degradación de contaminantes orgánicos en lixiviados	54
4.3.1	Degradación en diferentes sistemas	54
4.3.2	Influencia del pH	65
4.3.3	Influencia de la concentración del oxidante y el biocarbón magnético	67
CONCLUSIONES		69
RECOMENDACIONES		70
BIBLIOGRAFÍA		71
ANEXOS		87



## ÍNDICE DE TABLAS

	<b>Pág.</b>
1. Parámetros fisicoquímicos de lixiviados de diferentes edades	5
2. Propiedades del PMS	8
3. Descripción y Coordenadas geográficas de los puntos de muestreo.	26
4. Tratamientos para el tercer objetivo	27
5. Efecto del pH utilizando Co-Zn-Fe@SBC	28
6. Características fisicoquímicas de los lixiviados	34
7. Composición elemental del lodo de una PTAR	42
8. Composición elemental del biocarbón de lodo	44
9. Composición elemental del biocarbon de lodo impregnado con cobalto	46
10. Composición elemental del biocarbón magnético	49
11. Fases cristalinas en la muestra de lodo de PTAR	51
12. Fases cristalinas en el biocarbón de lodo de PTAR	51
13. Fases cristalinas en el biocarbón de lodo dopado con Cobalto	52
14. Fases cristalinas en el biocarbón de lodo dopado con Co, Zn y Fe	52
15. Resultados de degradación con los sistemas propuestos.	54
16. Estadísticas tabuladas: Oxidante; Biocarbón, Fuente de Luz (Supuesto de independencia)	60
17. Información de los factores y niveles.	61
18. Análisis de varianza para los tratamientos	62
19. Resumen del modelo	63
20. Influencia del pH en la degradación de DQO con el catalizador de biocarbon Co-Zn-Fe@SBC.	66
21. Influencia de la concentración del oxidante y el biocarbón magnético	67

## ÍNDICE DE FIGURAS

	<b>Pág.</b>
1. Fases de degradación de un lixiviado de residuos sólidos	4
2. Estructura molecular del OXONE	7
3. Lugar de estudio	24
4. Lixiviado de un vertedero viejo con edad > 20 años (L1)	25
5. Lixiviado joven con una edad <5 años (L2)	25
6. lixiviado recién generado con una edad <1 año (L3)	25
7. variación del pH en los lixiviados durante el monitoreo	35
8. Variación de la DQO durante el monitoreo.	36
9. Evolución de la CE durante el monitoreo.	38
10. Efecto de las precipitaciones pluviales en el pH del lixiviado del botadero de Cancharani.	39
11. Efecto de las precipitaciones pluviales en la CE del lixiviado del botadero de Cancharani.	40
12. Efecto de las precipitaciones pluviales en la DQO del lixiviado del botadero de Cancharani.	40
13. SEM del lodo (a) 50 $\mu$ m y (b) 5 $\mu$ m	41
14. Composición elemental del lodo	42
15. SEM catalizador de biocarbon SBC (a) 20 $\mu$ y (b) 5 $\mu$ m.	43
16. Composición elemental del catalizador de biocarbón SBC	43
17. SEM catalizador de biocarbon Co@SBC (a) 20 $\mu$ y (b) 5 $\mu$ m.	45
18. Composición elemental del catalizador de biocarbon Co@SBC	45
19. SEM catalizador de biocarbon Co-Zn-Fe@SBC (a) 20 $\mu$ y (b) 5 $\mu$ m.	47
20. Composición elemental del catalizador de biocarbón Co-Zn-Fe@SBC.	47
21. Mapeo EDS de distribución del O, Fe, Co y Zn en el catalizador de biocarbón Co-Zn-Fe@SBC.	48
22. Análisis de DRX en los compuestos lodo, SBC, Co@SBC y Co-Zn-Fe@SBC	50
23. Espectro Raman del catalizador de biocarbón Co-Zn-Fe@SBC.	53
24. Degradación de DQO de los sistemas propuestos con una fuente de luz visible, pH=2.42, [PMS]=8mM, [catalizador de biocarbón] = 0.5 g/L.	55
25. Degradación de DQO de los sistemas propuestos con una fuente de luz UV, pH=2.42, [PMS]=8mM, [catalizador de biocarbón] = 0.5 g/L.	57



<b>26.</b> Gráfica de distribución normal de los resultados.	58
<b>27.</b> Prueba de igualdad de varianzas (supuesto de homocedasticidad)	59
<b>28.</b> Diagrama de Pareto para los tratamientos.	63
<b>29.</b> Gráfica de efectos principales de los factores: fuente de luz, biocarbón y oxidante.	64
<b>30.</b> Gráfica de interacción entre los factores: fuente de luz, biocarbón y oxidante.	65
<b>31.</b> Influencia del pH en la degradación de DQO con Co-Zn-Fe@SBC, [PMS]=8mM, [catalizador de biocarbón] = 0.5 g/L.	66
<b>32.</b> Gráfica de efectos principales de [PMS] y [BCM].	68
<b>33.</b> Gráfica de interacción entre [PMS] y [BCM].	68



## ÍNDICE DE ANEXOS

	<b>Pág.</b>
1. Validación del análisis para la Demanda Química de Oxígeno	87
2. Plano del área de estudio	91
3. Informe de calibración de la Profesional encargada de los equipos en el Laboratorio de Control de calidad de la Facultad de Ingeniería Química.	92
4. Certificado de Calibración Estufa Memmert UN110	93
5. Informe De Análisis de difracción de rayo X y Análisis por Microscopia electrónica de barrido	94
6. Panel Fotográfico	124

## ÍNDICE DE ACRÓNIMOS

DQO	: Demanda química de oxígeno
DBO <sub>5</sub>	: Demanda bioquímica de oxígeno
POA	: Proceso de oxidación avanzada
UV	: Ultravioleta
RSM	: Residuos sólidos municipales
CE	: Conductividad eléctrica
SDT	: Sólidos disueltos totales
PTAR	: Planta de tratamiento de aguas residuales
•OH	: Radical hidroxilo
•SO <sub>4</sub> <sup>-</sup>	: Radical sulfato
PS	: Persulfato
PMS	: Peroximonosulfato
RLP	: Radicales libres persistentes
ROS	: Especies reactivas de oxígeno
MBC	: Biocarbón magnético
m s.n.m.	: Metros sobre el nivel del mar
mM	: milimolar
mg/L	: miligramos por litro
g/L	: Gramos por litro
mS/cm	: mili Siemens por centímetro
cps/eV	: cuentas por segundo por electronvoltio
h	: hora
°C	: centígrados
mL	: mililitro
W	: Watts
µm	: micrómetro
SBC	: Biocarbón de lodo
Co@SBC	: Biocarbón de lodo dopado con cobalto
Co-Zn-Fe@SBC	: Biocarbón de lodo dopado con cobalto zinc y hierro





LMP	: Límite máximo permisible
FE-SEM	: Microscopia electrónica de barrido de emisión de campo
EDS	: Espectroscopia de energía dispersiva con rayos X
DRX	: Difracción de rayos X
ANDEVA	: Análisis de Varianza

## RESUMEN

Los residuos sólidos municipales (RSM) se depositan comúnmente en vertederos, donde se degrada gran parte de la materia orgánica e inorgánica, luego se genera un gran volumen de lixiviados que pueden migrar con las precipitaciones e infiltración al subsuelo y contaminar las aguas cercanas al vertedero. Este trabajo evaluó la degradación de contaminantes orgánicos en los lixiviados producidos por los residuos sólidos, mediante la técnica de foto-activación de peroximonosulfato con biocarbón magnetizado. Para ello, en primer lugar, se monitoreó las características fisicoquímicas de lixiviados producidos por residuos sólidos, encontrando niveles elevados de contaminación orgánica en tres muestras distintas, siendo mucho mayor en el lixiviado producido por el botadero de Cancharani – Puno. En segundo lugar, se desarrolló un biocarbón magnetizado capaz de fotoactivar el peroximonosulfato que promueva la degradación de contaminantes orgánicos, para lo cual se produjo tres catalizadores de biocarbón a partir de lodos de una PTAR. Los catalizadores obtenidos se denominaron SBC, Co@SBC, Co-Zn-Fe@SBC. Los catalizadores fueron caracterizados mediante FESEM, DRX Y RAMAN demostrando que hubo impregnación de metales con características magnéticas en el biocarbón, además de un buen nivel de grafitización. El tercer objetivo fue determinar la eficiencia de degradación de contaminantes orgánicos en los lixiviados; para ello, se utilizaron dos fuentes de irradiación de Luz (visible y UV). También se evaluó el efecto del pH y la proporción de oxidante y biocarbón. En este estudio, el sistema que logró el mayor porcentaje de degradación de contaminantes orgánicos en lixiviados de residuos sólidos fue Luz-UV/PMS(40mM)/Co-Zn-Fe@SBC(3g/L)/pH5.

**Palabras clave:** Biocarbón, contaminantes orgánicos, foto-activación, lixiviados y peroximonosulfato.

## ABSTRACT

Municipal solid waste (MSW) is commonly deposited in landfills, where much of the organic and inorganic matter is degraded, then a large volume of leachate is generated that can migrate with precipitation and infiltration into the subsoil and contaminate the waters near the landfill. This work evaluated the degradation of organic pollutants in leachates produced by solid waste, using the peroxymonosulfate photo-activation technique with magnetized biochar. First, the physicochemical characteristics of leachate produced by solid waste were monitored, and high levels of organic contamination were found in three different samples, being much higher in the leachate produced by the Cancharani - Puno landfill. Secondly, a magnetized biochar capable of photoactivating peroxymonosulfate was developed to promote the degradation of organic pollutants, for which three biochar catalysts were produced from sludge from a WWTP. The catalysts obtained were named SBC, Co@SBC, Co-Zn-Fe@SBC. The catalysts were characterized by FESEM, XRD and RAMAN showing that there was impregnation of metals with magnetic characteristics in the biochar, in addition to a good level of graphitization. The third objective was to determine the degradation efficiency of organic pollutants in the leachates; for this purpose, two light irradiation sources (visible and UV) were used. The effect of pH and the ratio of oxidant to biochar was also evaluated. In this study, the system that achieved the highest percentage degradation of organic contaminants in solid waste leachate was UV-Light/PMS(40mM)/Co-Zn-Fe@SBC(3g/L)/pH5.

**Keywords:** Biochar, organic pollutants, photo-activation, leachates and peroxymonosulfate.

## INTRODUCCIÓN

La mala disposición de los residuos sólidos municipales a cielo abierto, la degradación constante de los residuos y la infiltración pluvial generan un líquido altamente complejo llamado lixiviado. El lixiviado representa un problema grave de contaminación orgánica debido a los niveles elevados de Demanda Química de Oxígeno (DQO) y Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO<sub>5</sub>). Por lo tanto, es necesario plantear propuestas de tratamiento que permitan disminuir estos niveles de contaminación. La investigación realizada, propone contribuir al conocimiento científico con una metodología que permita degradar contaminantes orgánicos representados en forma de DQO en una matriz compleja como el lixiviado producido por los residuos sólidos municipales. Los procesos de oxidación avanzada (POA) son ampliamente utilizados para la degradación de diversos contaminantes orgánicos. Un POA se basa en la generación de radicales a partir de la activación catalítica de ciertos reactivos. La activación se puede conseguir utilizando temperaturas elevadas, ultrasonido, radiación UV, metales de transición, así como también compuestos en base de carbono.

Actualmente, el biocarbón se presenta como un excelente material de soporte, aprovechando biomasa sobrante como restos de agricultura, lodos de plantas de tratamiento de aguas residuales, plantas que fueron usadas en Fito remediación, entre otros. El biocarbón dopado con algún metal se convierte en un excelente catalizador pudiendo activar cualquier oxidante generando especies reactivas capaces de degradar contaminantes presentes en matrices acuosas como lixiviados. Otro método de activación conocido y poco utilizado es la foto activación, aprovechando la luz visible irradiada por el sol, un recurso renovable altamente disponible. Además, según el mapa de radiación directa proporcionada por el banco mundial, Puno es una ciudad con una irradiación solar directa elevada en comparación al resto del mundo. Por lo tanto, la activación de un oxidante en un POA con biocarbón magnetizado utilizando energía solar, resulta económica y ambientalmente posible.

Este informe de investigación se divide en cuatro capítulos: En el Capítulo I, se presenta un marco teórico, describiendo conceptos importantes sobre lixiviados producidos por residuos sólidos municipales, procesos de oxidación avanzada, métodos de síntesis de biocarbón magnetizado, tratamientos de lixiviados con procesos de oxidación avanzada y por supuesto antecedentes del estudio. El Capítulo II, contempla el planteamiento del



problema y su respectiva formulación, así mismo el enunciado de los objetivos y la justificación de la investigación. El Capítulo III, describe la metodología del estudio, iniciando con el ámbito de estudio, población y muestra, descripción de métodos por objetivos específicos, instrumentos, materiales y operacionalización de variables. El Capítulo IV, describe los resultados y discusión del estudio, iniciando con la caracterización de los lixiviados producidos por los residuos sólidos.

## CAPÍTULO I

### REVISIÓN DE LITERATURA

#### 1.1 Marco teórico

##### 1.1.1. Residuos sólidos municipales

Los residuos sólidos municipales (RSM) conocidos también como basura o residuos domésticos son colectados de los domicilios, oficinas y centros comerciales, estos RSM son luego depositados en determinados sitios por un largo tiempo. Los sitios donde se dispone los RSM pueden ser botaderos (controlados y no controlados) o rellenos sanitarios. La composición de los RSM es diferente en cada ciudad o municipio. Sin embargo, típicamente consiste en residuos de cocina, desechos de jardín, papel, cartones, plásticos, metales, vidrios, residuos electrónicos, materiales inertes además de desechos varios (Nanda y Berruti, 2021).

##### 1.1.2. Producción de lixiviados

Gran parte de la fracción orgánica de los RSM están compuestos de desechos de cocina y jardín, la cual con ayuda de diversos microorganismos inician su descomposición. Además, la presencia de precipitaciones pluviales refuerza la producción de una mezcla líquida altamente contaminante de material biodegradable y no biodegradable llamada lixiviado (Alves y Gonçalves, 2018). Siendo muy frecuente en diversos vertederos (Pazoki y Ghasemzadeh, 2020), generando una fuerte contaminación de suelos (Sharma et al., 2018), afectando la calidad del aire (Miaśkiewicz-Peska y Szyrak-Szydłowski, 2015) y perturbando la dinámica de los ecosistemas acuáticos (Chidichimo et al., 2020; Chounlamany et al., 2019).

### 1.1.3. Características fisicoquímicas de los lixiviados

Los lixiviados de residuos sólidos presenta niveles elevados de: pH, demanda química de oxígeno (DQO), demanda bioquímica de oxígeno (DBO<sub>5</sub>), conductividad eléctrica (CE), sólidos disueltos totales (SDT) y sales inorgánicas (Kamaruddin et al., 2017; Wijekoon et al., 2022), además de la presencia de metales pesados y compuestos orgánicos persistentes (Badmus et al., 2018; Vongdala et al., 2019). Estas variaciones en las características fisicoquímicas de los lixiviados, están relacionadas con diversos factores como la edad del vertedero, la edad de los lixiviados, la composición de los residuos sólidos (Pazoki y Ghasemzadeh, 2020), el tipo de suelo y la precipitación pluvial que se puede considera como un parámetro dominante (Youcai, 2018). El pH por ejemplo puede variar entre 4,5 – 9,0 dependiendo de la fase de estabilización del lixiviado, en general se reporta dos fases, acetogénica y metanogénica, que se diferencian por un pH promedio de 6,1 y 8,0 respectivamente (Christensen et al., 2001).

La contaminación debido a diversos compuestos orgánicos se suele reflejar con una alta concentración de DQO y DBO<sub>5</sub> (da Silva et al., 2011), y su relación DBO<sub>5</sub>/DQO podría ayudar a determinar una edad aproximada del lixiviado (Alvarez-Vazquez et al., 2004). Christensen y Kjeldsen (1989), identificaron cinco fases de degradación de los residuos en un vertedero, esto en función de la variación de los parámetros fisicoquímicos del lixiviado (I) fase inicial aeróbica, (II) fase ácida anaeróbica, (III) fase inicial metanogénica, (IV) fase metanogénica estabilizada y (V) fase húmica de descomposición (Figura 1).

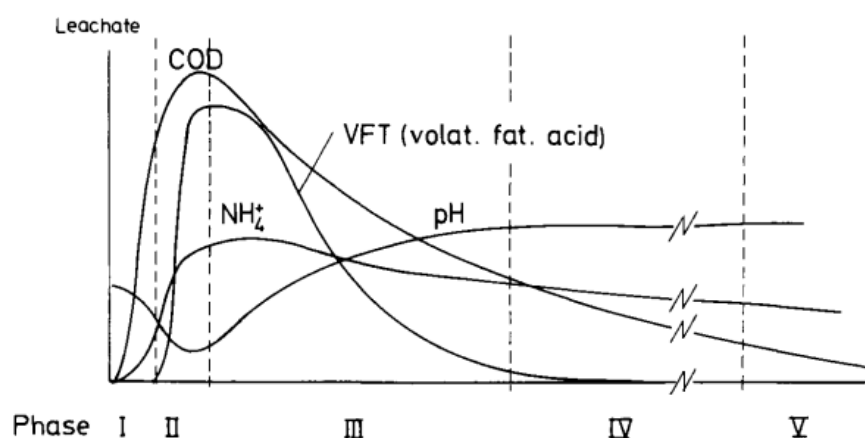


Figura 1. Fases de degradación de un lixiviado de residuos sólidos

Fuente: (Christensen y Kjeldsen, 1989)

Aunque las características fisicoquímicas de los lixiviados pueden variar ampliamente dentro de las etapas aeróbica, acetogénica, metanogénica y de estabilización, se pueden definir cuatro tipos de lixiviados según la edad del vertedero ya sean jóvenes, intermedios, estabilizados y viejos (Tabla 1) (Mukherjee et al., 2015).

Tabla 1

*Parámetros fisicoquímicos de lixiviados de diferentes edades*

Parámetro	Edad del vertedero (años)				Referencias
	Joven (0-5)	Intermedio (5-10)	Estabilizado (10-20)	Viejo (>20)	
pH	<6.5	6.5–7.5	>7.5	—	(Foo y Hameed, 2009)
	3–6	6–7	7–7.5	>7.5	(El-Fadel et al., 1997; Scott et al., 2005)
SDT (mg/L)	10,000–25,000	5000–10,000	2000–5000	<1000	(El-Fadel et al., 1997; Scott et al., 2005)
DBO <sub>5</sub> (mg/L)	10,000–25,000	1000–4000	50–1000	<50	(El-Fadel et al., 1997; Scott et al., 2005)
DQO (mg/L)	>10,000	4,000–10,000	<4000	—	(Foo y Hameed, 2009)
	15,000–40,000	10,000–20,000	1000–5000	<1000	(El-Fadel et al., 1997; Scott et al., 2005)
DBO <sub>5</sub> /DQO	0.5–1.0	0.1–0.5	<0.1	—	(Foo y Hameed, 2009)
	0.66–0.625	0.1–0.2	0.05–0.2	<0.05	(El-Fadel et al., 1997; Scott et al., 2005)
Nitrógeno amoniacal (mg/L)	<400	NA	>400	—	(Foo y Hameed, 2009)
	500–1500	300–500	50–200	<30	(El-Fadel et al., 1997; Scott et al., 2005)
COT/DQO	<0.3	0.3–0.5	>0.5	—	(Foo y Hameed, 2009)
Nitrógeno Kjeldahl (mg/L)	100–200	NA	NA	—	(Foo y Hameed, 2009)
	1000–3000	400–600	75–300	<50	(El-Fadel et al., 1997; Scott et al., 2005)



#### **1.1.4. Tratamiento de lixiviados**

Los métodos para el tratamiento de lixiviados son similares a los utilizados en el tratamiento de aguas residuales (Preussler et al., 2015). Sin embargo, se pueden categorizar en métodos convencionales (recirculación en el relleno sanitario y transferencia a plantas de tratamiento de aguas residuales), métodos biológicos, físico-químicos y químicos (Serdarevic 2018).

##### **1.1.4.1. Tratamientos convencionales**

Las técnicas habituales para el tratamiento de los lixiviados de los rellenos sanitarios son la recirculación y la transferencia a las plantas de tratamiento de aguas residuales (cotratamiento). La recirculación de lixiviados en rellenos sanitarios se ha utilizado ampliamente en décadas anteriores debido a su conveniencia y bajos costos operativos. Sin embargo, muchos ciclos de recirculación pueden acumular sustancias refractarias en el lixiviado de residuos sólidos, afectando la estabilidad del sistema del relleno sanitario y aumentando la dificultad del tratamiento posterior del lixiviado del relleno sanitario (Chugh et al., 1998). El cotratamiento de los lixiviados en plantas de tratamiento de aguas residuales (PTAR) es otra alternativa bastante aplicada. Sin embargo, la adición de lixiviados que contienen altas concentraciones de compuestos orgánicos tiene un impacto significativo reduciendo la eficiencia y la sostenibilidad del cotratamiento (Dereli et al., 2021; Maal-Bared et al., 2022).

##### **1.1.4.2. Tratamiento biológico**

El tratamiento biológico es el más utilizado debido a la facilidad y rapidez con la que puede ser implantado (Wiszniowski et al., 2006). Sin embargo, solo se puede aplicar en lixiviados jóvenes, mas no en lixiviados maduros (Saleem et al., 2018), ya que la baja biodegradabilidad de estos, impide que sea eficaz (Q. Xu et al., 2018). Por lo tanto, la efectividad del tratamiento biológico depende en gran medida del tipo y composición del lixiviado del vertedero. Los tratamientos biológicos independientes, generalmente no cumplen con los estándares de descarga, debido a su ineficacia en la degradación de orgánicos biorrefractarios. Para superar esta limitación, los tratamientos biológicos deben combinarse con procesos fisicoquímicos (Teng et al., 2021).

### 1.1.4.3. Tratamientos fisicoquímicos

Los tratamientos físico-químicos han demostrado ser convenientes para el tratamiento de lixiviados, debido a su alta capacidad y simplicidad (Kurniawan et al., 2006; Ntampou et al., 2006). La preocupación con los tratamientos fisicoquímicos convencionales es que requieren la adición de grandes volúmenes de productos químicos que transforman los contaminantes del agua en desechos sólidos, generando cantidades excesivas de lodos los cuales en la mayoría de los casos regresan al vertedero (Gautam et al., 2019). Por otro lado, son poco eficientes en la eliminación de la DQO y dependen altamente del pH.

### 1.1.4.4. Procesos de oxidación avanzada (POA)

Los POAs se basan principalmente en la producción in situ de radicales altamente reactivos que reaccionan de forma no selectiva con la mayoría de los compuestos orgánicos, pudiendo degradar incluso compuestos orgánicos persistentes (Badmus et al., 2018; Gautam et al., 2019; Khan et al., 2019). El radical hidroxilo ( $\bullet\text{OH}$ ) es el segundo oxidante más fuerte conocido con un potencial de oxidación de 2.8 V después del flúor (Latimer, 1952). Sin embargo, tienen una vida útil corta (Janzen et al., 1992). Por otro lado, tenemos al radical sulfato ( $\bullet\text{SO}_4^-$ ) cuyo potencial de oxidación varía entre 2.5 – 3.1 V y tiene una vida media más larga, además de trabajar en un rango amplio de pH (Olmez-hanci y Arslan-alaton 2013). La vía más común para generar el radical  $\bullet\text{SO}_4^-$  es a través de la activación del PS o PMS (J. Wang & Wang, 2018).

### 1.1.5. Peroximonosulfato de potasio

La forma más común de Peroximonosulfato (PMS) de potasio es una sal triple ( $2\text{KHSO}_5 \cdot \text{KHSO}_4 \cdot \text{K}_2\text{SO}_4$ ) comúnmente llamada Oxone (Figura 2).

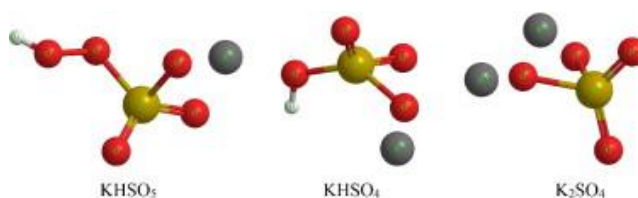


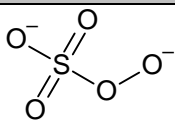
Figura 2. Estructura molecular del OXONE

Fuente: (Wacławek et al., 2015)

Esta sal es altamente estable en un amplio rango de pH, fácil de disolverse en agua y no es tóxica (Domingues et al., 2022). El principio activo de la triple sal se encuentra en la sal  $KHSO_5$  debido al enlace peroxo ( $-O-O-$ ) (Flanagan et al., 1984). La activación del PMS puede generar especies reactivas como  $\bullet OH$ ,  $\bullet SO_4^-$  y radicales de pentóxido de azufre  $\bullet SO_5^-$  (Manos et al., 2020). La Tabla 2 describe algunas propiedades del PMS.

Tabla 2

*Propiedades del PMS*

Propiedades	PMS
Estructura	
Formula	$HSO_5^-$
Especies reactivas de oxígeno	$\bullet OH$ , $\bullet SO_4^-$ y $\bullet SO_5^-$
Peso molecular (g/mol)	113,07 (307.38 como Oxone)
Solubilidad en agua (g/L)	>250 a 20 °C (basado en Oxone)
Potencial de oxidación (V)	1.8

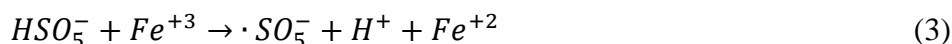
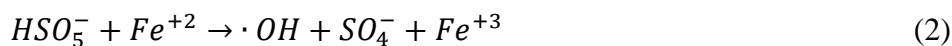
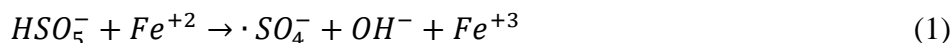
### 1.1.6. Métodos de activación para PMS

Para aprovechar el potencial del agente oxidante PMS, este debe activarse y generar las especies reactivas de oxígeno (radicales). Los métodos de activación de PMS se llevan a cabo principalmente por catálisis homogénea o heterogénea con metales de transición, radiación UV, ultrasonido, conducción de electrones, y catálisis heterogénea libre de metales (Ghanbari y Moradi 2017).

#### 1.1.6.1. Activación con metales de transición.

La Activación de PMS utilizando metales de transición ha sido ampliamente aplicada (Bouzayani et al., 2019; Sang et al., 2020; J. Wang y Wang 2018), el proceso más común es utilizando el Fe(II) como catalizador homogéneo y heterogéneo por su abundancia, efectividad y baja toxicidad (Xiao et al., 2020), logrando degradar diversos contaminantes orgánicos (S. Wang et al., 2021). La

generación de radicales a partir de la activación de PMS con una sal de Fe (II) se describe en las ecuaciones (1), (2) y (3).

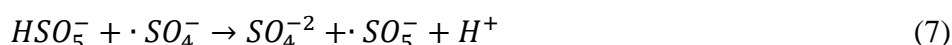


El desempeño del PMS depende de factores como el pH, la carga del catalizador de hierro, la concentración del PMS y por supuesto la concentración inicial del contaminante. En cuanto al pH, en sistemas homogéneos el proceso de degradación es mayor en ambientes ácidos (Brillas, 2022). Sin embargo, a valores de pH inferiores a 2.5 se presenta la formación de complejos ferrosos y a valores de pH superiores a 3.5 se produce la precipitación del  $Fe^{+3}$ , según las ecuaciones (4) y (5) (Lin et al., 2022).



En sistemas heterogéneos, donde el Fe es inmovilizado en diversos soportes, la precipitación del Fe no es un inconveniente. Aun así, un valor de pH ácido es más favorable, dado que a valores de pH altos es posible la formación de complejos sobre la superficie del catalizador, reduciendo la generación de radicales (Xiao et al., 2020). Así mismo, a pH ácidos se debe tener cuidado con la lixiviación del metal y evitar la desactivación del catalizador heterogéneo.

En cuanto al efecto de la carga del catalizador y la concentración de PMS, un aumento en estos parámetros resultaría en un aumento de la eficiencia del proceso hasta cierto punto. Sin embargo, un exceso de  $Fe^{+2}$  en la solución reaccionará con los radicales  $\cdot SO_4^-$  (Ecuación 6), lo que resultará en una disminución de la eficiencia de remoción de contaminantes orgánicos. Un exceso de PMS en el medio también reaccionaría con los radicales  $\cdot SO_4^-$  (Ecuación 7), disminuyendo igualmente la eficiencia de degradación.



### 1.1.6.2. Activación por radiación

La activación de PMS con radiación es promovida a partir de la radiación solar, radiación ultravioleta (UV) y de microondas. La activación por radiación es capaz de lograr un nivel bastante alto de degradación orgánica, ya que además de permitir la formación de radicales, contribuye al aumento de la solubilidad de la materia orgánica y aumenta la temperatura de la solución, por consiguiente aumenta la velocidad de reacción (Lozinski et al., 2019; Poblete et al., 2019). Cabe aclarar que, la radiación visible (solar) no es tan eficaz como la activación por UV. La fotólisis de un mol de PMS permite obtener dos moles de  $\cdot SO_4^-$  y un mol de  $\cdot OH$  (ecuación 8).



### 1.1.6.3. Activación por ultrasonido

Un método poco estudiado es la activación por ultrasonido, este produce un fenómeno de cavitación que incluye la nucleación, el crecimiento y el colapso de las burbujas en un líquido, este colapso de las burbujas tiene una alta temperatura y una alta presión, lo que permite la generación de radicales en solución (Joshi y Gogate 2019; Tripathy et al., 2019; Songlin et al., 2008). El PS y el PMS también pueden ser aplicados como aceptores de electrones en un proceso de fotocatalisis, aprovechando el hueco foto-generado por el semiconductor para la generación de radicales (Ghanbari y Moradi 2017; Ortiz et al., 2019).

### 1.1.6.4. Activación con catalizadores a base de carbono

Recientemente ha crecido el interés en la activación con catalizadores a base de carbono (Duan et al., 2016; Guo et al., 2018; F. Liu et al., 2020; Yao et al., 2019). En comparación con los catalizadores metálicos, la aplicación de catalizadores a base de carbono evita la lixiviación del metal durante la reacción para la generación de radicales (Rocha et al., 2019). Asimismo, los materiales de carbono cuentan con grandes áreas superficiales, buena estabilidad tanto en ambientes ácidos como alcalinos además de una estabilidad estructural a altas temperaturas (Dhiman et al., 2022; Xin et al., 2021).

Entre los catalizadores basados en carbono utilizados en la activación de PMS, están los basados en óxido de grafeno reducido, carbón activado y biocarbón.

### 1.1.7. Biocarbón como catalizador

Ciertas propiedades del biocarbón han demostrado su potencial aplicación como catalizador para la activación PMS (Huong et al., 2020; Ouyang et al., 2019; S. Wang & Wang, 2020). El biocarbón es un sólido poroso rico en carbono derivado de la conversión termoquímica de la biomasa (Zheng et al., 2020). Investigaciones anteriores informaron de la presencia de radicales libres persistentes (RLP) en el biocarbón (R.-Z. Wang et al., 2019) que pueden activar el PMS, generando radicales  $\cdot SO_4^-$  (Fang et al., 2014; Fang, Liu, Gao, Dionysiou, y Zhou 2015). Los catalizadores basados en biocarbón, utilizados para la activación de PMS se pueden dividir en biocarbón prístino, biocarbón dopante con heteroátomos y catalizadores compuestos de biocarbón.

El biocarbón prístino se produce por la pirólisis de biomasa a una temperatura determinada sin agregar ningún compuesto. La pirólisis incompleta de la biomasa producirá RLP, cuya vida media varía de varias horas a varios días. Los RLP son los factores clave que afectan la capacidad de activación del biocarbón (Fang et al., 2014), considerando que los RLP podrían ser los centros redox para descomponer el oxidante peroxidisulfato (Fang et al., 2015). Sin embargo, en el sistema biocarbón/PMS, todavía faltan investigaciones confiables sobre el mecanismo de activación de PMS relacionado con los RLP.

Además de los RLP, la degradación catalítica también puede ser promovida por defectos estructurales como los bordes y el desorden en el biocarbón (Ouyang et al., 2019). Sin embargo, los defectos estructurales excesivos reducirían la durabilidad del biocarbón y la resistencia mecánica, lo que afectará el rendimiento del biocarbón. Además, el rendimiento catalítico del biocarbón está estrechamente relacionado con el grado de grafitización (R.-Z. Wang et al., 2019). Las estructuras grafitadas pueden inducir la transferencia directa de electrones entre los contaminantes y el PMS, también pueden promover la transferencia de electrones al aumentar la densidad de carga de los átomos de C (Y. Li et al., 2020). Además, las estructuras grafitadas podrían estabilizar los radicales y los electrones, aumentando así la eficiencia de los radicales activos en la degradación de los contaminantes (Gan et al., 2019).

A pesar de la gran diversidad en la producción de biocarbón de diferentes fuentes, casi todo el biocarbón prístino tiene una función limitada y se ve afectado por muchos interferentes, disminuyendo su capacidad catalítica (Tan et al., 2015). La modificación química del biocarbón se presenta como una alternativa que puede superar las limitaciones catalíticas del biocarbón prístino (Wang et al., 2019). El dopaje con heteroátomos es un método de modificación importante. La adición de heteroátomos no metálicos como N, S, P o B al biocarbón, puede introducir defectos en la superficie y cambiar las características intrínsecas como el área de superficie específica y el diámetro de los poros (Duan et al., 2015).

Además del dopaje con heteroátomos, otro método importante de modificación del biocarbón es la preparación de catalizadores compuestos de biocarbón. En los últimos años, se han estado preparando muchos catalizadores de compuestos de biocarbón con buen rendimiento catalítico, como compuestos de biocarbón soportados con  $\text{Co}_3\text{O}_4$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ,  $\text{MnO}_x\text{-N}$ ,  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ ,  $\text{MnFe}_2\text{O}_4$ ,  $\text{Co}_9\text{S}_8$  entre otros. Las sustancias compuestas con biocarbón suelen ser metales con estados de valencia variables, como Co, Fe y Mn, porque la conversión de valencia entre metales puede inducir reacciones redox y aumentar la vía de producción de ROS. La producción de catalizadores de biocarbón co-compuestos de compuestos metálicos y heteroátomos (N y S) es una buena idea, que puede aumentar en gran medida los sitios activos y romper la estructura inerte del biocarbón prístino.

Para los catalizadores a base de metales, la fuga siempre ha sido un factor importante que limita su aplicación práctica. Los catalizadores magnéticos heterogéneos como  $\text{MFe}_2\text{O}_4$  (M=Co, Cu, Mn) pueden aliviar este problema. En el sistema de catalizadores/PMS de compuestos de biocarbón, los compuestos de  $\text{MFe}_2\text{O}_4$  no solo resuelven el problema de la fuga de metales tóxicos y la fácil aglomeración de  $\text{MFe}_2\text{O}_4$ , sino que también resuelve el problema de la difícil separación de los catalizadores de biocarbón debido a la presencia de metales magnéticos (especialmente Fe) (Qu et al., 2022).

### 1.1.8. Producción de biocarbón

La producción de biocarbón comúnmente se realiza mediante la pirolisis de biomasa. El biocarbón prístino se produce de manera simple, la biomasa se lava, tritura, tamiza y piroliza directamente en horno tubular o mufla. Para eliminar las



impurezas inorgánicas residuales y el silicato, es posible lavar el biocarbón con HCl y KOH (K. Li et al., 2021). El biocarbón dopado con heteroátomos, se puede conseguir mediante el método de síntesis de un recipiente o el método de postratamiento. El método de síntesis de un recipiente consiste en mezclar los reactivos químicos que contienen heteroátomos con la biomasa antes de la pirólisis. La introducción del heteroátomo de N, generalmente se logra mediante la adición de urea (L. Xu et al., 2020; Zaeni et al., 2020). El método de postratamiento se refiere a mezclar el biocarbón con reactivos químicos y luego pirolizarlos nuevamente (Tian et al., 2018). Por otro lado, la preparación de biocarbón compuesto al igual que la introducción de heteroátomos se realiza en un recipiente mezclando ciertos metálicos que ayuden a incrementar la eficiencia catalítica del biocarbón.

### 1.1.9. Métodos de síntesis de biocarbón magnético

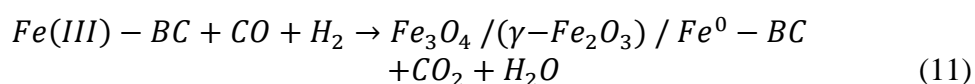
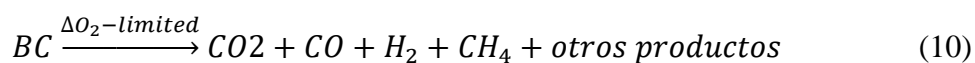
Los métodos de síntesis de biocarbón magnético (MBC) pueden dividirse en cuatro categorías: métodos termoquímicos, coprecipitación, codeposición reductora y molienda mecánica.

#### 1.1.9.1. Métodos termoquímicos

Entre los métodos termoquímicos esta la impregnación por pirólisis y la impregnación por síntesis hidrotermal.

##### 1.1.9.1.1. Impregnación por pirólisis

Para preparar MBC mediante pirólisis, la biomasa se coloca en una solución que contiene iones metálicos. Posteriormente, se elimina el solvente y el residuo se seca en condiciones anóxicas en un horno de mufla a temperaturas que varían entre 300–1000 °C (Feng et al., 2021). Los procesos para la síntesis de MBC tomando sal de hierro como precursor magnético a través de este método se explica a través de las ecuaciones (9) (10) y (11):





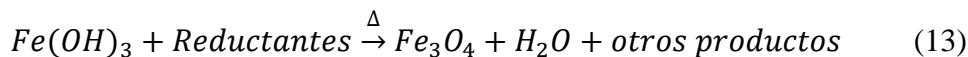
Durante el proceso de pirólisis, los parámetros operativos como la temperatura de pirólisis, el tiempo de residencia de la reacción y la atmósfera de pirólisis juegan un papel importante en la formación de biocarbón. Estos parámetros no solo afectan las propiedades superficiales del biocarbón, sino que también afectan el rendimiento. La temperatura de pirólisis tiene una gran influencia en las propiedades químicas y físicas del biocarbón, lo que podría afectar la reactividad de los catalizadores a base de biocarbón (Leng y Huang, 2018). El aumento de la temperatura de pirólisis provoca un incremento de la estructura defectuosa del biocarbón, y ayuda a la formación de carbono poroso graduado (Yu et al., 2020). Por otro lado, un aumento de temperatura en la producción de MBC podría ayudar en aumentar la capacidad magnética del biocarbón convirtiendo el  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  en  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (Fu et al., 2019). Pero un aumento exagerado de la temperatura transformaría el  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  en  $\text{FeO}$ , reduciendo el magnetismo. En ese sentido, elegir una temperatura de pirólisis adecuada es crucial.

Las características del biocarbón de lodos pueden cambiar en diferentes atmósferas, estos se aplican comúnmente para intensificar la pirolisis, con el fin de lograr un aumento del área superficial específica, estructuras porosas y diversos grupos funcionales (Chen et al., 2020). Generalmente, se utiliza atmósferas de  $\text{N}_2$  o  $\text{Ar}$  como gas protector para la producción de biocarbón. Una atmósfera de  $\text{CO}_2$  puede conducir a una mayor área superficial específica y más grupos funcionales de oxígeno en comparación con una atmósfera de  $\text{N}_2$  (Sun et al., 2020). Una atmósfera de  $\text{NH}_3$  puede promover la producción de microporos (carbonos dopados con N jerárquicamente porosos) (H.-W. Liang et al., 2014), estas características incrementan la eficiencia de la actividad catalítica del biocarbón.

#### **1.1.9.1.2. Impregnación por síntesis hidrotermal**

Otro proceso de impregnación termoquímica es el método de síntesis hidrotermal, en este método la solución de precursores magnéticos y biocarbón se mezclan, luego se calientan en un reactor a baja temperatura (100–300°C) para obtener MBC (J. Wang y Wang, 2019).

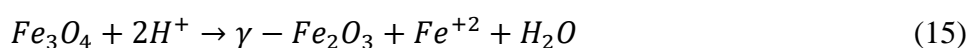
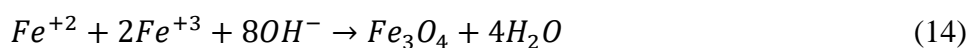
La impregnación de precursores magnéticos por el método de síntesis hidrotermal se explicaría según las ecuaciones (12) y (13).



En comparación con el método de impregnación-pirólisis, la síntesis de MBC mediante el método de síntesis hidrotérmico tiene condiciones de reacción más suaves y no se necesita un álcali adicional o un reductor fuerte en el proceso (Zhang et al., 2018).

### 1.1.9.2. Método de coprecipitación química

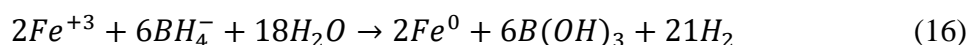
Sintetizar MBC por el método de coprecipitación se refiere a que el biocarbón se distribuye en una solución con los precursores magnéticos con la adición de una solución alcalina. El método de coprecipitación generalmente usa  $Fe^{+3}$  y  $Fe^{+2}$  como precursores magnéticos según la ecuación (14). Sin embargo, debido a la inestabilidad del  $Fe_3O_4$  se convierte fácilmente en  $Fe^{+2}$  y  $\gamma-Fe_2O_3$  (ecuación 15) (Hao et al., 2018).



El método de coprecipitación química es simple y manejable, y el producto obtenido posee una alta pureza. Sin embargo, el proceso necesita una gran cantidad de reactivos alcalinos, lo que aumenta el costo (Feng et al., 2021).

### 1.1.9.3. Método de co-deposición reductora

En comparación con el método de coprecipitación, los metales precursores magnéticos se reducen con reductores como el borohidruro de sodio y el borohidruro de potasio durante sus interacciones con el biocarbón en el método de co-deposición reductora (ecuación 16) (Yi et al., 2020).



El H<sub>2</sub> generado en la codeposición puede causar riesgos de seguridad y, por lo tanto, se debe tener especial cuidado en la producción a gran escala. Además, se debe tener en cuenta que algunos agentes reductores utilizados en la codeposición reductora pueden ser venenosos, por lo que deben usarse con cuidado (Feng et al., 2021).

#### **1.1.9.4. Método de la Molienda mecánica**

La preparación de MBC mediante molienda mecánica se realiza mezclando sustancias magnéticas como Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> con el biocarbón utilizando generalmente un molino de bolas (F. Li et al., 2020). Es un método económico y respetuoso con el medio ambiente con bajo consumo de energía, generando materiales granulares ultrafinos a escala nanométrica.

#### **1.1.10. Biocarbón a partir de lodos de aguas residuales**

Actualmente, los tratamientos de aguas residuales municipales generan lodo como subproducto, este lodo muchas veces es dispuesto en vertederos debido a su alta toxicidad (da Silva Souza et al., 2020), lo que representaría una gran amenaza para el medio ambiente. Una alternativa de tratamiento y reutilización del lodo de aguas residuales es el tratamiento térmico en la producción de biocarbón. La preparación de biocarbón de lodos de PTAR, se realiza a través de métodos termoquímicos, entre ellos tenemos la pirolisis térmica convencional (300 – 900 °C), la pirolisis seca o por microondas (0,3–300 GHz), torrefacción (200–300 °C), gasificación (>700 °C) y la carbonización hidrotermal (180–250 °C) (Chen et al., 2020). La estrategia más común para la producción de biocarbón es la pirolisis convencional (Lehman y Joseph 2009; Manara y Zabaniotou 2012; J. Wang y Wang 2019). El proceso de pirolisis se clasifica según la tasa de calentamiento, en pirolisis lenta y pirolisis rápida. La pirolisis lenta se da en el rango de 300 a 700 °C, produciendo la máxima cantidad de biocarbón (Yang et al., 2019), mientras que con la pirolisis rápida a una tasa de calentamiento de 100 °C/s generalmente se alcanza un mayor rendimiento en la producción de bio-oil (D.-C. Li y Jiang, 2017).

## 1.2 Antecedentes

S Wang y Wang (2019) prepararon y aplicaron un biocarbón derivado de lodos (SBC) para activar peroximonosulfato (PMS) en la degradación de triclosán (TCS) presente en agua y aguas residuales. El biocarbón se obtuvo mediante una pirólisis convencional a 450°C por 30 min. Para aumentar la superficie específica se trató el biocarbón con hidróxido de sodio 2M por 1 h. Luego se filtró y seco a 150 °C. En cuanto a la degradación de TCS se ensayó a pH 7.2, dosis de biocarbón de 1,0 g/L y concentración de PMS de 0.8 mM a 25 °C. La eficiencia de eliminación del carbono orgánico total (TOC) alcanzó el 32.5 % en 240 min.

J Wang et al. (2020) sintetizaron biocarbón derivado de lodos de aguas residuales y lodo rojo (abundante en Fe) (RSDBC) para activar peroximonosulfato (PMS) en la degradación del sulfametoxazol, logrando una degradación del 82.5% del sulfametoxazol. En este estudio, las especies heterogéneas de Fe, los grupos cetonas y el carbono grafitico fueron los responsables de la activación del PMS. Debido a las diferentes especies reactivas de oxígeno (ROS), los efectos de las condiciones de reacción, incluidos el pH inicial, los aniones comunes y la materia orgánica natural (NOM), no coincidían por completo. Si bien es cierto, existió riesgo de lixiviación de Fe en RSDBC este fue mucho menor que la de un sistema sin adición del lodo rojo. Las ventajas del sistema RSDBC/PMS, tal como se describen en el estudio, sugieren además su potencial aplicación a gran escala de remediación ambiental.

Mian y Liu (2019) informaron sobre una serie de catalizadores de biocarbón derivados de lodos para la activación de PMS y la posterior degradación de contaminantes orgánicos como el naranja ácido 7. Se obtuvieron catalizadores de biocarbón tratados químicamente y sin tratar. El biocarbón no tratado se pirolizó a 400 600 y 800 °C por 4h. para el biocarbón tratado químicamente utilizaron 3 métodos: tratamiento con NH<sub>4</sub>OH, KOH o HCl antes (pretratamiento), después (postratamiento) y antes/después (tratamiento combinado) de la pirólisis. El mejor catalizador fue el denominado NH<sub>3</sub>-S600-KOH (el biocarbón pretratado con NH<sub>4</sub>OH y postratado con KOH a una temperatura de pirólisis de 600 °C), el NH<sub>3</sub>-S600-KOH exhibió una capacidad superior de activación de PMS y de degradación de contaminantes orgánicos, llegando a degradar completamente el AO7 en 40 minutos.

Actualmente la síntesis de biocarbón magnético viene proporcionando una nueva perspectiva como agente catalítico, ya que la adición de sustancias metálicas tendría un gran impacto en la preparación del biocarbón Yu et al. (2019), mejorando la actividad catalítica durante el proceso de pirolisis (Huang, Jiang, Huang, y Yu 2018). Tal es el caso de Liu et al. (2020), que prepararon con éxito un biocarbón magnético de hierro nano-zero-valent (nZVI) con lodos de aguas residuales, mediante pirolisis de un solo paso a 500 °C, y se aplicó para eliminar Cr (VI) en aguas residuales simuladas.

Por otro lado, L. Chen et al. (2018) lograron una activación extraordinaria de peroximonosulfato (PMS) mediante un biocarbón compuesto con  $\text{Co}_3\text{O}_4$  derivado de paja de arroz (BC- $\text{Co}_3\text{O}_4$ ). El sistema BC- $\text{Co}_3\text{O}_4$ /PMS mostró un excelente desempeño para la degradación del antibiótico ofloxacina (OFX), llegando a eliminar el 90% de OFX en 10 min, lo que indica el efecto sinérgico entre BC- $\text{Co}_3\text{O}_4$  y Oxone.

Han y Xiao (2022) sintetizaron un compuesto de biocarbón de cáscara de pomelo cargado con cobalto y hierro (Co-Fe@PPBC) y activo con éxito el peroximonosulfato (PMS) para la eliminación de tetraciclina (TC). La oxidación por PMS logro una eliminación de 13,6 % y la adsorción por Co-Fe@PPBC alcanzó un 9,6 %, por el contrario, la eficiencia de eliminación de TC aumentó a 86,2 % en el sistema Co-Fe@PPBC/PMS, lo que indica que Co -Fe@PPBC puede activar PMS con éxito. En general, los investigadores afirman que Co-Fe@PPBC podría ser un catalizador económico y de alta eficiencia para la activación de PMS para eliminar contaminantes orgánicos en aguas residuales.

Y. Li et al. (2020) fabricaron un biocarbón cargado con nanopartículas de  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  ( $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ /HPC) con fuertes propiedades magnéticas, una estructura jerárquica porosa y grafitada.  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ /HPC mostró una degradación de bisfenol A mucho mejor que  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  en presencia de peroximonosulfato. Además, encontraron que la estructura grafitada y el efecto sinérgico entre la estructura grafitada y  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  son responsables de la superioridad de  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ /HPC entre todos los demás catalizadores. Así mismo, el biocarbón presento una excelente capacidad de separación, estabilidad, adaptabilidad y reutilización.

Z. Li et al. (2020) sintetizaron un compuesto de óxido de cobre soportado en biocarbón (BC-CuO) e intentaron activar el PMS para el tratamiento de aguas residuales altamente salinas observando eliminaciones rápidas de azul de metileno, naranja ácida 7, rodamina

B, atrazina y ciprofloxacina del sistema altamente salino en 30 min, alcanzando una alta eficiencia del 99,68%, 100%, 100%, 100% y 78,27%, respectivamente. También logro probar el sistema en lixiviados de vertederos, eliminando 68,43% de DQO de una concentración inicial de 2310 mg/L de DQO, la concentración de catalizador de biocarbón y PMS fue de 3 g/L y 50 mM respectivamente. Por otro lado, los investigadores estudiaron el efecto del pH en la degradación de azul de metileno, observando que la más alta constante de velocidad de degradación se presenta a pH 9.

Wu et al. (2022) prepararon un biocarbón magnético de lodo acidificado (MSB) para mejorar la eficiencia de eliminación de nitrógeno amónico en agua eutrificada. Los catalizadores de MSB fueron producidos a 300, 400, 500, 600 °C y diferentes estados de valencia de iones de hierro mediante pirólisis de impregnación. Las propiedades fisicoquímicas del biocarbón prístino y el MSB se revelaron a través del análisis de caracterización, sugieron que el MSB preparado con cloruro férrico a 400 °C presentó la mayor capacidad de adsorción, y la modificación con ácido mejoró la capacidad de adsorción de amonio en un 10,7 %.

R. Li et al. (2022) estudiaron, la química de la superficie del biocarbón derivado de lodos de depuradora (SSB) mediante la pirólisis controlada. El SSB obtenido se utilizó para la activación de PMS y oxidación del antibiótico ciprofloxacina. El sistema que logro altas eficiencias de eliminación de ciprofloxacina fue SSB pirolizado por 2 horas a una tasa de calentamiento de 20°C/min. Los investigadores identificaron exhaustivamente las especies y contenidos de Fe, N y O como sitios activos en SSB y sus relaciones con las ROS generadas para la degradación ciprofloxacina.

Ghanbari et al. (2020) investigaron un método secuencial para el tratamiento de lixiviados. Aplicaron consecutivamente dos procesos electroquímicos y una activación híbrida de PMS para tratar el lixiviado. La electrocoagulación, separó contaminantes orgánicos con una eliminación de DQO del 60%. Luego con la electrooxidación lograron una eficiencia de eliminación de DQO del 50 %. Por último, el proceso de oxidación avanzada con peroximonosulfato eliminó el 77.9% de DQO. En general, después de toda la secuencia lograron una eficiencia de eliminación de la DQO de 95,6 %. La disposición de los procesos fue un factor crítico para alcanzar el máximo rendimiento. Los investigadores sugieren que la electrocoagulación fue un proceso indispensable como un pretratamiento eficaz para los procesos oxidativos.

## CAPÍTULO II

### PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

#### 2.1 Identificación del problema

La contaminación por compuestos orgánicos es un problema mundial, debido al consumo desmedido de productos industrializados, los cuales generan desechos que contribuyen al deterioro del medio ambiente. A pesar de que la población es consciente del problema, la generación de RSM sigue aumentando a un ritmo alarmante. Según el informe del Banco Mundial titulado *What a Waste 2.0*, en el mundo se generan anualmente 2.01 billones de toneladas de RSM, así mismo se proyecta que la cantidad de desechos a nivel mundial aumente en un 70 % en los próximos 30 años. Por otro lado, en América Latina y el Caribe en el año 2016 se alcanzó un volumen de 231 millones de toneladas (Kaza et al., 2018). En el Perú, Según el sistema nacional de información ambiental, la generación de RSM es alrededor de 7.3 millones de toneladas anuales. En la ciudad de Puno en el año 2019, la generación total de RSM fue de 165 958.1 toneladas (MINAM - SINIA, 2020). La mayor parte de estos desechos sólidos, son dispuestos en vertederos, generando diversos problemas que amenazan la salud de los seres vivos y el medio ambiente.

Con el fin de disponer adecuadamente los desechos sólidos es que se utilizan vertederos y/o rellenos sanitarios, donde la descomposición de la mezcla compleja de contaminantes presentes y la infiltración de precipitaciones pluviales, generan un líquido denominado lixiviado. Este lixiviado normalmente presenta niveles elevados de pH, DQO, DBO<sub>5</sub>, nitrógeno amoniacal, sólidos disueltos totales, sales inorgánicas, además de la presencia de metales pesados y compuestos orgánicos persistentes. Asimismo, debido a la migración espacial del lixiviado en el suelo, estos contaminantes pueden llegar a fuentes de aguas superficiales y subterráneas con una carga altamente tóxica.



Hoy en día, muchas tecnologías han sido aplicadas para la degradación de contaminantes en lixiviados de residuos sólidos, los cuales son similares a los utilizados en el tratamiento de aguas residuales, e implican procesos biológicos, físicos y químicos. El tratamiento biológico es el más utilizado por su facilidad de ser instalado. La eficacia del tratamiento biológico se reduce debido a la presencia de contaminantes muy complejos y la baja biodegradabilidad. Por otro lado, los tratamientos fisicoquímicos han demostrado ser convenientes, reduciendo en gran medida los contaminantes orgánicos. Sin embargo, los productos químicos adicionados transforman los contaminantes del lixiviado en desechos sólidos, generando lodos los cuales en la mayoría de los casos regresan al vertedero, siendo entonces una solución insostenible.

Actualmente, los (POAs) vienen siendo ampliamente estudiados, mostrando eficiencias considerables de remoción debido a la generación de radicales capaces de degradar compuestos orgánicos e inorgánicos complejos. La generación de radicales depende de la activación catalítica del reactivo, muchos de estos mecanismos de activación requieren de tecnologías avanzadas. Una alternativa de activación ambientalmente viable para la generación de radicales es la aplicación de biocarbón, debido a que es un método de activación compuesto por carbono, nitrógeno, fósforo y azufre, con propiedades fisicoquímicas superiores, alta estabilidad y bajo costo. Sin embargo, la sola aplicación de biocarbón, no ha demostrado una alta eficiencia en la foto-activación de PMS. Por ello en el proyecto se plantea evaluar la generación de radicales mediante la foto-activación de PMS con un biocarbón magnetizado.

## **2.2 Enunciados del problema**

### **2.2.1 Enunciado general**

¿Cuál es el efecto de la técnica de foto-activación de peroximonosulfato con biocarbón magnetizado en la degradación de los contaminantes orgánicos en lixiviados producidos por residuos sólidos?

### **2.2.2 Enunciados específicos**

¿Qué características fisicoquímicas presentan los lixiviados producidos por los residuos sólidos?



¿Puede el biocarbón magnetizado mejorar la foto-activación de peroximonosulfato y promover la degradación de contaminantes orgánicos?

¿Influirá el biocarbón magnetizado foto activador en la eficiencia de degradación de contaminantes orgánicos en lixiviados producidos por residuos sólidos?

### 2.3 Justificación

El proyecto de investigación propone contribuir al conocimiento científico con una metodología que permita degradar contaminantes presentes en una matriz compleja como el lixiviado producido por residuos sólidos. Los POAs son ampliamente utilizados para la degradación de diversos contaminantes orgánicos. Un POA se basa en la generación de radicales a partir de ciertos reactivos. Sin embargo, depende de la activación catalítica del reactivo utilizando temperaturas elevadas, ultrasonido, radiación UV, metales de transición etc. Estos métodos resultan en ocasiones ser costosos debido a que utilizan energía externa para su puesta en marcha.

Actualmente el biocarbón magnetizado se presenta como una alternativa de activación, debido a que aprovecha biomasa sobrante, como restos de la agricultura, lodos de plantas de tratamiento de aguas residuales, plantas que fueron usadas en Fito remediación, entre otros. Del mismo modo, se tiene la foto activación que aprovecha la luz visible proporcionada por el sol, un recurso renovable altamente aprovechable y según el mapa de radiación directa proporcionada por el banco mundial, Puno es una ciudad con una irradiación solar directa elevada en comparación al resto del mundo. Por lo tanto, la activación del reactivo en un POA con biocarbón magnetizado utilizando energía solar, resulta económica y ambientalmente viable.

En el aspecto social, en la ciudad de Puno, cerca al botadero de Cancharani esta la comunidad de Cancharani, población que se verá continuamente afectada, debido a que existe una gran cantidad de residuos sólidos en descomposición. Sumado a ello, las precipitaciones pluviales que se presentan en las estaciones de primavera y verano incrementarán la generación de lixiviados, los cuales no cuenta con ningún tipo de tratamiento, siendo un riesgo potencial debido a la alta toxicidad de los diversos contaminantes presentes. En ese sentido, resulta urgente ensayar técnicas que contribuyan al tratamiento del lixiviado a fin de salvaguardar un ambiente saludable para el ecosistema y la población contigua al vertedero.

## 2.4 Objetivos

### 2.4.1 Objetivo general

Degradar los contaminantes orgánicos en lixiviados producidos por residuos sólidos mediante la técnica de foto-activación de peroximonosulfato con biocarbón magnetizado en un proceso de oxidación avanzada

### 2.4.2 Objetivos específicos

- Determinar las características fisicoquímicas de los lixiviados producidos por residuos sólidos.
- Desarrollar un biocarbón magnetizado, capaz de foto-activar peroximonosulfato que promueva la degradación de contaminantes orgánicos.
- Determinar la eficiencia de degradación de contaminantes orgánicos en lixiviados producidos por residuos sólidos mediante la técnica de fotoactivación de peroximonosulfato con biocarbón magnetizado.

## 2.5 Hipótesis

### 2.5.1 Hipótesis general

La foto-activación de peroximonosulfato con biocarbón magnetizado, en un proceso de oxidación avanzada, promueve la degradación de los contaminantes orgánicos en lixiviados producidos por residuos sólidos.

### 2.5.2 Hipótesis específicas

- Las características fisicoquímicas del lixiviado producido por los residuos sólidos, indican que se trata de un líquido con alta carga orgánica.
- El biocarbón magnetizado mejora la foto-activación de peroximonosulfato y promueve la degradación de contaminantes orgánicos en lixiviados producidos por residuos sólidos.
- El biocarbón magnetizado foto activador influye en la eficiencia de degradación de contaminantes orgánicos en lixiviados producidos por residuos sólidos.

## CAPÍTULO III

### MATERIALES Y MÉTODOS

#### 3.1 Lugar de estudio

El lugar de estudio se encuentra en las comunidades de Cancharani e Itapalluni ubicadas en la ciudad de Puno al sureste del Perú, en la meseta el Collao a orillas del lago Titicaca (OTI - Puno, 2021). Se identificaron dos vertederos de residuos sólidos, en primer lugar, se consideró el botadero inactivo de Cancharani, el cual se localiza a 8 km de la ciudad de Puno al Sur Oeste del cerro Cancharani a una altitud de 4000 m s.n.m. y alcanza aproximadamente un área de 4,81 hectáreas. En segundo lugar, se consideró el relleno sanitario activo de Itapalluni ubicado a 20 kilómetros de la ciudad de Puno, con un área que abarca unas 21 hectáreas.

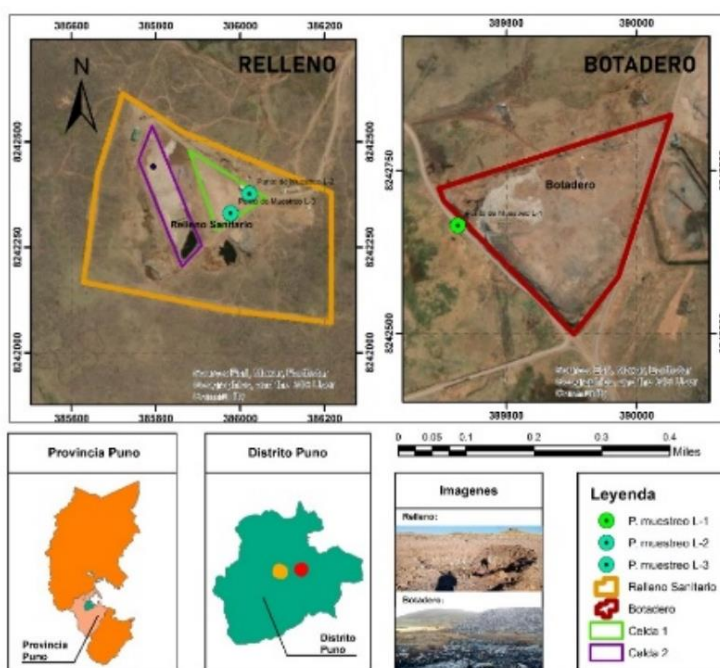


Figura 3. Lugar de estudio

### 3.2 Población

Para determinar la muestra de lixiviado a tratar con la técnica de fotoactivación de PMS con un biocarbon magnetizado se caracterizó 3 tipos de lixiviados producidos por residuos sólidos: un lixiviado de un vertedero viejo con edad  $> 20$  años (L1) que fue extraído del botadero cerrado de Cancharani (Figura 4), un lixiviado generado en un vertedero joven con una edad  $< 5$  años (L2) (Figura 5) y un lixiviado generado en un vertedero joven con una edad  $< 1$  año (L3) (Figura 6), los dos últimos fueron extraídos del relleno sanitario de Itapalluni.



Figura 4. Lixiviado de un vertedero viejo con edad  $> 20$  años (L1)



Figura 5. Lixiviado joven con una edad  $< 5$  años (L2)



Figura 6. Lixiviado recién generado con una edad  $< 1$  año (L3)

### 3.3 Muestra

Se recolectaron tres muestras de lixiviados por siete monitoreos, obteniendo 21 muestras de lixiviados. El muestreo se realizó durante los meses de agosto y setiembre del 2021. En el botadero de Cancharani se designó un punto de monitoreo (L1). En el

relleno sanitario de Itapalluni se designaron dos puntos de monitoreo (L2 y L3). Las muestras de lixiviados se recolectaron en botellas limpias rotuladas de un litro, se transportaron en una caja fría a una temperatura inferior de 4 °C. Llegando al laboratorio, inmediatamente se procedió con los análisis de pH, CE, DQO y DBO<sub>5</sub>. La descripción de los puntos de muestreo y las coordenadas se muestran en la Tabla 3.

Tabla 3

*Descripción y Coordenadas geográficas de los puntos de muestreo*

Punto de Muestreo	Descripción del punto de muestreo	Latitud	Longitud	Altitud
L1	Lixiviados generados en el botadero no controlado de Cancharani (edad >5 años).	15°53'33,60"	70°01'48,3"	4005 m s.n.m.
L2	Lixiviados generados en el relleno sanitario de Itapalluni (edad <5 años).	15°53'42.4"	70°03'52.9"	4085 m s.n.m.
L3	Lixiviados generados en el relleno sanitario de Itapalluni (edad <1 año).	15°53'43,9"	70°03'54.4"	4086 m s.n.m.

### 3.4 Método de investigación

#### 3.4.1 Características fisicoquímicas de los lixiviados

El método del primer objetivo específico es de tipo Descriptivo, porque se determinó las características fisicoquímicas de los lixiviados producidos por los residuos sólidos.

#### 3.4.2 Síntesis del biocarbón magnetizado

El método de investigación utilizado para el desarrollo de biocarbón magnetizado fue experimental porque se controlaron variables e indicadores. Se elaboraron 3 matrices de biocarbón: biocarbón pristino (sin compuestos), un biocarbón compuesto dopado con Co, y un biocarbón magnetizado dopado con Co, Zn y Fe.



### 3.4.3 Eficiencia de degradación de contaminantes orgánicos en lixiviados

El método de investigación utilizado para determinar la eficiencia de degradación catalítica de contaminantes orgánicos presentes en lixiviados de residuos sólidos, mediante la fotoactivación de PMS con biocarbón magnetizado, fue del tipo experimental. Primero, se establecieron 14 tratamientos según la Tabla 4. Segundo, se evaluó la influencia del pH (1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8 y 9), ambos utilizando una fuente de luz visible y una fuente de luz UV (Tabla 5). Tercero, se evaluó la influencia de las concentraciones del oxidante PMS (20 y 40 mM) y biocarbon magnetizado (1 y 3 g/L), se trabajó a pH 5 (después de la adición de PMS) con una fuente de luz UV.

Tabla 4

*Tratamientos para el tercer objetivo*

FUENTE DE LUZ	CATALIZADOR	AGENTE OXIDANTE	TRATAMIENTO
LUZ VISIBLE	-	PMS	1
	SBC	PMS	2
	Co@SBC	PMS	3
	Co-Zn-Fe@SBC	PMS	4
	SBC	-	5
	Co@SBC	-	6
	Co-Zn-Fe@SBC	-	7
LUZ UV	-	PMS	8
	SBC	PMS	9
	Co@SBC	PMS	10
	Co-Zn-Fe@SBC	PMS	11
	SBC	-	12
	Co@SBC	-	13
	Co-Zn-Fe@SBC	-	14

Tabla 5

*Efecto del pH utilizando Co-Zn-Fe@SBC*

FUENTE DE LUZ	CATALIZADOR	AGENTE OXIDANTE	pH
LUZ VISIBLE	Co-Zn-Fe@SBC	PMS	1
	Co-Zn-Fe@SBC	PMS	2
	Co-Zn-Fe@SBC	PMS	3
	Co-Zn-Fe@SBC	PMS	4
	Co-Zn-Fe@SBC	PMS	5
	Co-Zn-Fe@SBC	PMS	6
	Co-Zn-Fe@SBC	PMS	7
	Co-Zn-Fe@SBC	PMS	8
	Co-Zn-Fe@SBC	PMS	9
LUZ UV	Co-Zn-Fe@SBC	PMS	1
	Co-Zn-Fe@SBC	PMS	2
	Co-Zn-Fe@SBC	PMS	3
	Co-Zn-Fe@SBC	PMS	4
	Co-Zn-Fe@SBC	PMS	5
	Co-Zn-Fe@SBC	PMS	6
	Co-Zn-Fe@SBC	PMS	7
	Co-Zn-Fe@SBC	PMS	8
	Co-Zn-Fe@SBC	PMS	9

### 3.5 Descripción detallada de métodos por objetivos específicos

#### 3.5.1 Características fisicoquímicas de los lixiviados.

Los parámetros físico-químicos se analizaron de acuerdo a métodos estándar para análisis de agua y aguas residuales (Baird et al., 2017). El pH se midió en 50 mL de muestra utilizando un pHmetro marca Metrohm modelo 914 previamente calibrado para cada muestreo. La CE, el % de salinidad y los STD se evaluaron en 50 mL de muestra con un conductímetro marca Hach modelo Sens ion5.

La DQO se analizó mediante el método micro DQO por digestión sellada y espectrometría, como estándar patrón, se utilizó biftalato de potasio desecado a 40°C. Para la digestión, se utilizaron kits de DQO para un rango alto (20-800 mg/L de DQO) este kit contenía la solución digestora y catalizadora, por lo que únicamente se adicionó 2.5 mL de muestra patrón o muestra de lixiviado. Se digesto los viales de DQO por 2 horas a 150 °C en un digestor VELP Scientifica DK6. Luego de la digestión, los viales fueron enfriados a temperatura ambiente. Para la lectura de absorbancias se empleó un espectrofotómetro UV-Vis UNICO 2802.

El método para el análisis de DQO fue previamente validado teniendo en cuenta la longitud de onda optima (600 nm), linealidad ( $r^2 = 0.9998$ ), sensibilidad (LD = 34.32 mg/L y LC = 78.10 mg/L) y precisión (RSD = 0.85). Los parámetros de la validación estuvieron dentro de los estándares establecidos por la USP (The United States Pharmacopeia, 2015), los valores de intercepto y pendiente para el cálculo de la concentración de DQO fueron 0.001 y 0.00029316 respectivamente.

Para la determinación de DQO debido a la alta concentración de DQO en la muestra original y con el fin de que los resultados se encuentren dentro de la curva de calibración, es que se realizaron diluciones: en L1 de 100/1, en L2 de 50/2 y en L3 de 50/10. Los resultados obtenidos de pH, CE, DQO y DBO<sub>5</sub> se compararon con los límites máximos permisibles (LMP) para efluentes de PTAR (D.S.N° 003-2010-MINAM), dado que aún no existe una ley oficial que regule el LMP para Lixiviados generados por residuos sólidos. Para determinar si existe o no diferencia significativa entre los parámetros fisicoquímicos de los lixiviados, se aplicó la estadística básica descriptiva.

### **3.5.2 Síntesis del biocarbón magnetizado**

Para la síntesis de biocarbón magnetizado se utilizó el lodo generado en la PTAR Escalerilla de la ciudad de Arequipa. El lodo se secó a temperatura ambiente, luego se trituro y paso por un molino de bolas hasta atravesar un tamiz de malla 200. Con el polvo de lodo obtenido se sintetizaron 3 matrices de biocarbón: (1) El lodo molido fue mezclado con KOH (relación molar 1:1), la mezcla fue carbonizada 500 °C bajo una atmosfera autogenerada en una mufla eléctrica KYNTEL SERIE 1702, luego de la pirolisis se procedió con la molienda y lavado del biocarbón con agua destilada hasta pH neutro, este biocarbón se denominó SBC. (2) Se tomo una cierta cantidad



de lodo y se transfirió a un matraz con  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  (0.1 mol/L), se mantuvo en agitación por 24 h, se ajustó el pH a 12 con KOH (6 mol/L) y se agitó 1 h adicional. Luego, se transfirió la solución anterior a un autoclave revestido de teflón y se mantuvo a 180 °C en la estufa Memert UN110 durante 12 h. Posteriormente, el precipitado obtenido fue filtrado, secado y molido con KOH (relación molar 1:1), luego fue carbonizado a 500 °C durante 2 h bajo una atmósfera autogenerada, este biocarbón se denominó Co@SBC. (3) Para la síntesis de biocarbón magnético foto-activador, se utilizó  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  y  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  (relación molar 1:1:2) se mezcló con 100 mL de agua destilada, se añadió una cantidad apropiada de Co@SBC, a la solución mixta anterior, se ajustó el pH a 13 con KOH (6 mol/L), la solución fue transferida a un reactor de teflón para reacción hidrotérmica a una temperatura de 180 °C durante 20 h. Una vez enfriado el reactor a temperatura ambiente se recogió el precipitado por filtración, luego se lavó con agua destilada hasta que el filtrado sea neutro. Finalmente, el precipitado obtenido fue secado a 60 °C durante 24 h y molido para su uso posterior, este biocarbón compuesto se denominó Co-Zn-Fe@SBC.

La forma de la estructura cristalina de las muestras de lodos y biocarbón, se analizaron mediante un difractor de rayos X BRUKER D8ADVANCE. Así mismo, se estudió la morfología de la superficie y la composición elemental de las muestras de biocarbón utilizando microscopía electrónica de barrido de emisión de campo (FESEM) HITACHI Su 8230. Por último, la grafitización y el grado de defecto del biocarbón compuesto se revelaron mediante espectroscopia RAMAN NT-MDT NTEGRA Spectra.

### 3.5.3 Eficiencia de degradación de contaminantes orgánicos en lixiviados

Para determinar la eficiencia de degradación de los catalizadores de biocarbón se utilizó un proceso de tipo batch y dos fuentes de luz, una visible y otra UV. En un matraz Erlenmeyer de 100 mL se trató 50 mL de lixiviado, con concentraciones iniciales de PMS y catalizador de 8mM y 0.5g/L respectivamente, el pH de la solución no fue modificado alcanzando un valor de pH 3 después de la adición del PMS. La solución se agitó a 200 rpm hasta alcanzar el equilibrio de adsorción, luego se encendió una lámpara de Xenón de 300 W para la reacción foto catalítica con luz visible y una lámpara UV-C de 254 nm para la reacción foto catalítica con luz UV.

Después de dos horas de reacción, se extrajo aproximadamente 5 mL de muestra, con ayuda de una jeringa y un filtro de membrana de 0.45  $\mu\text{m}$ , para su posterior análisis.

El efecto del pH en la degradación de contaminantes orgánicos mediante la foto activación con el biocarbón compuesto Co-Zn-Fe@SBC fue evaluado en un sistema batch. Para lo cual en un matraz de 100 mL se trató 50 mL de lixiviado con una concentración inicial de PMS de 8mM, el pH se ajustó en el rango de 1 - 9, luego se adiciono el biocarbón Co-Zn-Fe@SBC (0.5 g/L). Después de dos horas de reacción se extrajo aproximadamente 5 mL de muestra, con ayuda de una jeringa y un filtro de membrana de 0.45  $\mu\text{m}$ , para su posterior análisis. El efecto del pH también fue evaluado con una fuente de luz visible y una fuente de luz UV.

El efecto de las concentraciones del oxidante y catalizador de biocarbón, en la degradación de contaminantes orgánicos presentes en los lixiviados de residuos sólidos, fue estudiado utilizando una fuente de luz UV con dos niveles de concentraciones, 20 y 40 mM para PMS e igualmente 1 y 3 g/L para el biocarbon Co-Zn-Fe@SBC. El pH después de la adición del PMS en cada tratamiento fue regulado a un valor de 5. El tiempo de reacción fue de dos horas.

### **Variables para analizar en el tercer objetivo específico**

#### **Dependiente**

$Y_1$ : % de remoción de DQO.

$$(DQO_0 - DQO_F) * 100 / DQO_0;$$

DQO en mg/L

#### **Independientes:**

$X_1$ : Fuente de luz;  $X_2$ : Catalizador de biocarbón;  $X_3$ : Agente oxidante

#### **Intervinientes:**

Temperatura Ambiental, tiempo de reacción, concentración de agente oxidante, concentración de catalizador de biocarbón.



### **Prueba estadística inferencial**

Para determinar si existe o no diferencia significativa entre los experimentos, se aplicó la prueba paramétrica de análisis de varianza (ANDEVA), con un nivel de confianza del 95%. Los datos obtenidos fueron sometidos a pruebas de Normalidad, homogeneidad e independencia. El software utilizado para el análisis estadístico fue MINITAB.

## CAPÍTULO IV

### RESULTADOS Y DISCUSIÓN

#### 4.1 Características fisicoquímicas de los lixiviados

Las características fisicoquímicas encontradas en los lixiviados producido por los residuos sólidos del botadero de Cancharani (L1) y el relleno sanitario de Itapalluni (L2 y L3) se muestran en la Tabla 6. Cabe aclarar que, durante el monitoreo de lixiviados, el botadero de Cancharani se encontraba clausurado y el vertedero activo era el relleno sanitario de Itapalluni. Según Pazoki y Ghasemzadeh (2020), las características de los lixiviados varían según la composición de los residuos sólidos, edad del vertedero y edad de los lixiviados, lo cual es corroborado con los resultados obtenidos en este estudio. Otro factor observado, fue el efecto de la precipitación pluvial, factor determinante según Z. Youcai (2018).

La variación del pH en los lixiviados durante el monitoreo se presenta en la Figura 7. El pH en L1 se mantuvo relativamente constante hasta el quinto monitoreo, luego se observó un incremento en el sexto monitoreo, probablemente se deba a factores meteorológicos como la precipitación pluvial. El pH en L2 se mantuvo constante durante los siete monitoreos, esto debido a que los lixiviados del relleno sanitario se encuentran almacenados en una poza con una estructura que evita la infiltración de las precipitaciones pluviales. Por otro lado, en L3 se presentó una ligera tendencia en el incremento del pH a lo largo del monitoreo, lo que significaría una reducción de la concentración de  $H^+$ .

Tabla 6

*Características fisicoquímicas de los lixiviados*

Parámetro	LMP Efluentes de PTAR, 2010	Max.	Min.	Promedio	Desviación Estándar	Mediana	n
<b>L1 (Cancharani)</b>							
pH	6.5-8.5	8.55	8.26	8.38	0.09	8.36	7
CE (mS/cm)	-	96.50	70.30	85.71	11.12	92.20	7
DQO (mg/L)	200	172,600.81	84,253.76	129,231.33	35,891.79	133,032.25	7
DBO <sub>5</sub> (mg/L)	100	8,420.00	5,900.00	7,240.00	1,267.59	7,400.00	3
<b>L2 (Itapalluni)</b>							
pH	6.5-8.5	6.85	6.35	6.59	0.156	6.57	7
CE (mS/cm)	-	16.14	15.04	15.50	0.392	15.63	7
DQO (mg/L)	200	24,048.14	18,045.40	20,629.85	1,874.93	20,807.61	7
DBO <sub>5</sub> (mg/L)	100	0	0	0	0	0	3
<b>L3 (Itapalluni)</b>							
pH	6.5-8.5	7.83	7.75	7.78	0.026	7.79	7
CE (mS/cm)	-	19.81	13.65	18.36	2.39	19.63	7
DQO (mg/L)	200	2,728.87	2,507.15	2,594.05	75.12	2,575.37	7
DBO <sub>5</sub> (mg/L)	100	357	186	271.5	120.91	271.5	2

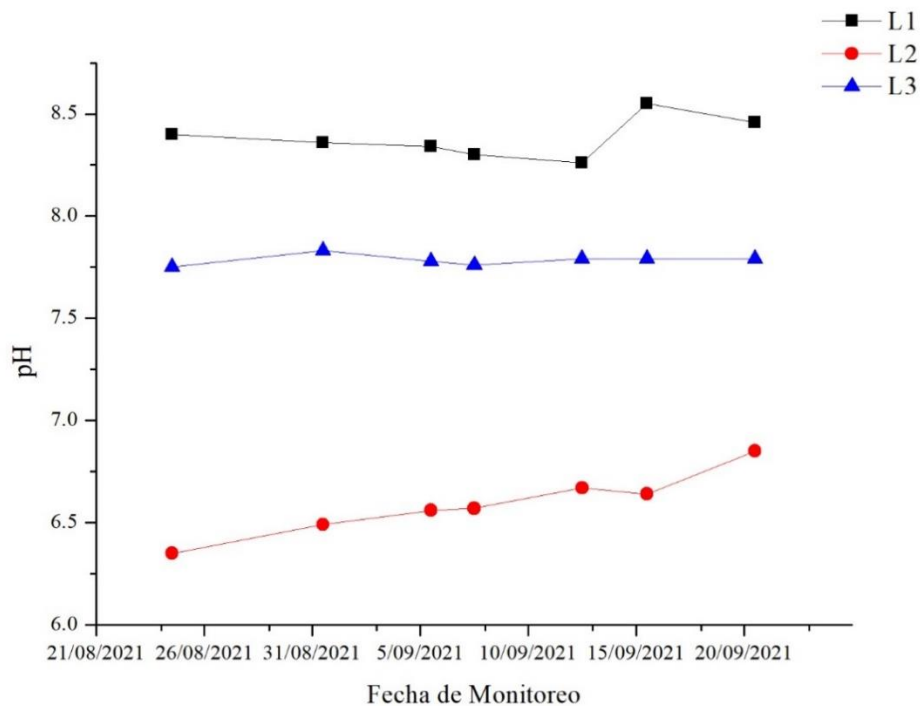


Figura 7. variación del pH en los lixiviados durante el monitoreo

El pH promedio obtenido del lixiviado generado en el botadero de Cancharani (L1) fue de 8.38, este valor indicaría un ambiente alcalino el cual podría estar asociado a una fase metanogénica (Robinson, 2005). Sin embargo, esta fase implica que la carga orgánica contaminante del lixiviado expresada en forma de DQO sea baja, en promedio 3,000.00 mg/L (Kjeldsen et al., 2002). El pH alcalino en lixiviados extraídos de un botadero de residuos sólidos clausurado también fue reportado por González-Arqueros et al. (2021) con valores entre 8.14 y 8.35 en Morelia, Michoacán, México.

Por otro lado, en el lixiviado generado por el relleno sanitario de Itapalluni (L2), muestra un pH promedio 6.59, este valor podría indicar que se trata de un lixiviado en fase de estabilización acetogénica (Robinson, 2005). El pH ácido es común en lixiviados jóvenes con menos de 5 años (Teng et al., 2021), básicamente debido a la presencia de bacterias hidrolíticas y fermentativas que convierten los ácidos grasos volátiles en ácido acético (Robinson, 2005). Esto es corroborado por Asouam et al. (2021) y Somani et al. (2019), quienes encontraron valores de pH de 5.9 y 6.62 respectivamente, ambos en muestras de lixiviados jóvenes. Lo contrario ocurrió con (Torres-Lozada et al., 2014), quien analizó diversos parámetros fisicoquímicos en lixiviados jóvenes, encontrando valores de pH que fluctuaron entre 7.77 a 8.26, lo cual no va acorde a la teoría.

En el lixiviado (L3) se encontró un valor promedio de pH en 7.78, un valor ligeramente alcalino, el cual según Christensen y Kjeldsen (1989), se presenta en la I fase de degradación de los residuos sólidos, y L3 representa un lixiviado de un vertedero con una edad menor a un año por lo que, el pH encontrado en L3 va conforme a lo reportado en la teoría (Figura 1). Esto solo se comprobó en estudios con lixiviados artificiales tal como reportan Tello-Espinoza y Fernández-Villagomez (2012), donde después de 185 días de generación de lixiviados, el pH se mantuvo en el rango de 7 a 8.2, con una ligera tendencia de incremento, tal como se observó en este estudio.

La evolución de la DQO durante el monitoreo se presenta en la Figura 8. En L1 se tiene una tendencia de incremento de la DQO hasta el quinto monitoreo, y en el sexto monitoreo decrece imprevistamente debido a factores meteorológicos registrados antes del sexto monitoreo. Se deduce que el incremento de DQO en L1 se da por la evaporación del lixiviado, concentrando la carga contaminante en cada monitoreo, debido a que los lixiviados producidos en el botadero de Cancharani se acumulan sin control alguno. En L2 la DQO se mantiene constante a lo largo de los siete monitoreos, por el mismo hecho de que cuenta con una estructura de almacenamiento. De igual manera, en L3 la DQO se mantiene constante durante los 7 monitoreos.

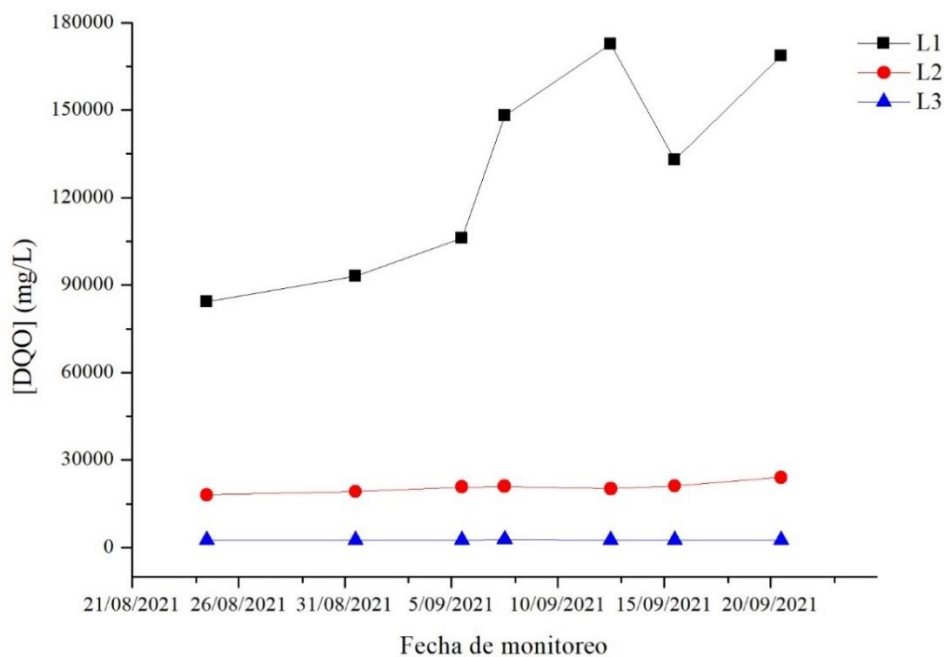


Figura 8. Variación de la DQO durante el monitoreo.

La carga contaminante promedio en L1 fue de 129,374.29 mg/L de DQO, un valor extremadamente alto que acompañado de un pH alcalino indicaría la ausencia de bacterias anaerobias acetogénicas, importantes para la degradación de contaminantes orgánicos (Robles-Martínez y Gourdon, 1999). Si bien es cierto, valores de pH alcalino y DQO elevado son poco comunes, en una de las pozas del vertedero del Gran Agadir se encontró un pH de 8.70 y una DQO de 56,256.00 mg/L (Asouam et al., 2021), corroborando la suposición de encontrar una alta concentración de compuestos orgánicos y una baja concentración de ácidos grasos volátiles que es la materia orgánica biodegradable. Esto se podría confirmar con el bajo índice de biodegradabilidad ( $DBO_5/DQO = 0.056$ ) obtenido en este estudio. Esta relación  $DBO_5/DQO$  es consistente con datos reportados en los vertederos de Jeram (0.034 – 0.040) (Olisa et al., 2016) y Selangor state (0.07) (Ishak et al., 2018) ambos ubicados en Malasia. La baja relación que se encontró entre  $DBO_5/DQO$ , podría indicar la edad del lixiviado producido en el botadero de Cancharani, situándolo como maduro (>5 años) según sugiere Alvarez-Vazquez et al. (2004).

La DQO promedio en L2 fue de 20,629.85 mg/L, un valor conforme a lo establecido por Christensen y Kjeldsen (1989) en lixiviados jóvenes (< 5 años) el cual puede variar entre 6,000 a 60,000 mg/L de DQO y en promedio tener 22,000 mg/L. La DQO de este estudio concuerda con lo obtenido en un lixiviado joven por Somani et al. (2019), quien encontró una DQO de 21,533.34 mg/L. Por el contrario difiere con lo hallado por Kurtoğlu Akkaya y Bilgili (2020) y Asouam et al. (2021), quienes también estudiaron lixiviados jóvenes, con valores de 65,000 y 90,240 mg/L de DQO respectivamente. La DQO de L3 llegó a 2,594.05 mg/L y según la curva de degradación propuesta Christensen y Kjeldsen (1989), sería un valor esperado en los lixiviados de la I fase de degradación de los residuos sólidos.

La evolución de la CE durante el monitoreo se presenta en la Figura 9. En L1 al igual que con la curva de DQO, se tiene una tendencia de incremento de la CE hasta el quinto monitoreo, y en el sexto monitoreo decrece ligeramente. En L2 la CE se mantiene constante a lo largo de los siete monitoreos. Sin embargo, en L3 se observa un nivel de mineralización bastante alto, incluso superando los valores de L2.



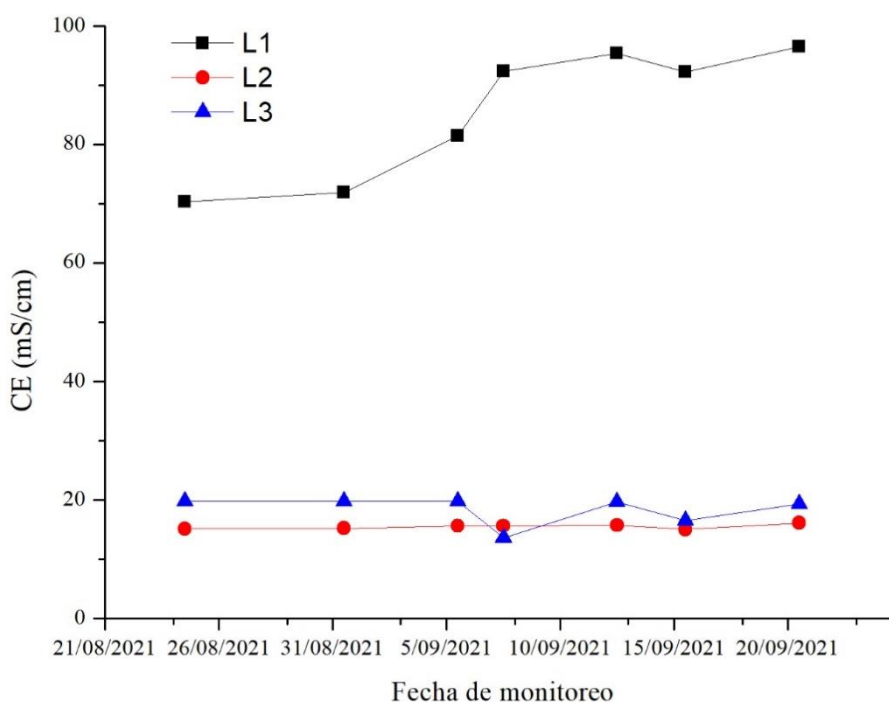


Figura 9. Evolución de la CE durante el monitoreo.

Por otro lado, en cuanto a la posible contaminación inorgánica en el lixiviado del botadero de Cancharani, se obtuvo una CE promedio de 85.71 mS/cm. Este valor al igual que la DQO es extremadamente elevado. Sin embargo, concuerda con valores observados de CE a pH Alcalino por Asouam et al. (2021) de 98.9 y 129.9 mS/cm en dos pozas del vertedero del gran Agadir. La CE elevada también se corrobora con la concentración de STD, el cual excede los 50.00 g/L indicando la presencia de material inorgánico, tal como Gálvez et al. (2008) mostraron en diversas muestras de lixiviados a lo largo de un año en un vertedero situado en Alhendín, España. Se presume que el elevado nivel de CE en L1 es consecuencia del deficiente manejo del botadero cuando se encontraba operativo, dado que no solo se disponía los residuos domésticos, sino que también recibía residuos industriales, hospitalarios, comerciales entre otros (OEFA, 2012), explicando en cierta medida los valores de contaminación orgánica e inorgánica tan elevada. El valor de 15.50 mS/cm en promedio de CE hallado en L2, indica también un alto nivel de mineralización del lixiviado. Asouam et al. (2021) también obtuvo un valor similar de CE (15.9 mS/cm) en su muestra de lixiviado joven. En cuanto a la CE de L3, este llegó a 18.36 mS/cm, superando a L2 a pesar de que L2 presenta una mayor concentración de DQO.

### Efecto de las precipitaciones pluviales en las características fisicoquímicas del lixiviado producido por los residuos sólidos del botadero de Cancharani.

Como se mencionó anteriormente, las precipitaciones pluviales podrían afectar las características del lixiviado, peor aún, si este se encuentra a la intemperie, como es el caso del lixiviado producido en el botadero de Cancharani. Durante el monitoreo en el botadero de Cancharani, el pH presentó un incremento en el sexto monitoreo justo después de que se presentaron las primeras lluvias del mes de setiembre (Figura 10), esto implica que, el pH puede variar no solo por la composición de los residuos sólidos en el botadero, sino también, por eventos meteorológicos como las precipitaciones pluviales.

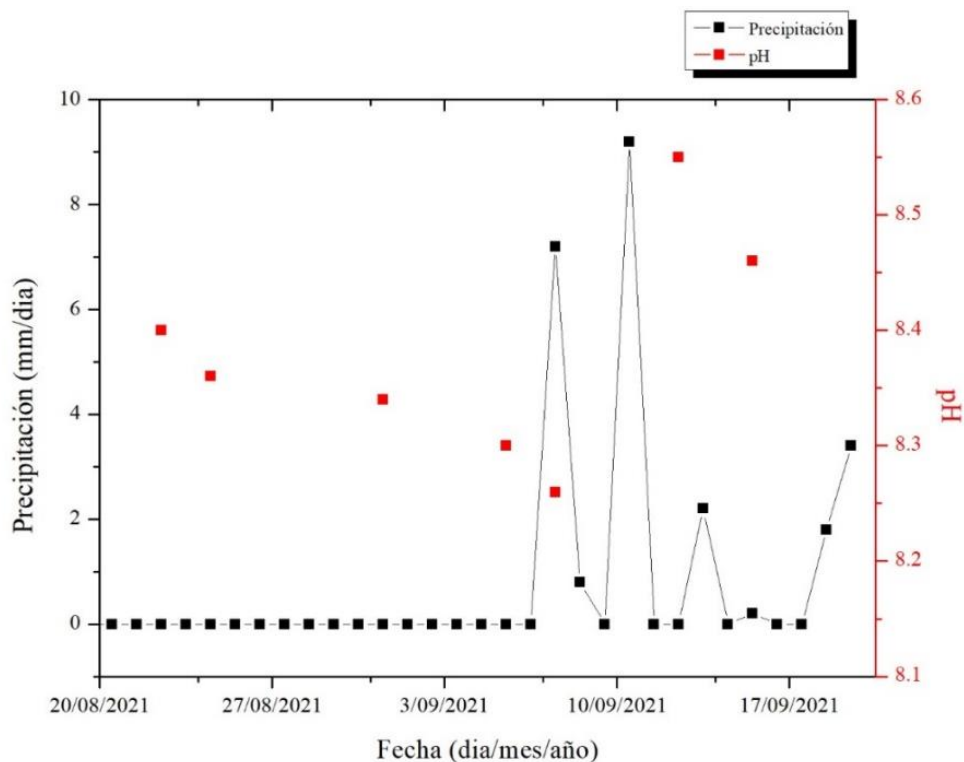


Figura 10. Efecto de las precipitaciones pluviales en el pH del lixiviado generado en el botadero de Cancharani

La CE y DQO también se ven afectadas por las precipitaciones pluviales, disminuyendo repentinamente la concentración de dichos parámetros, la CE disminuye en el sexto monitoreo (Figura 11) al igual que la DQO (Figura 12).

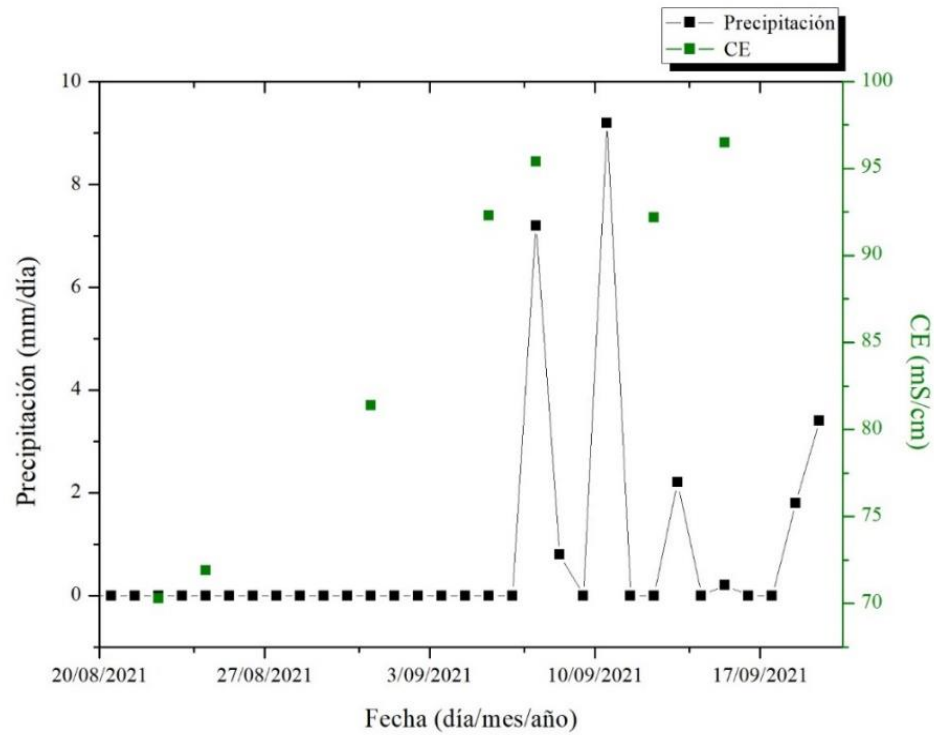


Figura 11. Efecto de las precipitaciones pluviales en la CE del lixiviado generado en el botadero de Cancharani

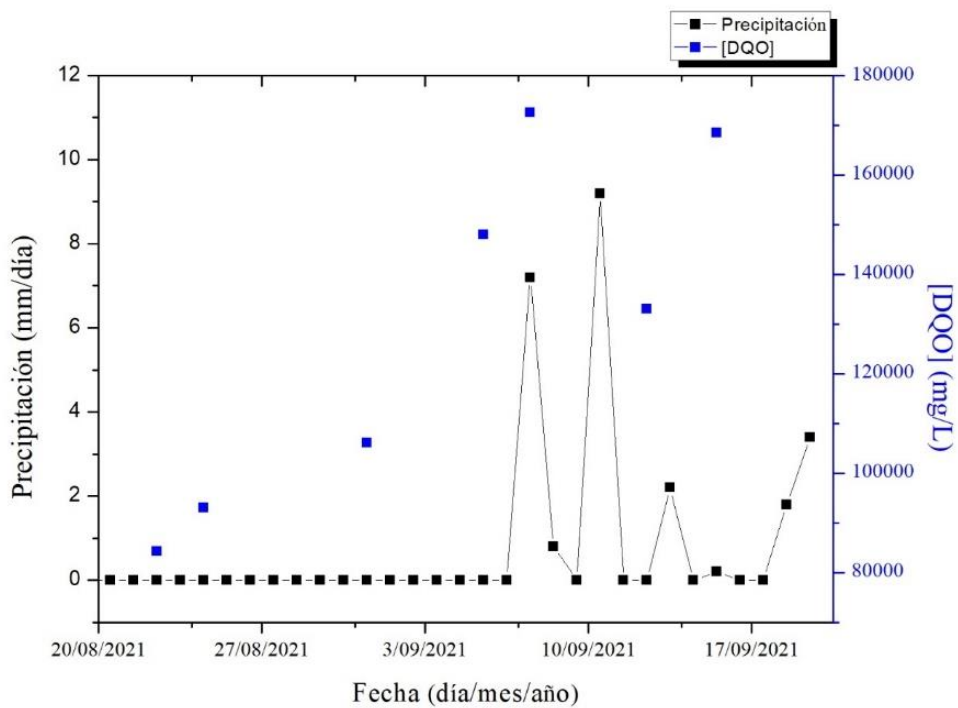


Figura 12. Efecto de las precipitaciones pluviales en la DQO del lixiviado del botadero de Cancharani

## 4.2 Síntesis del biocarbón magnetizado.

Se sintetizó 3 catalizadores a base del lodo generado de una PTAR. Los catalizadores de biocarbón fueron caracterizados mediante microscopía electrónica de barrido de emisión de campo (FESEM), difracción de rayos X (DRX) y Espectroscopia RAMAN.

### 4.2.1 Microscopía electrónica de barrido de emisión de campo (FESEM).

#### 4.2.1.1 Lodo de PTAR (biosólidos)

El lodo utilizado para la síntesis del catalizador de biocarbón fue caracterizado mediante microscopía electrónica de barrido de emisión de campo. La Figura 13(a) y (b), muestran la morfología inicial de la muestra de lodo de una PTAR, observando superficies amorfas subangulares con tamaños de partícula en el rango de  $5\mu\text{m}$  -  $50\mu\text{m}$ . La composición elemental de la muestra de lodo de una PTAR fue examinada mediante espectroscopia de rayos X de energía dispersiva, el espectro SEM-EDS se muestra en la Figura 14, el análisis determinó que este se constituye principalmente de C, O, Si, Al, N y Ca (Tabla 7). El porcentaje alto de carbono y oxígeno en el lodo, 46.26% y 26.42% respectivamente, puede ser aprovechado para la producción de biocarbón. Además, se observó la presencia de elementos foto-activadores como Ti (0.05%) y Fe (0.21%). Esta composición similar en muestras de lodos de una PTAR también fue reportada por Onchoke et al. (2018), encontrando 41.9% de C, 37.6% de O, 0.2 % de Ti y 0.7% de Fe.

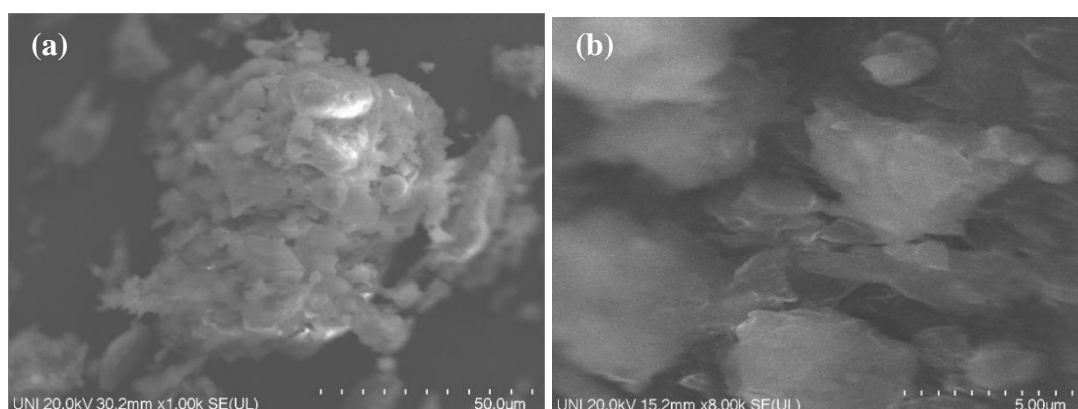


Figura 13. SEM del lodo (a)  $50\mu\text{m}$  y (b)  $5\mu\text{m}$

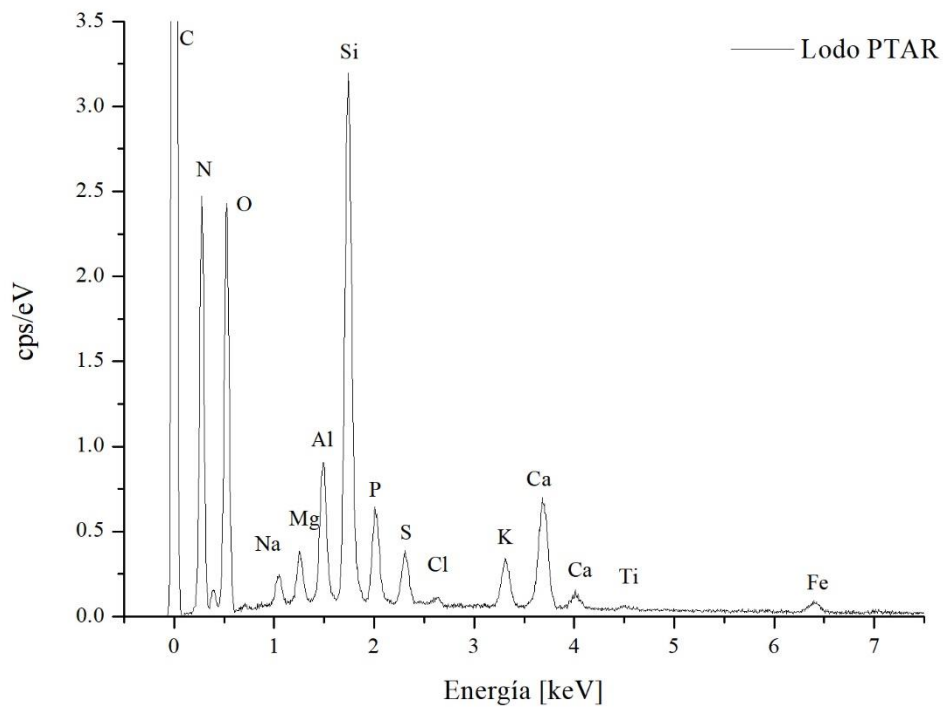


Figura 14. Composición elemental del lodo de PTAR

Tabla 7

Composición elemental del lodo de una PTAR

Elemento	Lodo PTAR	
	% Masa	% Atómico
Carbono	46.26	58.25
Nitrógeno	4.41	4.76
Oxígeno	27.95	26.42
Sodio	0.96	0.63
Magnesio	1.07	0.67
Aluminio	2.65	1.49
Silicio	7.89	4.25
Fosforo	1.82	0.89
Azufre	0.97	0.46
Cloro	0.13	0.06
Potasio	1.17	0.45
Calcio	3.78	1.43
Titanio	0.16	0.05
Fierro	0.78	0.21

#### 4.2.1.2 Biocarbon SBC

La morfología de SBC se muestra en la Figura 15(a) y (b), en las imágenes SEM se observa que consiste en partículas sólidas con superficies rugosas y porosas de forma irregular formando hojuelas de un tamaño aproximado de  $3.6 \mu\text{m}$ . El espectro SEM-EDS de la muestra del biocarbon SBC se muestra en la Figura 16.

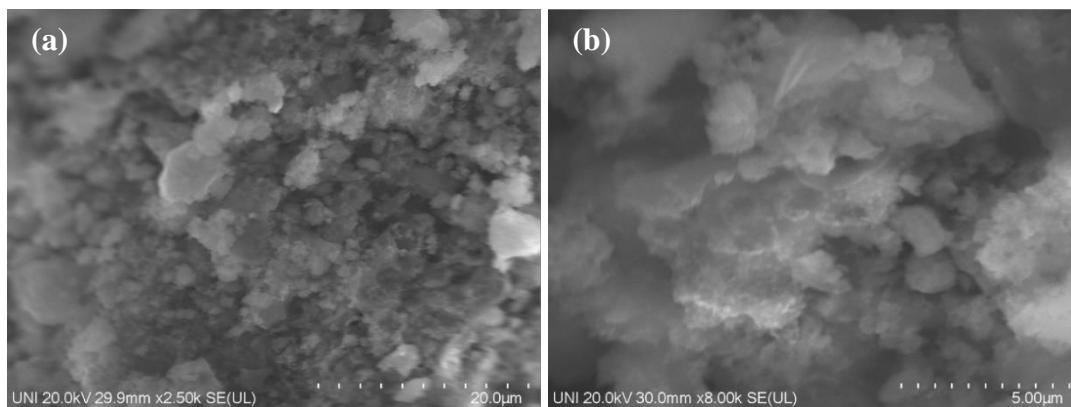


Figura 15. SEM catalizador de biocarbón SBC (a)  $20\mu$  y (b)  $5\mu\text{m}$ .

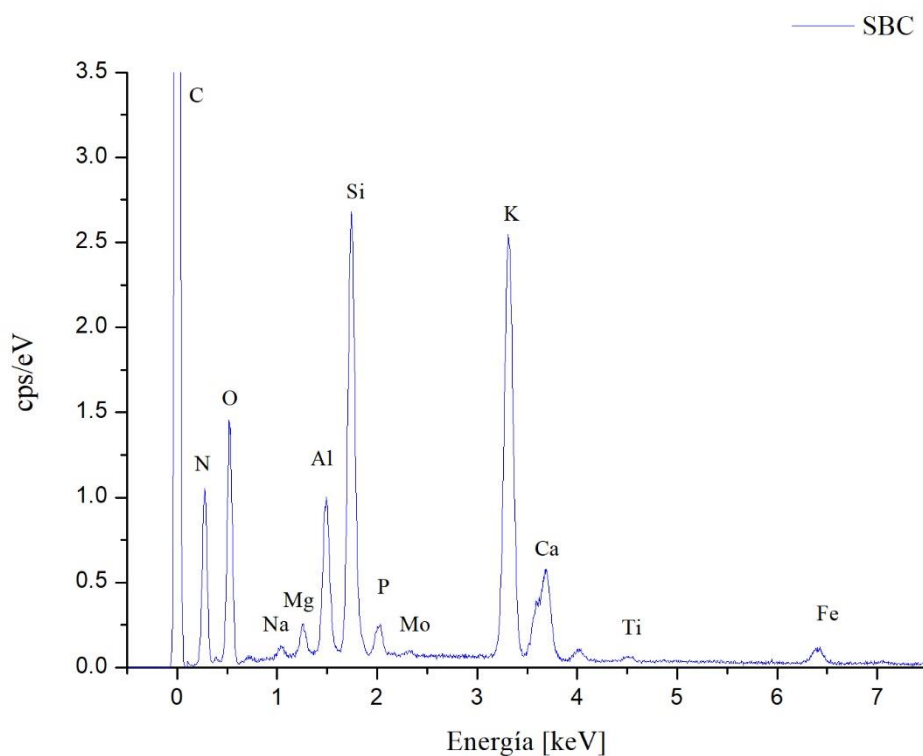


Figura 16. Composición elemental del catalizador de biocarbón SBC

El análisis de composición elemental determino que este se constituye principalmente de C, O, Si, K, Al, Ca y Fe (Tabla 8). Todos los componentes elementales de SBC también estaban presentes en la muestra de Lodo de PTAR. Por otro lado, cabe destacar que los elementos fotoactivadores Ti y Fe fueron detectados en mayor porcentaje en SBC con respecto al lodo de PTAR. Este comportamiento es consistente con estudios previos (Cho et al., 2019; J Wang et al., 2020).

Tabla 8

*Composición elemental del biocarbón de lodo*

Elemento	SBC	
	% Masa	% Atómico
Carbono	29.35	45
Oxigeno	28.1	32.34
Sodio	0.41	0.33
Magnesio	0.79	0.6
Aluminio	4.32	2.95
Silicio	10.16	6.66
Fosforo	0.39	0.23
Potasio	18.22	8.58
Calcio	5.02	2.31
Titanio	0.26	0.1
Hierro	2.38	0.79
Molibdeno	0.59	0.11

#### 4.2.1.3 Biocarbón Co@SBC

En cuanto a la morfología de Co@SBC, esta se muestra en la Figura 17(a) y (b), se observa que las partículas tienen una forma regular redondeada de un tamaño aproximado de 2.2 micras, además de un comportamiento de apilamiento en la superficie. El espectro SEM-EDS de la muestra del biocarbón Co@SBC se muestra en la Figura 18.

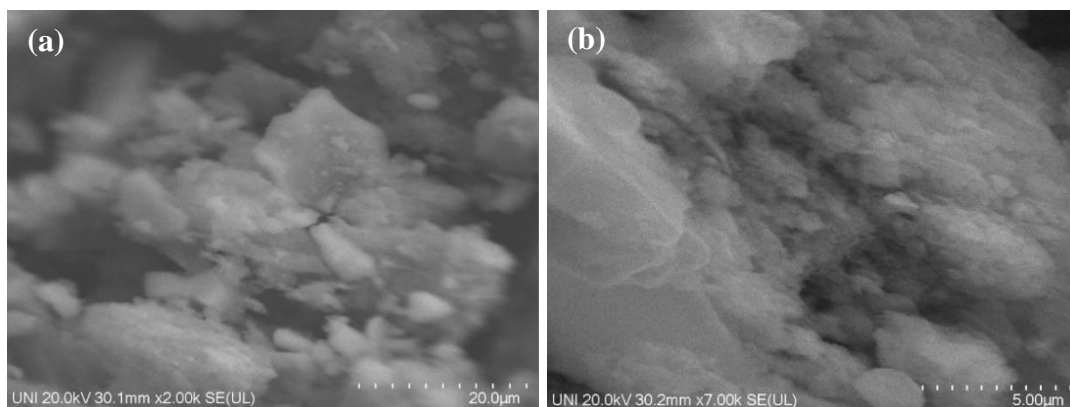


Figura 17. SEM catalizador de biocarbon Co@SBC (a) 20µ y (b) 5µm.

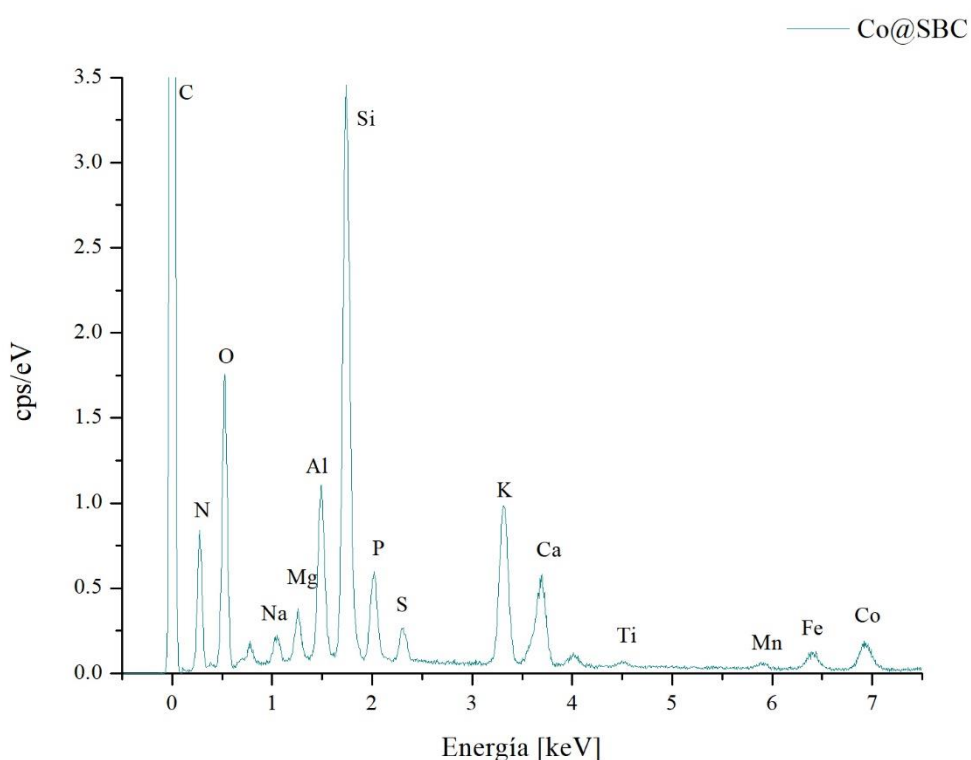


Figura 18. Composición elemental del catalizador de biocarbon Co@SBC

El análisis de composición elemental determino que este se constituye principalmente de C, O, Si, Al, K, Ca, Co y Fe (Tabla 9). Los componentes elementales antes mencionados a excepción del Co en el biocarbón Co@SBC se encontraban presentes en la muestra de Lodo de PTAR y en el biocarbón SBC. Los elementos fotoactivadores Ti y Fe fueron también detectados. Por otro lado, un nuevo elemento estuvo incluido, el S fue detectado en el biocarbón Co@SBC.



Tabla 9.

*Composición elemental del biocarbon de lodo impregnado con cobalto*

Elemento	Co@SBC	
	% Masa	% Atómico
Carbono	29.53	45.22
Oxígeno	26.11	30.01
Sodio	1.37	1.09
Magnesio	1.64	1.24
Aluminio	5.11	3.48
Silicio	13.73	8.99
Fosforo	2.91	1.73
Azufre	1.11	0.63
Potasio	6.84	3.22
Calcio	4.63	2.12
Titanio	0.35	0.13
Manganeso	0.64	0.21
Hierro	2.09	0.69
Cobalto	3.96	1.24

#### 4.2.1.4 Biocarbón Co-Zn-Fe@SBC

La morfología de Co-Zn-Fe@SBC según las imágenes SEM (Figura 19(a) y (b)), las partículas tienen una forma irregular subredondeada de un tamaño aproximado de 3 micras. También se observa en algunas zonas crecimiento de cristales en forma acicular, lo que hace suponer que existe un dopamiento del biocarbón con los metales propuestos. El espectro SEM-EDS de la muestra del Co-Zn-Fe@SBC se muestra en la Figura 20. El análisis de composición elemental determinó que este se constituye principalmente de C, O, Fe, Co y Zinc (Tabla 10). Estos resultados brindan una fuerte evidencia de la impregnación de los elementos Fe, Co y Zn en el biocarbón de lodo de PTAR. Así mismo, el mapeo EDS mostró que los elementos dopantes se distribuyeron uniformemente en el biocarbón Co-Zn-Fe@SBC (Figura 21). Un producto similar fue obtenido por Zhai et al. (2020), quienes doparon Co, Fe y Ag en un biocarbón de polen de pino pirolizado a 500°C.

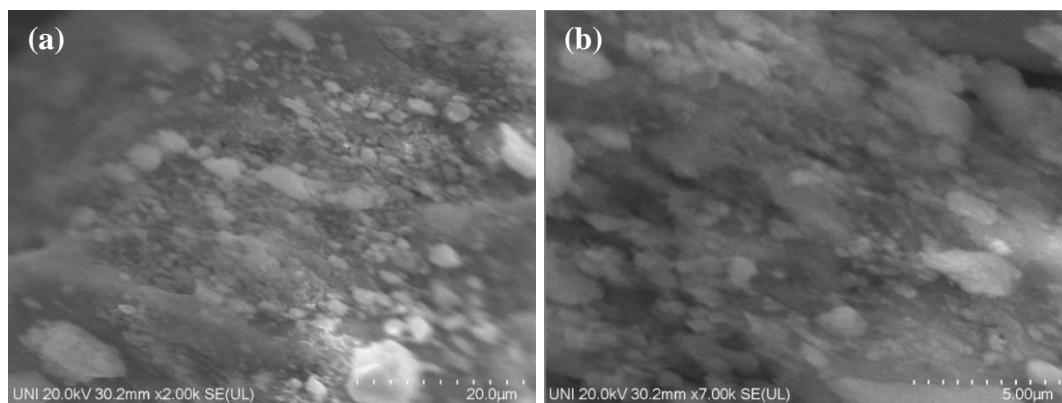


Figura 19. SEM catalizador de biocarbon Co-Zn-Fe@SBC (a) 20µ y (b) 5µm.

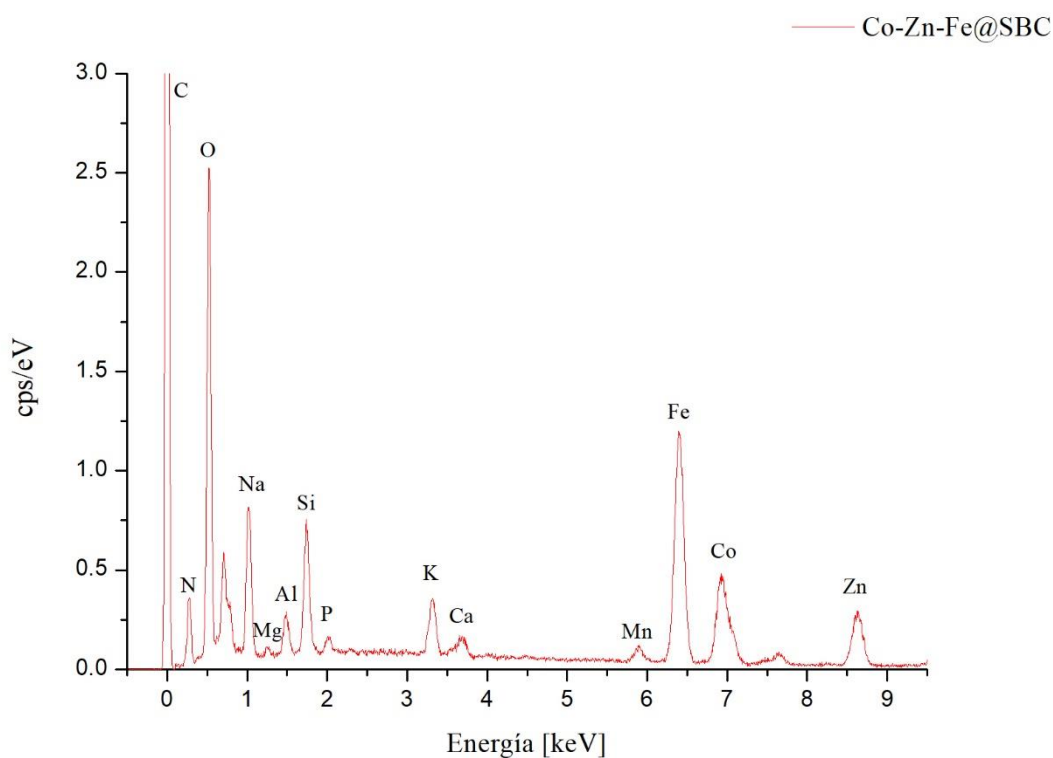


Figura 20. Composición elemental del catalizador de biocarbón Co-Zn-Fe@SBC

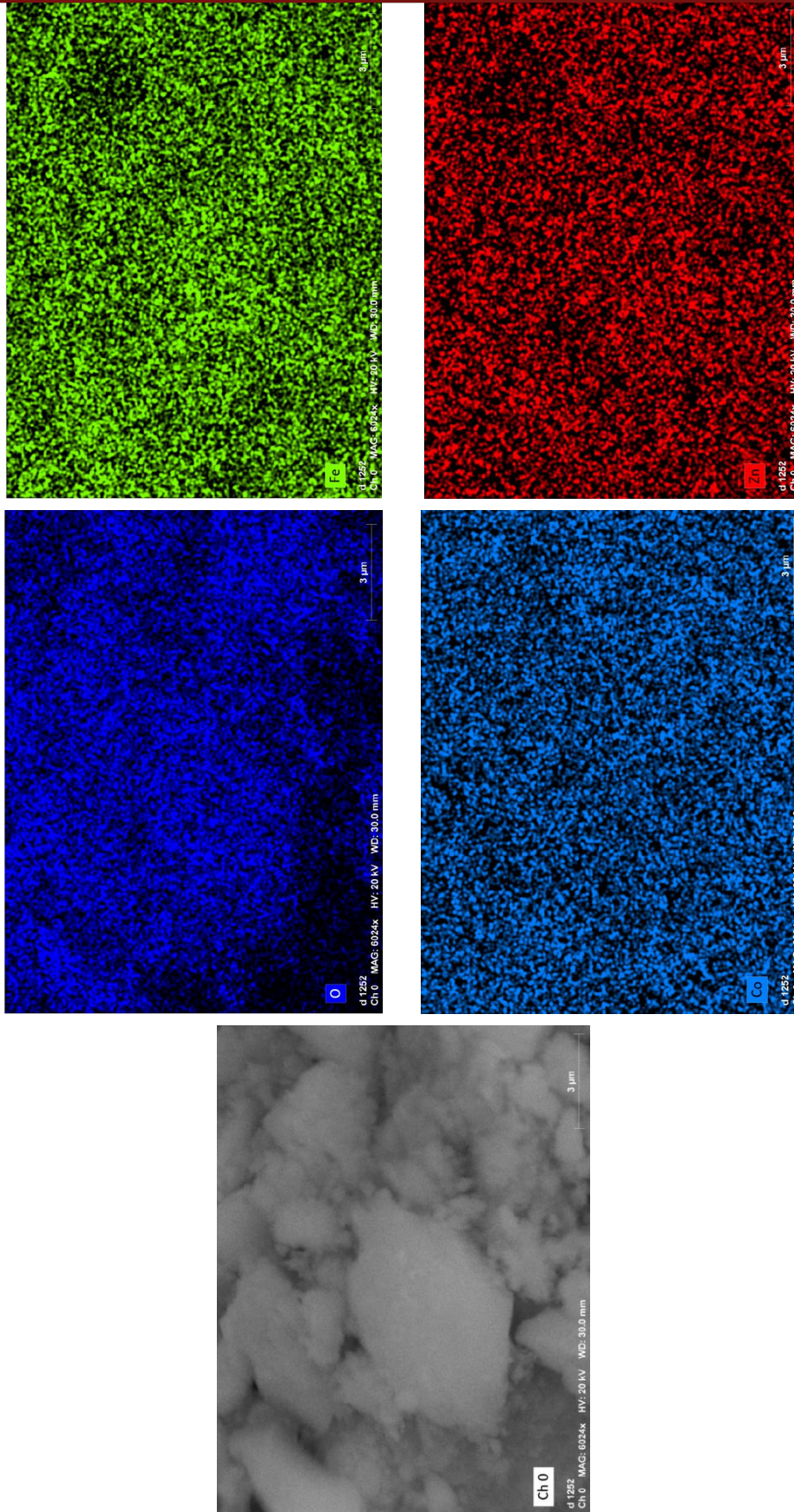


Figura 21. Mapeo EDS de distribución del O, Fe, Co y Zn en el catalizador de biocarbón Co-Zn-Fe@SBC.

Tabla 10

*Composición elemental del biocarbón magnético*

Elemento	Co-Zn-Fe@SBC	
	% Masa	% Atómico
Carbono	24.09	41.52
Oxigeno	29.88	38.67
Sodio	2.75	2.48
Magnesio	0.46	0.40
Aluminio	1.24	0.95
Silicio	2.96	2.44
Fosforo	0.35	0.23
Potasio	0.96	0.51
Calcio	0.36	0.18
Manganeso	2.68	1.01
Hierro	17.71	6.56
Cobalto	7.75	2.72
Zinc	9.32	2.95

**4.2.2 Fases cristalinas mediante difracción de rayos X (DRX)**

Los patrones de difracción de rayos X del lodo de PTAR y de los biocarbones SBC, Co@SBC y Co-Zn-Fe@SBC se muestran en la Figura 22. Las fases cristalinas en la muestra de lodo fueron examinadas a través del análisis de Rietveld (con el software HighScore de Malvern Panalytical), los resultados se muestran en la Tabla 11. El difracto-grama de la muestra de lodo mostro un pico ancho alrededor de  $21.6^\circ$ , indicando que la especie de carbono principal es el carbono amorfo (Y. Li et al., 2020). El Aluminosilicato de potasio sodio y calcio, el fosfato de amonio y magnesio hidratado y el óxido de silicio son las fases cristalinas que componen en mayor medida la muestra de biosólido de lodo de PTAR. Estos minerales también fueron encontrados en lodos de dos PTAR rurales en el este de Texas por Onchoke et al. (2018).



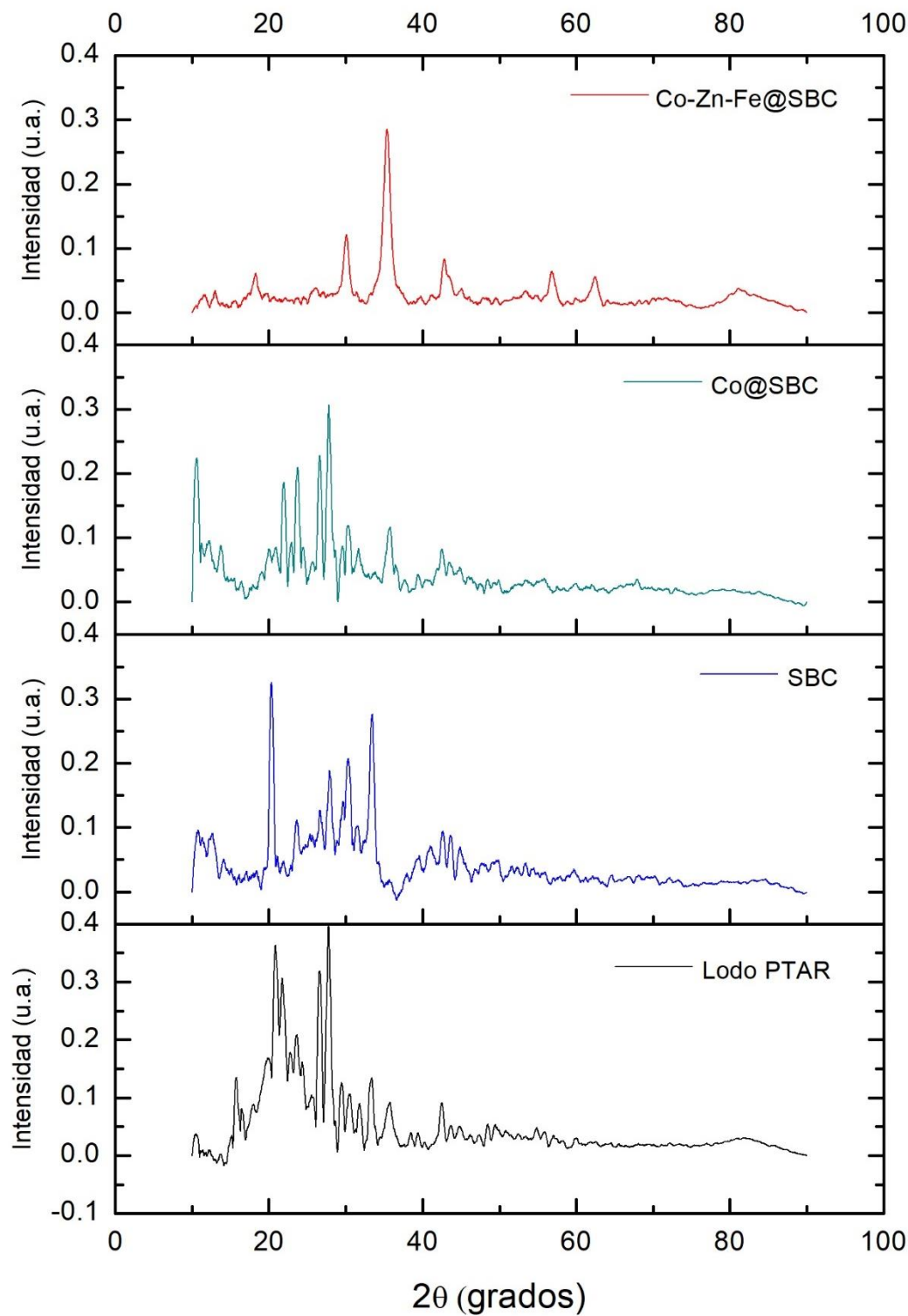


Figura 22. Análisis de DRX en los compuestos lodo, SBC, Co@SBC y Co-Zn-Fe@SBC

Tabla 11

*Fases cristalinas en la muestra de lodo de PTAR*

Código de referencia	Fase cristalina	% de fase cristalina en la muestra de lodo
04-024-5400	Aluminosilicato de potasio sodio y calcio ( $K_{0.11}Na_{0.81}Ca_{0.04}AlSi_3O_8$ )	46.24
01-075-8320	Oxido de silicio ( $SiO_2$ )	10.68
04-012-8072	Carbonato de calcio ( $CaCO_3$ )	6.64
00-015-0762	Fosfato de amonio y magnesio hidratado ( $NH_4MgPO_4 \cdot 6H_2O$ )	36.22
01-076-6038	Silicato de aluminio y magnesio ( $Mg_2(Al_4Si_5O_{18})$ )	0.23

Por otro lado, en el difracto-grama del catalizador SBC el pico característico del carbono amorfo continuaba presente (Figura 22). Las fases cristalinas en el biocarbón de lodo (SBC) a través del análisis de Rietveld se muestran en la Tabla 12. Según los resultados el aluminosilicato de calcio es la fase cristalina con mayor concentración presente en SBC, seguido de la presencia del  $TiO_2$ , esto debido a que, se encontró titanio en el análisis elemental EDS de la muestra de lodo. Entonces, se considera que luego del tratamiento de pirólisis a  $500^\circ C$  el titanio elemental paso a fase cristalina como  $TiO_2$ . Las señales o picos correspondientes al  $TiO_2$  en un biocarbón producido a partir de un lodo de una PTAR también fue reportado por J Wang et al. (2020).

Tabla 12

*Fases cristalinas en el biocarbón de lodo de PTAR*

Código de referencia	Fase cristalina	% de fase cristalina en SBC
00-049-1433	Oxido de Titanio ( $TiO_2$ )	19.69
00-041-1486	Aluminosilicato de calcio ( $CaAl_2Si_2O_8$ )	62.21
04-008-9817	Fosfato de sodio ( $Na_3(PO_4)$ )	11.74
01-077-8621	Silicon Oxide	4.34
01-084-3943	Sulfuro de hierro ( $FeS$ )	2.03

El difracto-grama del biocarbón dopado de cobalto Co@SBC aun muestra el comportamiento amorfo de la muestra a pesar de la disminución del pico alrededor de 21°. Las fases cristalinas en Co@SBC a través del análisis de Rietveld se muestran en la Tabla 13. Según los resultados el aluminosilicato de sodio y calcio es la fase cristalina con mayor concentración presente en Co@SBC, lamentablemente el resultado no mostro una fase cristalina que otorgue la peculiaridad magnética al biocarbón como el Óxido de cobalto (CoO) o el óxido de cobalto (II, III) (Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub>). Este resultado difiere del obtenido por Zhai et al. (2020) a pesar de que se siguió la misma metodología.

Tabla 13

*Fases cristalinas en el biocarbón de lodo dopado con Cobalto*

Código de referencia	Fase cristalina	% de fase cristalina en Co@SBC
00-020-0528	Aluminosilicato de Sodio y Calcio (Ca,Na)(Al, Si) <sub>2</sub> Si <sub>2</sub> O <sub>8</sub> )	76.06
01-086-2237	Oxido de Silicio (SiO <sub>2</sub> )	15.28
04-008-2065	Sulfato de hierro y amonio (NH <sub>4</sub> )Fe(SO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> )	8.66

La fase cristalina en Co-Zn-Fe@SBC a través del análisis de Rietveld se muestra en la Tabla 14. El 100% de la fase cristalina estuvo conformado por el Óxido de Cobalto, Hierro y Zinc. Así mismo, el pico de carbono amorfo alrededor de 21° casi no se aprecia. Sin embargo, no se pueden encontrar los picos de estructura grafitada a 26.4°, 42.2° y 44.4°, probablemente debido a las débiles intensidades que podrían estar enmascaradas por los fuertes picos de Oxido de Cobalto, Hierro y Zinc. El resultado indicaría que las partículas de Co, Zn y Fe se doparon exitosamente en el biocarbón Co-Zn-Fe@SBC.

Tabla 14

*Fases cristalinas en el biocarbón de lodo dopado con Co, Zn y Fe*

Código de referencia	Fase cristalina	% de fase cristalina en Co-Zn-Fe@SBC
04-023-7133	Oxido de Cobalto, Hierro y Zinc (Zn <sub>0.25</sub> Fe <sub>2</sub> Co <sub>0.75</sub> O <sub>4</sub> )	100%

### 4.2.3 Estructura del carbono mediante Espectroscopia RAMAN

Para obtener información sobre la estructura del carbono del biocarbón magnetizado, se realizó el análisis de espectroscopia Raman. La Figura 22 muestra el espectro Raman del catalizador de biocarbón Co-Zn-Fe@SBC, revelando los defectos y el grado de grafitización del biocarbón exhibiendo varios picos alrededor de  $1342\text{ cm}^{-1}$  (banda D) y  $1577\text{ cm}^{-1}$  (banda G), con una relación de  $D/G = 1.1496$ . La banda D indica la presencia de grafito amorfo, mientras que la banda G revela la presencia de cristalitos graffíticos. Este resultado es superior al hallado por Han y Xiao (2022) quien obtuvo una relación de  $D/G = 0.90$  para un biocarbón de cascara de pomelo dopado con Co y Fe. El valor elevado de la relación D/G sugiere que la impregnación de Co, Fe y Zn puede proporcionar sitios activos adicionales para la activación de PMS y promover la degradación de diversos contaminantes.

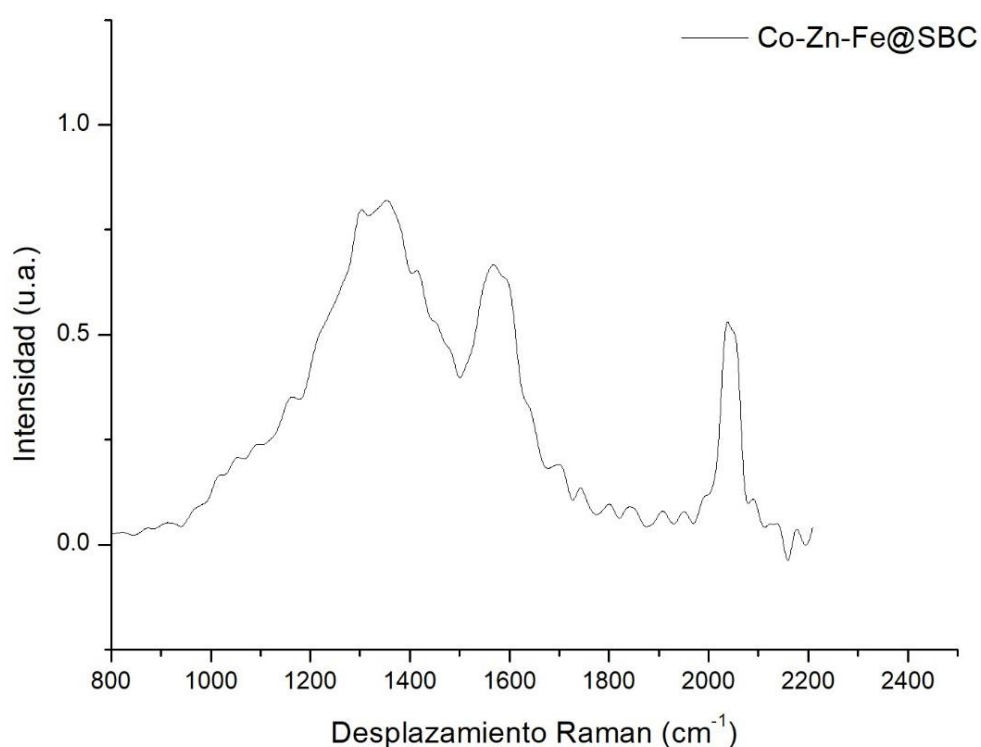


Figura 23. Espectro Raman del catalizador de biocarbón Co-Zn-Fe@SBC.



### 4.3 Eficiencia de degradación de contaminantes orgánicos en lixiviados

#### 4.3.1 Degradación en diferentes sistemas

Se compararon las eficiencias de degradación de contaminantes orgánicos en diferentes sistemas, incluyendo solo PMS, SBC/PMS, Co@SBC/PMS, Co-Zn-Fe@SBC/PMS, SBC, Co@SBC y Co-Zn-Fe@SBC, todos estos sistemas con dos fuentes de luz (visible y UV) (Tabla 15). Los experimentos se llevaron a cabo con una muestra de L3 del relleno Sanitario de Itapalluni. El pH no fue modificado iniciando con un valor de 6.46 y llegando a un valor de 2.42 después de la adición de del PMS (8 mM). La dosis de catalizador fue de 0.5 g/L.

Tabla 15

*Resultados de degradación con los sistemas propuestos*

Sistema	Fuente luz visible		Fuente luz UV	
	$[DQO]_F/[DQO]_0$	Degradación de DQO (%)	$[DQO]_F/[DQO]_0$	Degradación de DQO (%)
Solo PMS	0.9763±0.0268	2.37	0.8886±0.0034	11.14
PMS/SBC	0.8507±0.0168	14.93	0.846±0.0101	15.4
PMS/Co@SBC	0.9265±0.0101	7.35	0.9787±0.0101	2.13
PMS/Co-Zn-Fe@SBC	0.8744±0.0101	12.56	0.8602±0.0034	13.98
SBC	0.8578±0.0134	14.22	0.9597±0.0168	4.03
Co@SBC	0.8886±0.0168	11.14	0.9289±0.0134	7.11
Co-Zn-Fe@SBC	0.8531±0.0067	14.69	0.9005±0.0067	9.95

Como se observa en la Tabla 15, Cuando se realiza la degradación solo con PMS y una fuente de luz visible se alcanza un 2.37% de degradación de DQO, lo que sugiere que el PMS tiene dificultades para activarse con una fuente de luz visible. Este resultado está por debajo de lo reportado por Jiaqi Wang et al. (2021) quienes obtuvieron una tasa de eliminación de DQO de 12,17 % aplicando solo PMS al tratamiento del lixiviado de residuos sólidos, esto probablemente se deba al hecho de que el PMS es relativamente estable a temperatura normal, así mismo se debe considerar que las condiciones ambientales de la ciudad de Puno son distintas. Esto

pudo sosegar a que el PMS no pueda descomponerse para producir radicales libres y degradar los contaminantes orgánicos.

Por otro lado, la activación del PMS con una fuente de luz UV, alcanza un 11.4 % de degradación de DQO, incrementando el nivel de activación del PMS. Este resultado es similar al obtenido por Jiaqi Wang et al. (2021) aplicando solo PMS al tratamiento del lixiviado. Sin embargo, esto sugiere que es necesaria una fuente de luz UV para la activación de PMS.

Para distinguir la relación entre la eficiencia de degradación conseguida por el biocarbón y el oxidante. En primer lugar, se observó su comportamiento con una fuente de luz visible (Figura 24).

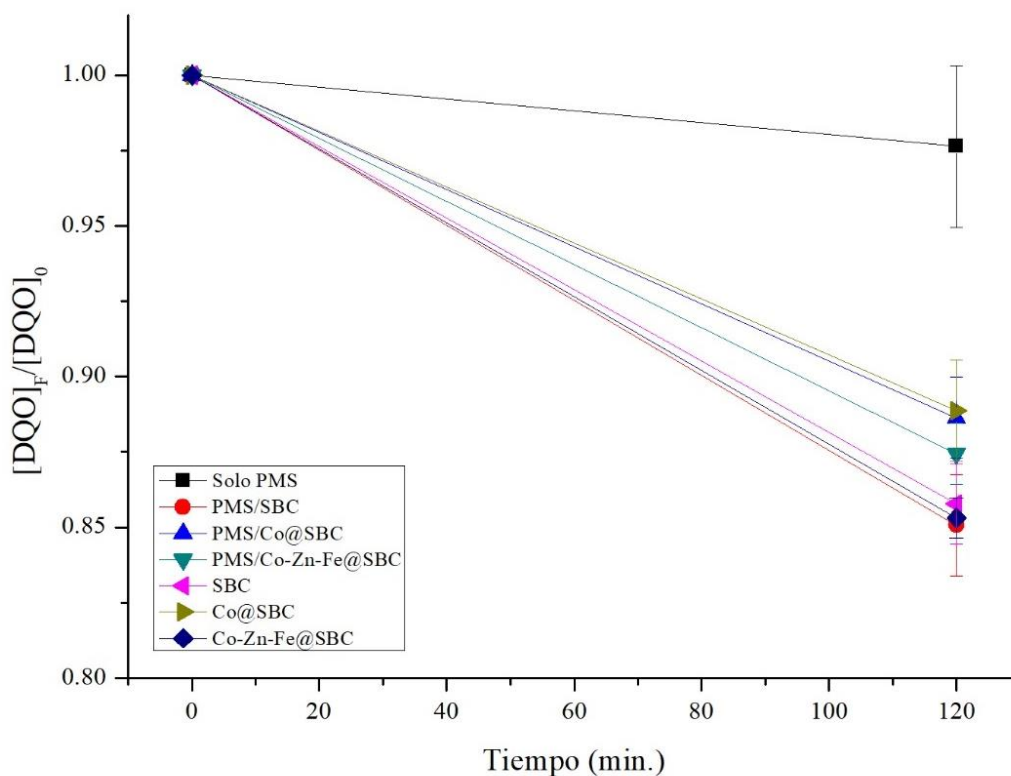


Figura 24. Degradación de DQO de los sistemas propuestos con una fuente de luz visible, pH=2.42, [PMS]=8mM, [Catalizador] = 0.5 g/L.

La eficiencia de degradación de DQO mediante SBC alcanza un 14.22% después de 2 horas de tratamiento, un valor interesante, del cual se infiere que la presencia del  $\text{TiO}_2$  en SBC fue determinante en la degradación de los contaminantes orgánicos. El porcentaje de degradación de DQO del sistema SBC/Luz UV es ligeramente superior a lo reportado por J Wang et al. (2020) quien logro degradar un 13.1% de un contaminante orgánico con un biocarbón que contenía  $\text{TiO}_2$  en su estructura. Por el contrario, es inferior al obtenido por Azadi et al. (2020) quien logro 81% de remoción de DQO en lixiviados diluidos de residuos sólidos después de 58h de tratamiento con un compuesto a base de carbono y  $\text{TiO}_2$ .

En cuanto a la eficiencia de degradación del biocarbón  $\text{Co@SBC}$  fue de 11.14%, se deduce que la eficiencia de degradación bajó, debido a que en  $\text{Co@SBC}$  no se encontraron fases cristalinas que incrementen los sitios activos necesarios para la degradación de contaminantes orgánicos. La eficiencia de degradación de DQO mediante  $\text{Co-Zn-Fe@SBC}$  fue de 14.69%, un valor ligeramente superior al obtenido por SBC, debido principalmente a la presencia de  $\text{Zn}_{0.25}\text{Fe}_2\text{Co}_{0.75}\text{O}_4$ . Comúnmente, el porcentaje de degradación de contaminantes orgánicos mediante un biocarbón magnetizado es superior, tal es el caso de R. Li et al. (2022), quienes reportaron un 23.8% de degradación de un contaminante orgánico en 2 horas de tratamiento.

Con respecto a los ensayos que implican la adición de PMS, las eficiencias de eliminación de DQO fueron de 14.93%, 7.35% y 12.56%. Estos resultados son desalentadores, dado que se puede deducir que la fuente de luz visible no logró activar el PMS y generar las especies reactivas que ayuden a degradar los contaminantes orgánicos.

En segundo lugar, también se observó la relación entre la eficiencia de degradación conseguida por el biocarbón y el oxidante con una fuente de luz UV (Figura 25).

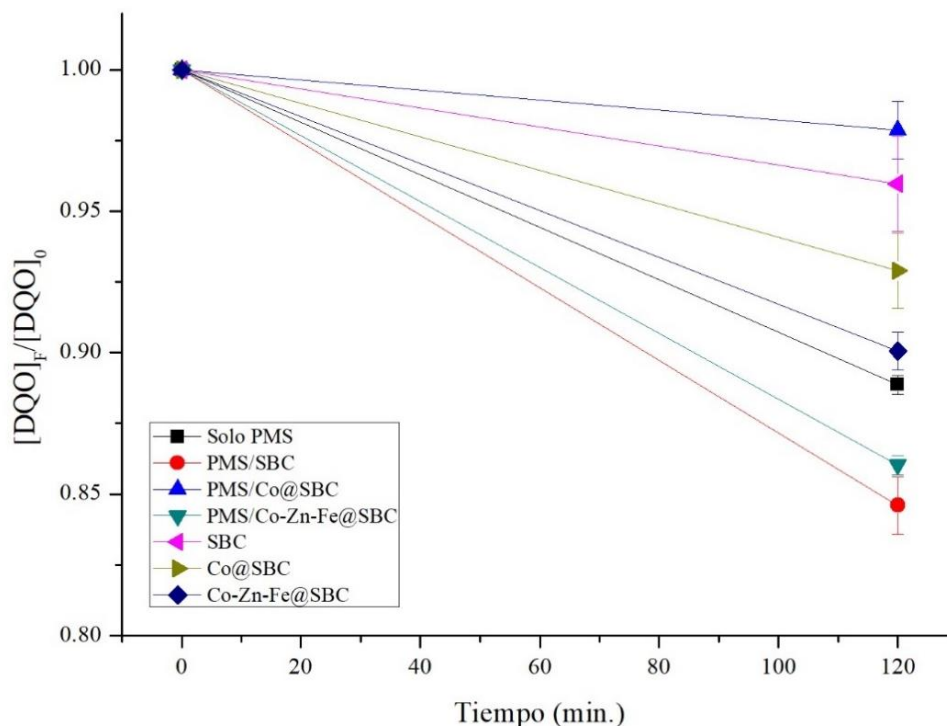


Figura 25. Degradación de DQO de los sistemas propuestos con una fuente de luz UV, pH=2.42, [PMS]=8mM, [Catalizador] = 0.5 g/L.

Los porcentajes de degradación de DQO en los lixiviados de residuos sólidos tratados con una fuente de luz UV y solo los catalizadores SBC, Co@SBC y Co-Zn-Fe@SBC fueron de 4.03%, 7.11% y 9.95% respectivamente. Estos valores son inferiores al obtenido con una fuente de luz visible, ello implica que los sitios activos de los catalizadores SBC, Co@SBC y Co-Zn-Fe@SBC no lograron activarse con una fuente de luz UV. Por otro lado, con la adición del PMS a los tratamientos que incluían SBC y Co-Zn-Fe@SBC, los porcentajes de degradación de DQO se incrementaron a 15.4% y 13.98%, respectivamente. Estos resultados sugieren que el oxidante PMS logro descomponerse con la presencia del catalizador de biocarbon y la irradiación de luz UV, generando los radicales que promueven la degradación de contaminantes orgánicos. En el caso del biocarbon Co@SBC cuando se adiciono el porcentaje de degradación de DQO cayo drásticamente a 2.13%.

### 4.3.1.1 Análisis estadístico

#### 4.3.1.1.1 Normalidad

Para determinar si los resultados obtenidos siguen una distribución normal se realiza el gráfico de probabilidad normal (Figura 26) y se considera las siguientes hipótesis:

Hipótesis nula ( $H_0$ ): los datos siguen una distribución normal.

Hipótesis alterna ( $H_1$ ): los datos no siguen una distribución normal.

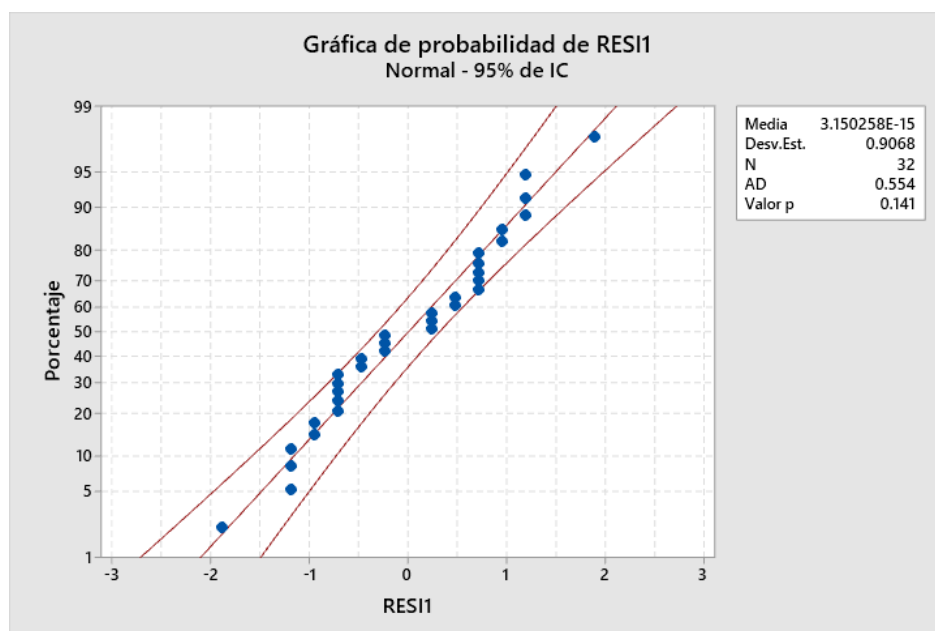


Figura 26. Grafica de distribución normal de los resultados.

Dado que se está trabajando a un 95% de confianza, el nivel de significancia es de 0.05 ( $\alpha = 0.05$ ), y según la Figura 26 se observa que el valor de  $p = 0.14 > \alpha$ . Por lo tanto, no se puede rechazar la hipótesis nula, concluyendo que, los datos siguen una distribución normal.

#### 4.3.1.1.2 Homocedasticidad

Para determinar si los resultados obtenidos siguen el supuesto de homocedasticidad se realiza la prueba de igualdad de varianzas (Figura 27) y se considera las siguientes hipótesis:

Hipótesis nula ( $H_0$ ):  $\sigma_1^2 = \dots = \sigma_{16}^2$

Hipótesis alterna ( $H_1$ ):  $\sigma_i^2 \neq \sigma_j^2$ , para al menos una  $i \neq j$

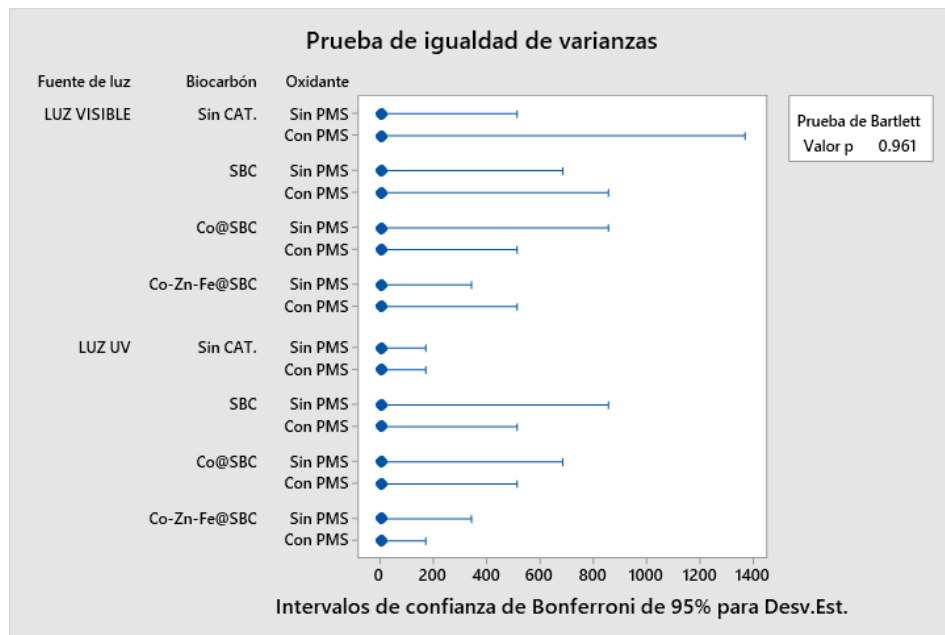


Figura 27. Prueba de igualdad de varianzas

Dado que se está trabajando a un 95% de confianza, el nivel de significancia es de 0.05 ( $\alpha = 0.05$ ), y según la Figura 27 se observa que el valor de  $p = 0.961 > \alpha$ . Por lo tanto, no se puede rechazar la hipótesis nula, concluyendo que, los resultados siguen el supuesto de homocedasticidad.

#### 4.3.1.1.3 Independencia

Para determinar si se cumple el supuesto de independencia se realizó la prueba de chi-cuadrada (Tabla 16) se considera las siguientes hipótesis:

Hipótesis nula ( $H_0$ ): Existe independencia entre la fuente de luz, el oxidante y el biocarbón.

Hipótesis alterna ( $H_1$ ): Los factores fuente de luz, oxidante y biocarbón están relacionados.

Tabla 16

*Estadísticas tabuladas: Oxidante; Biocarbón, Fuente de Luz (Supuesto de independencia)*

**Resultados de Fuente de luz = LUZ VISIBLE**

**Filas: Oxidante Columnas: Biocarbón**

	Sin Catalizador	SBC	Co@SBC	Co-Zn-Fe@SBC	Todo
	8	28	21	29	86
Sin PMS	6.57	31.22	19.17	29.03	
	0.30968	0.33268	0.17430	0.00003	
	4	29	14	24	71
Con PMS	5.43	25.78	15.83	23.97	
	0.37511	0.40297	0.21112	0.00004	
Todo	12	57	35	53	157

**Prueba de chi-cuadrada**

	Chi-cuadrada	GL	Valor p
Pearson	1.806	3	0.614
Relación de verosimilitud	1.823	3	0.610

**Resultados de Fuente de luz = LUZ UV**

**Filas: Oxidante Columnas: Biocarbón**

	Sin Catalizador	SBC	Co@SBC	Co-Zn-Fe@SBC	Todo
	11	7	14	19	51
Sin PMS	12.36	14.30	6.57	17.77	
	0.1504	3.7231	8.4090	0.0847	
	21	30	3	27	81
Con PMS	19.64	22.70	10.43	28.23	
	0.0947	2.3442	5.2946	0.0534	
Todo	32	37	17	46	132

**Prueba de chi-cuadrada**

	Chi-cuadrada	GL	Valor p
Pearson	20.154	3	0.000
Relación de verosimilitud	20.821	3	0.000

Dado que se está trabajando a un 95% de confianza, el nivel de significancia es de 0.05 ( $\alpha = 0.05$ ), y según la Tabla 15 se observa que, para el sistema de luz visible, oxidante y biocarbón el valor de  $p = 0.614 > \alpha$ . Por lo tanto, no se puede rechazar la hipótesis nula, concluyendo que, existe independencia entre la fuente de luz, el oxidante y el biocarbón. Por otro lado, en el sistema de luz UV, oxidante y biocarbón el valor de  $p=0.000 < \alpha$ . Por lo tanto, se rechaza la hipótesis nula, concluyendo que, los factores fuente de luz, oxidante y biocarbón están relacionados.

#### 4.3.1.1.4 Análisis de Varianza (ANDEVA)

##### ✓ Planteamiento de la hipótesis

Para probar la hipótesis de que la fuente de luz, el catalizador de biocarbon y el agente oxidante influyen en la degradación de contaminantes orgánicos expresados en forma de DQO, es que se realiza el análisis de varianza.

Las hipótesis son:

$$H_0: T_1 = T_2 = \dots = T_{16}, \quad \text{Todos los tratamientos son iguales}$$

$$H_1: T_1 \neq T_2 \neq \dots \neq T_{16}, \quad \text{Los tratamientos son diferentes}$$

$$\alpha = 0.05, \quad \text{nivel de significancia}$$

##### ✓ Información de los factores

La Tabla 17 muestra los factores y los niveles con los que se trabajó en el tercer objetivo.

Tabla 17

*Información de los factores y niveles*

<b>Factor</b>	<b>Niveles</b>	<b>Valores</b>
A (Fuente de Luz)	2	Luz visible; Luz UV
B (Catalizador de biocarbon)	4	Sin Catalizador.; SBC; Co@SBC; Co-Zn-Fe@SBC
C (Agente Oxidante)	2	Sin PMS; Con PMS



✓ **Análisis de varianza**

La Tabla 18 muestra el análisis de varianza para los tratamientos de degradación de DQO. Se observa que los valores de p son menores que el nivel de significancia (0.05), es decir los factores y la interacción de los factores son significativos. Por lo tanto, se acepta la hipótesis alterna ( $H_1$ ), los tratamientos son diferentes. Existe diferencia significativa entre los tratamientos. Así mismo, la fuente de luz, el catalizador de biocarbón y el agente oxidante influyen en la degradación de DQO.

Tabla 18

*Análisis de varianza para los tratamientos*

<b>Fuente</b>	<b>GL</b>	<b>SC Ajust.</b>	<b>MC Ajust.</b>	<b>Valor F</b>	<b>Valor p</b>
Modelo	15	663.388	44.226	27.76	0.000
Lineal	5	321.400	64.280	40.34	0.000
A	1	18.257	18.257	11.46	0.004
B	3	294.545	98.182	61.62	0.000
C	1	8.598	8.598	5.40	0.034
Interacciones de 2 términos	7	304.512	43.502	27.30	0.000
A*B	3	129.061	43.020	27.00	0.000
A*C	1	66.043	66.043	41.45	0.000
B*C	3	109.408	36.469	22.89	0.000
Interacciones de 3 términos	3	37.475	12.492	7.84	0.002
A*B*C	3	37.475	12.492	7.84	0.002
Error	16	25.494	1.593		
Total	31	688.881			

#### 4.3.1.1.5 Resumen del modelo

La Tabla 19 muestra el resumen del modelo para la degradación de contaminantes orgánicos mediante la foto activación del PMS con biocarbon. El R-cuadrado ajustado de 92.83%, indica que, el 92.83% de la variabilidad en la degradación de contaminantes orgánicos expresados en forma de DQO esta influenciada por la fuente de luz, el catalizador de biocarbon y el agente oxidante. Sin duda, existen otros factores que influyen en la degradación de contaminantes orgánicos mediante la foto-activación de PMS con biocarbon magnetizado.

Tabla 19

*Resumen del modelo*

S	R-cuad.	R-cuad. (ajustado)	R-cuad. (pred)
1.26228	96.30%	92.83%	85.20%

#### 4.3.1.1.6 Diagrama de Pareto

La Figura 28 muestra el diagrama de Pareto para los tratamientos realizados. La fuente de luz, el tipo de catalizador de biocarbon, el oxidante y las interacciones entre ellos influyen de manera significativa positivamente en la degradación de contaminantes orgánicos expresados en forma de DQO.

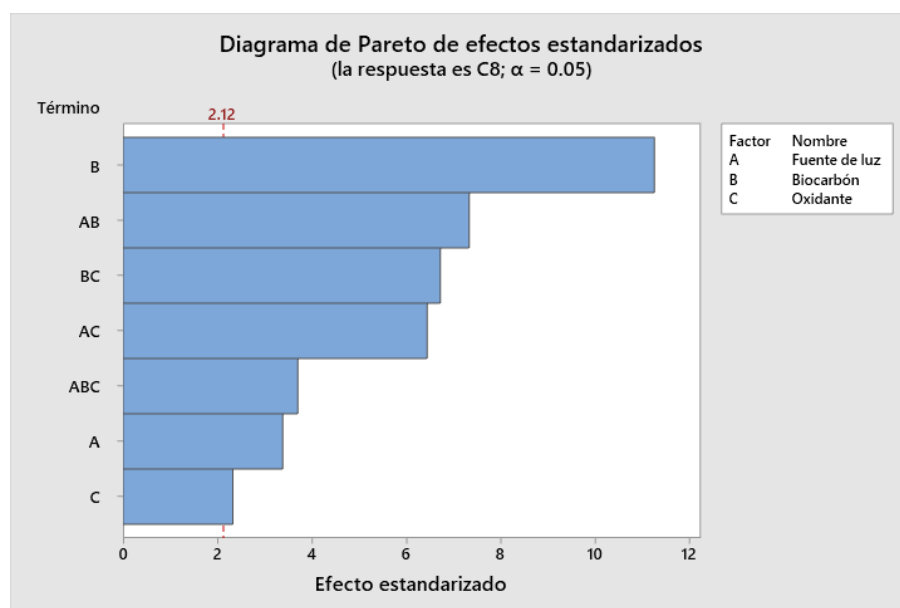


Figura 28. Diagrama de Pareto para los tratamientos.

#### 4.3.1.1.7 Efectos principales e Interacción

La Figura 29 muestra la gráfica de efectos principales. Donde se observa que, la fuente de luz visible obtiene mejores resultados de degradación de contaminantes orgánicos en lixiviados de residuos sólidos que la fuente de luz UV. Los catalizadores de biocarbón SBC y Co-Zn-Fe@SBC obtienen mejores resultados de degradación de contaminantes orgánicos en lixiviados de residuos sólidos frente a los tratamientos sin ningún catalizador y Co@SBC. La presencia del oxidante PMS es importante ya que este es el que genera las especies reactivas para la degradación de contaminantes orgánicos en los lixiviados de residuos sólidos, lo cual se ve reflejado en los resultados obtenidos con PMS.

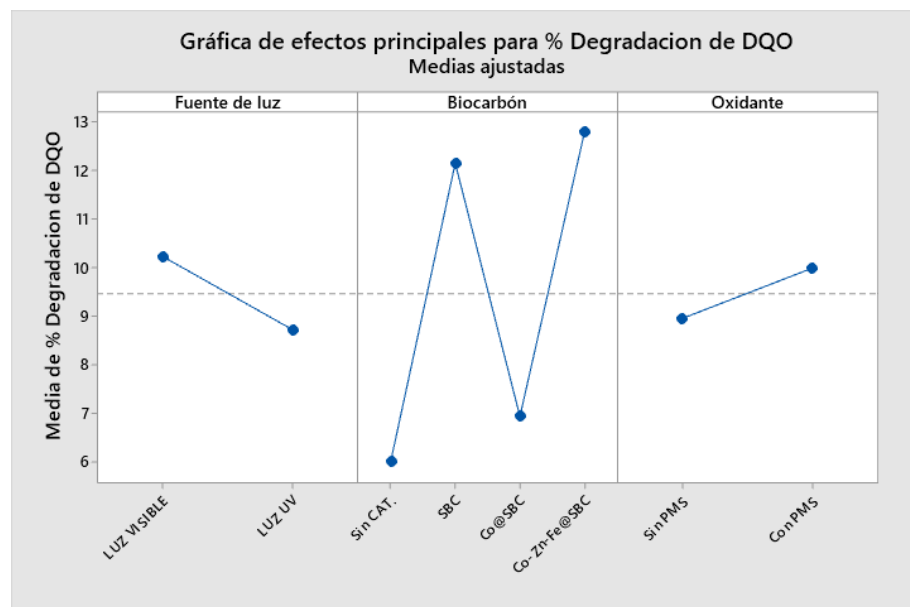


Figura 29. Gráfica de efectos principales de los factores: fuente de luz, biocarbón y oxidante.

La Figura 30, muestra la gráfica de interacción de los tratamientos. Se observa que, con una fuente de luz visible, tanto el Co-Zn-Fe@SBC y SBC pueden activar el PMS, obteniendo los mejores resultados de degradación de contaminantes orgánicos en lixiviados de residuos sólidos.

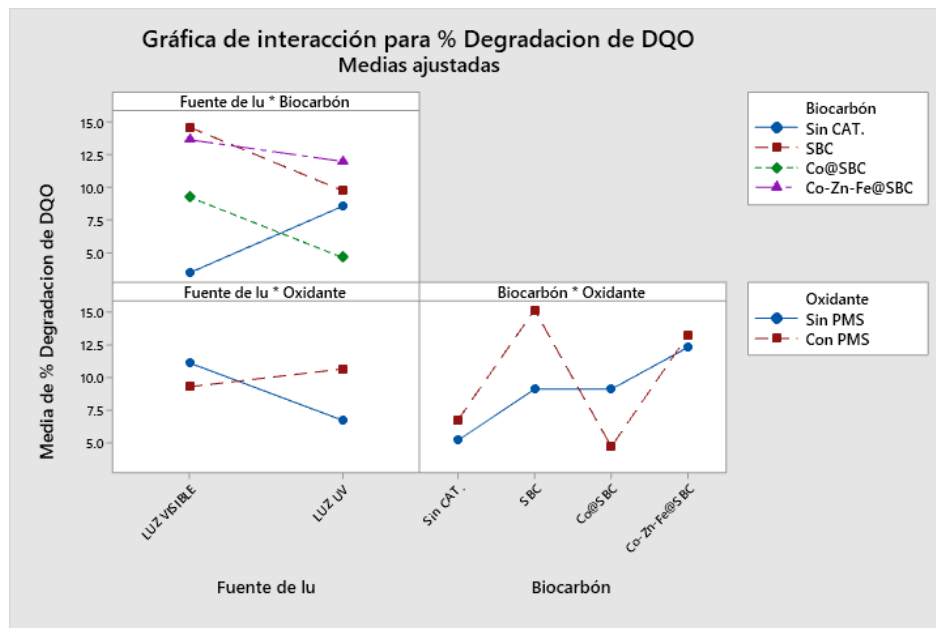


Figura 30. Gráfica de interacción entre los factores: fuente de luz, biocarbón y oxidante.

#### 4.3.2 Influencia del pH

Se estudió la influencia del pH después de la adición del PMS. El pH óptimo de degradación de DQO se determinó ensayando la foto activación del biocarbón Co-Zn-Fe@SBC, a valores de pH variables, mientras los demás parámetros como la concentración de PMS y biocarbón se mantenían constantes. El pH se ajustó en el intervalo de 1 a 9. Los resultados del efecto del pH en la degradación de DQO con la fuente de luz visible y luz UV se presentan en la Tabla 20.

En la Figura 31 se observa que, la degradación de DQO mediante la foto activación de PMS depende en gran medida del pH. La eficiencia de degradación de DQO es mayor el intervalo de pH entre 4 a 6, en ambas fuentes de luz (visible y UV). Este comportamiento se fundamentaría en estudios previos que indican una mayor estabilidad del PMS a pH menores que 6 (Ghanbari y Moradi, 2017). Por otro lado, (J. Sun et al., 2009), reportan un rango óptimo de pH desde 5 hasta 7 en el tratamiento de lixiviados con un sistema de PMS/Co<sup>+2</sup>, cabe resaltar que el estudio considera el pH inicial del lixiviado mas no después de la adición del PMS.

Tabla 20

*Influencia del pH*

pH	Fuente luz visible		Fuente luz UV	
	$[DQO]_F/[DQO]_0$	Degradación de DQO (%)	$[DQO]_F/[DQO]_0$	Degradación de DQO (%)
1	0.8626	13.74	0.9905	0.95
2	0.9194	8.06	0.8863	11.37
3	0.9147	8.53	0.8626	13.74
4	0.8341	16.59	0.8199	18.01
5	0.8294	17.06	0.8152	18.48
6	0.8246	17.54	0.8199	18.01
7	0.8673	13.27	0.8578	14.22
8	0.9289	7.11	0.8531	14.69
9	0.872	12.8	0.8246	17.54

Según los resultados, el porcentaje de degradación de DQO se redujo a valores de pH por encima de 6, sin embargo, a pH 9 se recupera la capacidad de remoción de DQO. El mayor porcentaje de degradación de DQO se obtuvo con el tratamiento LUZ UV/PMS(8mM)/Co-Zn-Fe@SBC(0.5g/L)/pH5, alcanzando un 18.48 %.

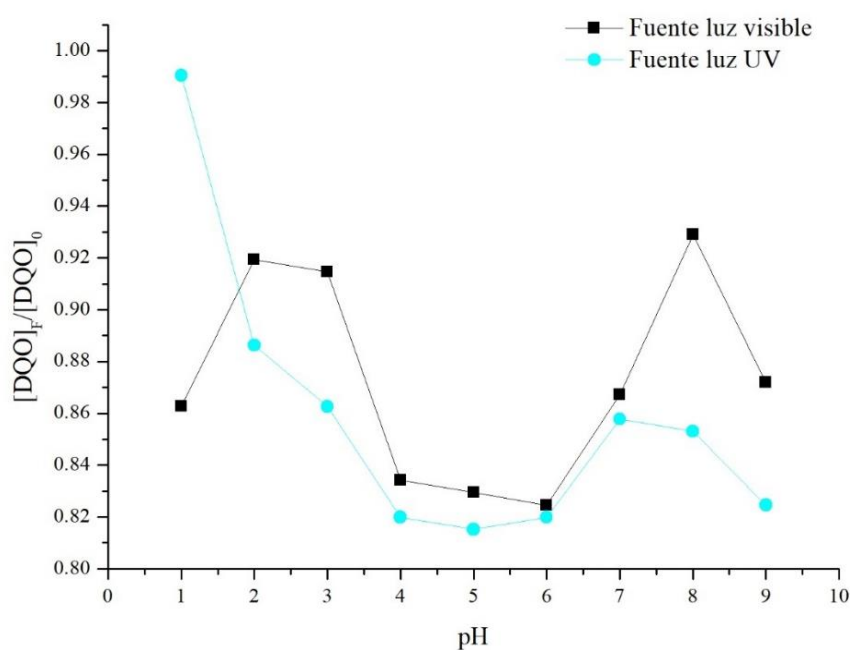


Figura 31. Influencia del pH en la degradación de DQO con Co-Zn-Fe@SBC, [PMS]=8mM, [Catalizador] = 0.5 g/L.

### 4.3.3 Influencia de la concentración del oxidante y el biocarbón magnético

El efecto de la concentración del oxidante y catalizador de biocarbón, en la degradación de contaminantes orgánicos presentes en los lixiviados de residuos sólidos, se estudió utilizando una fuente de luz UV. En este caso, el pH fue regulado a un valor de 5 después de la adición del PMS en cada tratamiento. La Tabla 21 muestra los resultados obtenidos del efecto de la concentración del PMS y biocarbón Co-Zn-Fe@SBC, donde se observa que, el mayor porcentaje de degradación se obtuvo con el sistema LuzUV/PMS(40mM)/Co-Zn-Fe@SBC(3g/L)/pH5, alcanzando un 45.34 % de degradación de contaminantes orgánicos. Este resultado es inferior al obtenido por Ghanbari et al. (2020) quienes lograron remover el 77.9% de DQO en lixiviados del relleno sanitario de Ahvaz, Iran, utilizando el siguiente sistema de tratamiento LuzUV/PMS(15mM)/NPCuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>(0.15g/L). Sin embargo, se debe considerar que, Ghanbari et al. (2020) efectuaron un proceso de electrocoagulación y electro-oxidación anterior al sistema LuzUV/PMS/CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, por lo que un proceso previo al sistema LuzUV/PMS/Co-Zn-Fe@SBC es indispensable.

Tabla 21

*Influencia de la concentración del oxidante y el biocarbón magnético*

Trata_miento	[PMS] (mM)	[Co-Zn-Fe@SBC] (g/L)	[DQO] <sub>F</sub> /[DQO] <sub>0</sub>	% degradación de DQO
1	20	1	0.6034±0.0394	39.65
2	20	3	0.5939±0.0269	40.60
3	40	1	0.5656±0.0725	43.44
4	40	3	0.5466±0.0213	45.34

Los efectos principales para determinar la influencia de la [PMS] y [BCM] se muestra en la Figura 32. Donde se observa que, a concentraciones mayores de oxidante y biocarbón magnetizado se obtiene mejores resultados de degradación de contaminantes orgánicos en lixiviados de residuos sólidos.

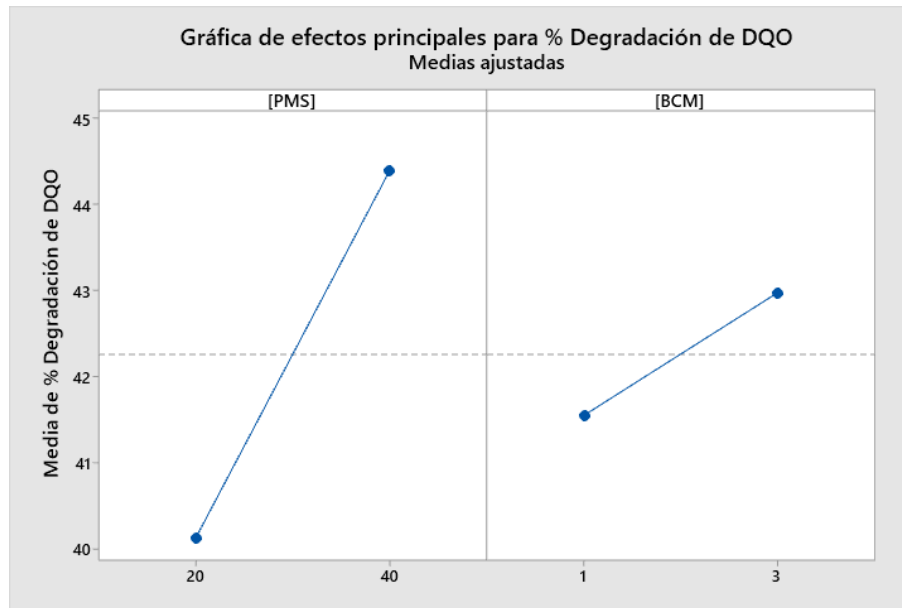


Figura 32. Gráfica de efectos principales de [PMS] y [BCM].

Sin embargo, en la gráfica de interacción entre [PMS] y [BCM] (Figura 33), se observa que, las líneas están casi paralelas, indicando que la eficiencia de degradación no se incrementará a concentraciones más altas de oxidante y biocarbón magnetizado. Esto también es corroborado por Ghanbari et al. (2020), quien comprueba que a mayores concentraciones de oxidante es posible una disminución de la eficiencia de degradación de contaminantes orgánicos.

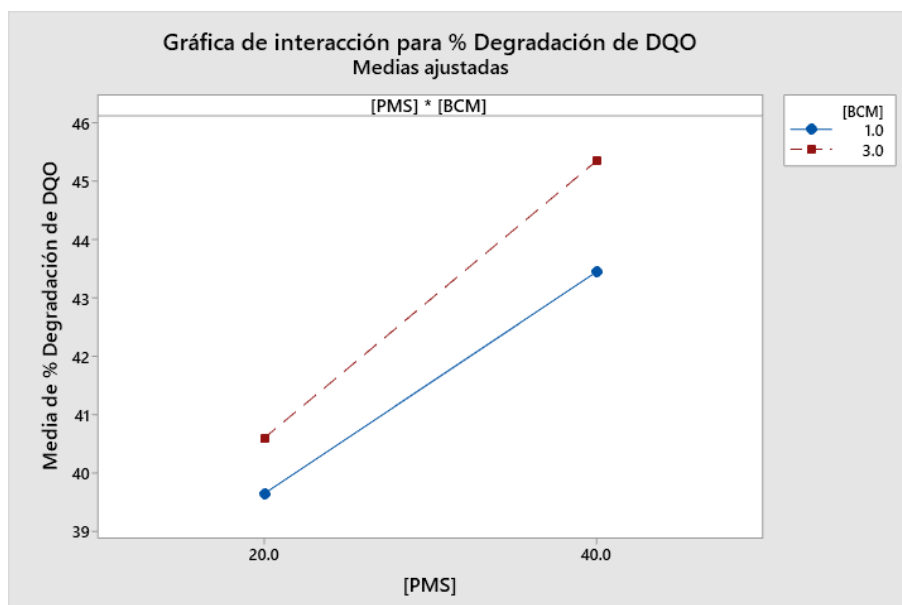


Figura 33. Gráfica de interacción entre [PMS] y [BCM].

## CONCLUSIONES

- Los resultados obtenidos en el monitoreo de parámetros fisicoquímicos en lixiviados de residuos sólidos determinaron que, el lixiviado del botadero de Cancharani presenta los mayores niveles de contaminación orgánica representados en forma de DQO. En cuanto al lixiviado generado en el relleno sanitario de Itapalluni, los resultados obtenidos concuerdan con la teoría, por lo que el comportamiento de los parámetros fisicoquímicos es predecible y constante.
- Se logró sintetizar tres matrices de biocarbon a partir de lodos de una PTAR: SBC, Co@SBC y Co-Zn-Fe@SBC, de los cuales, el Co-Zn-Fe@SBC obtuvo las características de un biocarbón magnético. La caracterización de Co-Zn-Fe@SBC estableció que sus partículas tienen una forma irregular subredondeada con algunas zonas de crecimiento de cristales en forma acircular, también se confirmó la presencia de la fase cristalina de óxido de Hierro, Cobalto y Zinc, el cual infiere al biocarbon la característica magnética, y por último se confirmó que el Co-Zn-Fe@SBC logró formar una estructura grafitada.
- La degradación de contaminantes orgánicos mediante la fotoactivación de PMS se comprobó con tres catalizadores SBC, Co@SBC y Co-Zn-Fe@SBC y dos fuentes de luz (visible y UV). Mediante el análisis de varianza se determinó que, con una fuente de luz visible, tanto el Co-Zn-Fe@SBC y SBC pueden activar el PMS, obteniendo los mejores resultados de degradación de contaminantes orgánicos en lixiviados de residuos sólidos. El intervalo de pH óptimo después de la adición del oxidante es de 4 – 6, este comportamiento se replica con ambas fuentes de luz (visible y UV). Por último, con una concentración más alta de PMS y biocarbon magnetizado se logra degradar hasta un máximo de 45.34% de DQO.





## RECOMENDACIONES

1. Para la síntesis de biocarbón magnético se recomienda eliminar los aluminosilicatos antes de la pirolisis, considerar también temperaturas mayores a 500 °C y trabajar con atmosferas inertes como el N<sub>2</sub>.
2. Durante el proceso de impregnación por síntesis hidrotermal se debe tener en cuenta la concentración de la base química (KOH, NaOH o NH<sub>4</sub>OH) y evitar accidentes.
3. En la degradación de contaminantes orgánico en muestras muy contaminadas como el lixiviado de residuos sólidos, considerar un tratamiento previo de coagulación y floculación, electrocoagulación o electro-oxidación antes del proceso de fotoactivación del PMS con el biocarbon magnetizado. Para lo cual, se recomienda realizar las pruebas experimentales correspondientes considerando tiempos y costos.

## BIBLIOGRAFÍA

- Alvarez-Vazquez, H., Jefferson, B., & Judd, S. J. (2004). Membrane bioreactors vs conventional biological treatment of landfill leachate: a brief review. *Journal of Chemical Technology & Biotechnology*, 79(10), 1043–1049.  
<https://doi.org/10.1002/jctb.1072>
- Alves de Godoy Leme, M., & Gonçalves Miguel, M. (2018). Permeability and Retention to Water and Leachate of a Compacted Soil Used as Liner. *Water, Air, & Soil Pollution*, 229(11), 374. <https://doi.org/10.1007/s11270-018-4001-0>
- APHA. (2017). *Standar methods for the examination of water and wastewater* (APHA (ed.); 23rd ed., Vol. 23). <https://doi.org/10.1017/CBO9781107415324.004>
- Asouam, S., Arabi, M., Faik, F., El Morjani, Z. E. A., Abioui, M., Diaz, L. F., & Kostyuchenko, Y. (2021). Physicochemical characterization of the leachate of the tamelast landfill site, Grand Agadir (Morocco). *Ecological Engineering and Environmental Technology*, 22(5), 65–72.  
<https://doi.org/10.12912/27197050/139338>
- Azadi, S., Karimi-Jashni, A., Javadpour, S., & Amiri, H. (2020). Photocatalytic treatment of landfill leachate: A comparison between N-, P-, and N-P-type TiO<sub>2</sub> nanoparticles. *Environmental Technology & Innovation*, 19, 100985.  
<https://doi.org/10.1016/j.eti.2020.100985>
- Badmus, K. O., Tijani, J. O., Massima, E., & Petrik, L. (2018). Treatment of persistent organic pollutants in wastewater using hydrodynamic cavitation in synergy with advanced oxidation process. *Environmental Science and Pollution Research*, 25(8), 7299–7314. <https://doi.org/10.1007/s11356-017-1171-z>
- Baird, R. B., Eaton, A. D., & Rice, E. W. (2017). *Standard Method For the examination for the Examination of Water and Wastewater*. (23rd ed.). American Public Health Association.
- Bouzayani, B., Rosales, E., Pazos, M., Elaoud, S. C., & Sanromán, M. A. (2019). Homogeneous and heterogeneous peroxydisulfate activation by transition metals for the degradation of industrial leather dye. *Journal of Cleaner Production*, 228, 222–230. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.04.217>

- Brillas, E. (2022). Progress of homogeneous and heterogeneous electro-Fenton treatments of antibiotics in synthetic and real wastewaters. A critical review on the period 2017–2021. *Science of The Total Environment*, 819, 153102. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2022.153102>
- Chen, Y., Wang, R., Duan, X., Wang, S., Ren, N., & Ho, S.-H. (2020). Production, properties, and catalytic applications of sludge derived biochar for environmental remediation. *Water Research*, 187, 116390. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2020.116390>
- Chidichimo, F., De Biase, M., & Straface, S. (2020). Groundwater pollution assessment in landfill areas: Is it only about the leachate? *Waste Management*, 102, 655–666. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2019.11.038>
- Cho, D.-W., Yoon, K., Ahn, Y., Sun, Y., Tsang, D. C. W., Hou, D., Ok, Y. S., & Song, H. (2019). Fabrication and environmental applications of multifunctional mixed metal-biochar composites (MMBC) from red mud and lignin wastes. *Journal of Hazardous Materials*, 374, 412–419. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2019.04.071>
- Chounlamany, V., Tanchuling, M. A., & Inoue, T. (2019). Water quality and pollution loading of a river segment affected by landfill leachate and domestic waste. *International Journal of Environmental Studies*, 76(3), 379–395. <https://doi.org/10.1080/00207233.2018.1507874>
- Christensen, T. H., & Kjeldsen, P. (1989). Basic biochemical processes in landfills. In *IN: Sanitary Landfilling: Process, Technology, and Environmental Impact*. (pp. 29–49).
- Christensen, T. H., Kjeldsen, P., Bjerg, P. L., Jensen, D. L., Christensen, J. B., Baun, A., Albrechtsen, H. J., & Heron, G. (2001). Biogeochemistry of landfill leachate plumes. *Applied Geochemistry*, 16(7–8), 659–718. [https://doi.org/10.1016/S0883-2927\(00\)00082-2](https://doi.org/10.1016/S0883-2927(00)00082-2)
- Chugh, S., Clarke, W., Pullammanappallil, P., & Rudolph, V. (1998). Effect of recirculated leachate volume on MSW degradation. *Waste Management & Research*, 16(6), 564–573. <https://doi.org/10.1177/0734242X9801600607>
- da Silva, A. M. E. V., da Silva, R. J. N. B., & Camões, M. F. G. F. C. (2011). Optimization of the determination of chemical oxygen demand in wastewaters.

- Analytica Chimica Acta*, 699(2), 161–169.  
<https://doi.org/10.1016/j.aca.2011.05.026>
- da Silva Souza, T., Lacerda, D., Aguiar, L. L., Martins, M. N. C., & Augusto de Oliveira David, J. (2020). Toxic potential of sewage sludge: Histopathological effects on soil and aquatic bioindicators. *Ecological Indicators*, 111, 105980.  
<https://doi.org/10.1016/j.ecolind.2019.105980>
- Dereli, R. K., Clifford, E., & Casey, E. (2021). Co-treatment of leachate in municipal wastewater treatment plants: Critical issues and emerging technologies. *Critical Reviews in Environmental Science and Technology*, 51(11), 1079–1128.  
<https://doi.org/10.1080/10643389.2020.1745014>
- Dhiman, N., Ghosh, S., Mishra, Y. K., & Tripathi, K. M. (2022). Prospects of nano-carbons as emerging catalysts for enzyme-mimetic applications. *Materials Advances*, 3(7), 3101–3122. <https://doi.org/10.1039/D2MA00034B>
- Domingues, E., Silva, M. J., Vaz, T., Gomes, J., & Martins, R. C. (2022). Sulfate radical based advanced oxidation processes for agro-industrial effluents treatment: A comparative review with Fenton's peroxidation. *Science of The Total Environment*, 832, 155029. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2022.155029>
- Duan, X., Ao, Z., Li, D., Sun, H., Zhou, L., Suvorova, A., Saunders, M., Wang, G., & Wang, S. (2016). Surface-tailored nanodiamonds as excellent metal-free catalysts for organic oxidation. *Carbon*, 103, 404–411.  
<https://doi.org/10.1016/j.carbon.2016.03.034>
- Duan, X., Indrawirawan, S., Sun, H., & Wang, S. (2015). Effects of nitrogen-, boron-, and phosphorus-doping or codoping on metal-free graphene catalysis. *Catalysis Today*, 249, 184–191. <https://doi.org/10.1016/j.cattod.2014.10.005>
- El-Fadel, M., Findikakis, A. N., & Leckie, J. O. (1997). Modeling Leachate Generation and Transport in Solid Waste Landfills. *Environmental Technology*, 18(7), 669–686. <https://doi.org/10.1080/09593331808616586>
- Fang, G., Gao, J., Liu, C., Dionysiou, D. D., Wang, Y., & Zhou, D. (2014). Key Role of Persistent Free Radicals in Hydrogen Peroxide Activation by Biochar: Implications to Organic Contaminant Degradation. *Environmental Science & Technology*, 48(3), 1902–1910. <https://doi.org/10.1021/es4048126>

- Fang, G., Liu, C., Gao, J., Dionysiou, D. D., & Zhou, D. (2015). Manipulation of Persistent Free Radicals in Biochar To Activate Persulfate for Contaminant Degradation. *Environmental Science & Technology*, 49(9), 5645–5653.  
<https://doi.org/10.1021/es5061512>
- Feng, Z., Yuan, R., Wang, F., Chen, Z., Zhou, B., & Chen, H. (2021). Preparation of magnetic biochar and its application in catalytic degradation of organic pollutants: A review. *Science of The Total Environment*, 765, 142673.  
<https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.142673>
- Flanagan, J., Griffith, W. P., & Skapski, A. C. (1984). The active principle of Caro's acid, HSO<sub>5</sub><sup>-</sup>: X-ray crystal structure of KHSO<sub>5</sub>·H<sub>2</sub>O. *Journal of the Chemical Society, Chemical Communications*, 23, 1574–1575.  
<https://doi.org/10.1039/C39840001574>
- Foo, K. Y., & Hameed, B. H. (2009). An overview of landfill leachate treatment via activated carbon adsorption process. *Journal of Hazardous Materials*, 171(1), 54–60. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2009.06.038>
- Fu, H., Zhao, P., Xu, S., Cheng, G., Li, Z., Li, Y., Li, K., & Ma, S. (2019). Fabrication of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> and graphitized porous biochar composites for activating peroxymonosulfate to degrade p-hydroxybenzoic acid: Insights on the mechanism. *Chemical Engineering Journal*, 375, 121980.  
<https://doi.org/10.1016/j.cej.2019.121980>
- Gálvez, A., Ramos, A., Rodríguez, M. L., & Zamorano, M. (2008). Characterization of the leachate produced in the closed cells of a landfill site at Alhendn (Granada, Spain). *WIT Transactions on Ecology and the Environment*, 109, 163–172.  
<https://doi.org/10.2495/WM080181>
- Gan, L., Zhong, Q., Geng, A., Wang, L., Song, C., Han, S., Cui, J., & Xu, L. (2019). Cellulose derived carbon nanofiber: A promising biochar support to enhance the catalytic performance of CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> in activating peroxymonosulfate for recycled dimethyl phthalate degradation. *Science of The Total Environment*, 694, 133705.  
<https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.133705>
- Gautam, P., Kumar, S., & Lokhandwala, S. (2019). Advanced oxidation processes for treatment of leachate from hazardous waste landfill: A critical review. *Journal of*

- Cleaner Production*, 237, 117639. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.117639>
- Ghanbari, F., & Moradi, M. (2017). Application of peroxymonosulfate and its activation methods for degradation of environmental organic pollutants: Review. *Chemical Engineering Journal*, 310, 41–62. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2016.10.064>
- Ghanbari, F., Wu, J., Khatebasreh, M., Ding, D., & Lin, K.-Y. A. (2020). Efficient treatment for landfill leachate through sequential electrocoagulation, electrooxidation and PMS/UV/CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> process. *Separation and Purification Technology*, 242, 116828. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2020.116828>
- González-Arqueros, M. L., Domínguez-Vázquez, G., Alfaro-Cuevas-Villanueva, R., Israde-Alcántara, I., & Buenrostro-Delgado, O. (2021). Hazardous Solid Waste Confined in Closed Dump of Morelia: An Urgent Environmental Liability to Attend in Developing Countries. *Sustainability*, 13(5). <https://doi.org/10.3390/su13052557>
- Guo, Y., Zeng, Z., Li, Y., Huang, Z., & Cui, Y. (2018). In-situ sulfur-doped carbon as a metal-free catalyst for persulfate activated oxidation of aqueous organics. *Catalysis Today*, 307, 12–19. <https://doi.org/10.1016/j.cattod.2017.05.080>
- Han, S., & Xiao, P. (2022). Catalytic degradation of tetracycline using peroxymonosulfate activated by cobalt and iron co-loaded pomelo peel biochar nanocomposite: Characterization, performance and reaction mechanism. *Separation and Purification Technology*, 287, 120533. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2022.120533>
- Hao, Z., Wang, C., Yan, Z., Jiang, H., & Xu, H. (2018). Magnetic particles modification of coconut shell-derived activated carbon and biochar for effective removal of phenol from water. *Chemosphere*, 211, 962–969. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2018.08.038>
- Huang, B.-C., Jiang, J., Huang, G.-X., & Yu, H.-Q. (2018). Sludge biochar-based catalysts for improved pollutant degradation by activating peroxymonosulfate. *Journal of Materials Chemistry A*, 6(19), 8978–8985. <https://doi.org/10.1039/C8TA02282H>
- Huong, P. T., Jitae, K., Al Tahtamouni, T. M., Le Minh Tri, N., Kim, H.-H., Cho, K. H., & Lee, C. (2020). Novel activation of peroxymonosulfate by biochar derived from

- rice husk toward oxidation of organic contaminants in wastewater. *Journal of Water Process Engineering*, 33, 101037.  
<https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2019.101037>
- Ishak, A. R., Hamid, F. S., Mohamad, S., & Tay, K. S. (2018). Stabilized landfill leachate treatment by coagulation-flocculation coupled with UV-based sulfate radical oxidation process. *Waste Management*, 76, 575–581.  
<https://doi.org/10.1016/j.wasman.2018.02.047>
- Janzen, E. G., Kotake, Y., & D., H. R. (1992). Stabilities of hydroxyl radical spin adducts of PBN-type spin traps. *Free Radical Biology and Medicine*, 12(2), 169–173. [https://doi.org/10.1016/0891-5849\(92\)90011-5](https://doi.org/10.1016/0891-5849(92)90011-5)
- Joshi, S. M., & Gogate, P. R. (2019). Intensification of industrial wastewater treatment using hydrodynamic cavitation combined with advanced oxidation at operating capacity of 70 L. *Ultrasonics Sonochemistry*, 52, 375–381.  
<https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2018.12.016>
- Kamaruddin, M. A., Yusoff, M. S., Rui, L. M., Isa, A. M., Zawawi, M. H., & Alrozi, R. (2017). An overview of municipal solid waste management and landfill leachate treatment: Malaysia and Asian perspectives. *Environmental Science and Pollution Research*, 24(35), 26988–27020. <https://doi.org/10.1007/s11356-017-0303-9>
- Khan, S., Sayed, M., Sohail, M., Shah, L. A., & Raja, M. A. (2019). Chapter 6 - Advanced Oxidation and Reduction Processes. In S. Ahuja (Ed.), *Advances in Water Purification Techniques* (pp. 135–164). Elsevier.  
<https://doi.org/10.1016/B978-0-12-814790-0.00006-5>
- Kjeldsen, P., Barlaz, M. A., Rooker, A. P., Baun, A., Ledin, A., & Christensen, T. H. (2002). Present and long-term composition of MSW landfill leachate: A review. *Critical Reviews in Environmental Science and Technology*, 32(4), 297–336.  
<https://doi.org/10.1080/10643380290813462>
- Kurniawan, T. A., Lo, W., & Chan, G. Y. S. (2006). Physico-chemical treatments for removal of recalcitrant contaminants from landfill leachate. *Journal of Hazardous Materials*, 129(1), 80–100. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2005.08.010>
- Kurtoğlu Akkaya, G., & Bilgili, M. S. (2020). Evaluating the performance of an electro-membrane bioreactor in treatment of young leachate. *Journal of Environmental*



- Chemical Engineering*, 8(4), 104017. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2020.104017>
- Latimer, W. M. (1952). Oxidation Potentials. Second Edition. *Soil Science*, 74(4).
- Lehman, J., & Joseph, S. (2009). *Biochar for Environmental Management* (Earthscan (ed.); First).
- Leng, L., & Huang, H. (2018). An overview of the effect of pyrolysis process parameters on biochar stability. *Bioresource Technology*, 270, 627–642. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2018.09.030>
- Li, D.-C., & Jiang, H. (2017). The thermochemical conversion of non-lignocellulosic biomass to form biochar: A review on characterizations and mechanism elucidation. *Bioresource Technology*, 246, 57–68. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2017.07.029>
- Li, F., Wan, Y., Chen, J., Hu, X., Tsang, D. C. W., Wang, H., & Gao, B. (2020). Novel ball-milled biochar-vermiculite nanocomposites effectively adsorb aqueous As(V). *Chemosphere*, 260, 127566. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2020.127566>
- Li, K., Ma, S., Xu, S., Fu, H., Li, Z., Li, Y., Liu, S., & Du, J. (2021). The mechanism changes during bisphenol A degradation in three iron functionalized biochar/peroxymonosulfate systems: The crucial roles of iron contents and graphitized carbon layers. *Journal of Hazardous Materials*, 404, 124145. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2020.124145>
- Li, R., Lu, X., Yan, B., Li, N., Chen, G., Cheng, Z., Hou, L., Wang, S., & Duan, X. (2022). Sludge-derived biochar toward sustainable Peroxymonosulfate Activation: Regulation of active sites and synergistic production of reaction oxygen species. *Chemical Engineering Journal*, 440, 135897. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2022.135897>
- Li, Y., Ma, S., Xu, S., Fu, H., Li, Z., Li, K., Sheng, K., Du, J., Lu, X., Li, X., & Liu, S. (2020). Novel magnetic biochar as an activator for peroxymonosulfate to degrade bisphenol A: Emphasizing the synergistic effect between graphitized structure and CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>. *Chemical Engineering Journal*, 387, 124094. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2020.124094>
- Li, Z., Liu, D., Huang, W., Wei, X., & Huang, W. (2020). Biochar supported CuO



- composites used as an efficient peroxy monosulfate activator for highly saline organic wastewater treatment. *Science of The Total Environment*, 721, 137764. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.137764>
- Liang, H.-W., Zhuang, X., Brüller, S., Feng, X., & Müllen, K. (2014). Hierarchically porous carbons with optimized nitrogen doping as highly active electrocatalysts for oxygen reduction. *Nature Communications*, 5, 4973. <https://doi.org/10.1038/ncomms5973>
- Liang, P., Zhang, C., Duan, X., Sun, H., Liu, S., Tade, M. O., & Wang, S. (2017). N-Doped Graphene from Metal–Organic Frameworks for Catalytic Oxidation of p-Hydroxybenzoic Acid: N-Functionality and Mechanism. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, 5(3), 2693–2701. <https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.6b03035>
- Lin, R., Li, Y., Yong, T., Cao, W., Wu, J., & Shen, Y. (2022). Synergistic effects of oxidation, coagulation and adsorption in the integrated fenton-based process for wastewater treatment: A review. *Journal of Environmental Management*, 306, 114460. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2022.114460>
- Liu, F., Zhang, H., Huang, H., & Yan, Y. (2020). Synthesis of graphene with different layers on paper-like sintered stainless steel fibers and its application as a metal-free catalyst for catalytic wet peroxide oxidation of phenol. *Journal of Hazardous Materials*, 384, 121246. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2019.121246>
- Liu, L., Liu, X., Wang, D., Lin, H., & Huang, L. (2020). Removal and reduction of Cr(VI) in simulated wastewater using magnetic biochar prepared by co-pyrolysis of nano-zero-valent iron and sewage sludge. *Journal of Cleaner Production*, 257, 120562. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.120562>
- Lozinski, D., Bolyard, S. C., Reinhart, D. R., & Motlagh, A. M. (2019). Treatment of leachate organic matter through sunlight driven processes. *Waste Management*, 94, 18–26. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2019.05.015>
- Maal-Bared, R., Li, R., & Suarez, A. (2022). Evaluating the impacts of leachate co-treatment on a full-scale municipal wastewater treatment plant in Canada. *Waste Management*, 138, 19–29. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2021.11.034>
- Manara, P., & Zabaniotou, A. (2012). Towards sewage sludge based biofuels via

- thermochemical conversion – A review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 16(5), 2566–2582. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2012.01.074>
- Manos, D., Miserli, K., & Konstantinou, I. (2020). Perovskite and Spinel Catalysts for Sulfate Radical-Based Advanced Oxidation of Organic Pollutants in Water and Wastewater Systems. In *Catalysts* (Vol. 10, Issue 11).  
<https://doi.org/10.3390/catal10111299>
- Mian, M. M., & Liu, G. (2019). Activation of peroxymonosulfate by chemically modified sludge biochar for the removal of organic pollutants: Understanding the role of active sites and mechanism. *Chemical Engineering Journal*, 123681.  
<https://doi.org/10.1016/j.cej.2019.123681>
- Miaśkiewicz-Peska, E., & Szyrak-Szydłowski, M. (2015). Air pollution in landfill of wastes other than hazardous or inert. *Archives of Environmental Protection*, 41(2), 41–46. <https://doi.org/10.1515/aep-2015-0017>
- Mukherjee, S., Mukhopadhyay, S., Hashim, M. A., & Gupta, B. Sen. (2015). Contemporary environmental issues of landfill leachate: Assessment and remedies. *Critical Reviews in Environmental Science and Technology*, 45(5), 472–590.  
<https://doi.org/10.1080/10643389.2013.876524>
- Nanda, S., & Berruti, F. (2021). Municipal solid waste management and landfilling technologies: a review. *Environmental Chemistry Letters*, 19(2), 1433–1456.  
<https://doi.org/10.1007/s10311-020-01100-y>
- Ntampou, X., Zouboulis, A. I., & Samaras, P. (2006). Appropriate combination of physico-chemical methods (coagulation/flocculation and ozonation) for the efficient treatment of landfill leachates. *Chemosphere*, 62(5), 722–730.  
<https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2005.04.067>
- OEFA. (2012). *Informe de evaluación ambiental de la gestión de los residuos sólidos municipales a los municipios provinciales a nivel nacional: municipios provinciales de Puno y de San Román en la región Puno*.  
[http://visorsig.oefa.gob.pe/datos\\_de/PM0203/PM020302/03/IF/IF\\_234-2012-OEFA-DE.pdf](http://visorsig.oefa.gob.pe/datos_de/PM0203/PM020302/03/IF/IF_234-2012-OEFA-DE.pdf)
- Olisa, E., Sapari, N., Malakahmad, A., Ezechi, E. H., Riahi, A., Salihi, I. U., & Orji, K. U. (2016). Evaluation of leachate characteristics from different leachate ponds in a

- semi-aerobic landfill. *International Journal of Engineering Research in Africa*, 22, 68–82. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/JERA.22.68>
- Olmez-hanci, T., & Arslan-alaton, I. (2013). Comparison of sulfate and hydroxyl radical based advanced oxidation of phenol. *Chemical Engineering Journal*, 224, 10–16. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2012.11.007>
- Onchoke, K. K., Franclemont, C. M., & Weatherford, P. W. (2018). Structural characterization and evaluation of municipal wastewater sludge (biosolids) from two rural wastewater treatment plants in East Texas, USA. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 204, 514–524. <https://doi.org/10.1016/j.saa.2018.06.096>
- Ortiz, I., Rivero, M. J., & Margallo, M. (2019). *Chapter 6 - Advanced oxidative and catalytic processes* (C. M. Galanakis & E. B. T.-S. W. and W. P. Agrafioti (eds.)); pp. 161–201). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-816170-8.00006-5>
- Ouyang, D., Chen, Y., Yan, J., Qian, L., Han, L., & Chen, M. (2019). Activation mechanism of peroxy monosulfate by biochar for catalytic degradation of 1,4-dioxane: Important role of biochar defect structures. *Chemical Engineering Journal*, 370, 614–624. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2019.03.235>
- Pazoki, M., & Ghasemzadeh, R. (2020). Municipal landfill leachate management. In *Environmental Science & Technology*. Springer. <https://doi.org/10.1002/ep.670170419>
- Poblete, R., Oller, I., Maldonado, M. I., & Cortes, E. (2019). Improved landfill leachate quality using ozone, UV solar radiation, hydrogen peroxide, persulfate and adsorption processes. *Journal of Environmental Management*, 232, 45–51. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2018.11.030>
- Preussler, K. H., Mahler, C. F., & Maranhão, L. T. (2015). Performance of a system of natural wetlands in leachate of a posttreatment landfill. *International Journal of Environmental Science and Technology*, 12(8), 2623–2638. <https://doi.org/10.1007/s13762-014-0674-0>
- Qu, J., Shi, J., Wang, Y., Tong, H., Zhu, Y., Xu, L., Wang, Y., Zhang, B., Tao, Y., Dai, X., Zhang, H., & Zhang, Y. (2022). Applications of functionalized magnetic biochar in environmental remediation: A review. *Journal of Hazardous Materials*,

434, 128841. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2022.128841>

- Robinson, H. (2005). the Composition of Leachates From Very Large Landfills: an International Review. *Proceedings Sardinia Margherita Di Pula, October*, 3–7.
- Robles-Martínez, F., & Gourdon, R. (1999). Effect of baling on the behaviour of domestic wastes: laboratory study on the role of pH in biodegradation. *Bioresource Technology*, 69(1), 15–22. [https://doi.org/10.1016/S0960-8524\(98\)00176-X](https://doi.org/10.1016/S0960-8524(98)00176-X)
- Rocha, R. P., Pereira, M. F. R., & Figueiredo, J. L. (2019). Metal-free carbon materials as catalysts for wet air oxidation. *Catalysis Today*.  
<https://doi.org/10.1016/j.cattod.2019.04.047>
- Saleem, M., Spagni, A., Alibardi, L., Bertucco, A., & Lavagnolo, M. C. (2018). Assessment of dynamic membrane filtration for biological treatment of old landfill leachate. *Journal of Environmental Management*, 213, 27–35.  
<https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2018.02.057>
- Sang, W., Li, Z., Huang, M., Wu, X., Li, D., Mei, L., & Cui, J. (2020). Enhanced transition metal oxide based peroxydisulfate activation by hydroxylamine for the degradation of sulfamethoxazole. *Chemical Engineering Journal*, 383, 123057.  
<https://doi.org/10.1016/j.cej.2019.123057>
- Scott, J., Beydoun, D., Amal, R., Low, G., & Cattle, J. (2005). Landfill management, leachate generation, and leach testing of solid wastes in Australia and overseas. *Critical Reviews in Environmental Science and Technology*, 35(3), 239–332.  
<https://doi.org/10.1080/10643380590917969>
- Serdarevic, A. (2018). Landfill Leachate Management---Control and Treatment. In M. Hadžikadić & S. Avdaković (Eds.), *Advanced Technologies, Systems, and Applications II* (pp. 618–632). Springer International Publishing.
- Sharma, A., Gupta, A. K., & Ganguly, R. (2018). Impact of open dumping of municipal solid waste on soil properties in mountainous region. *Journal of Rock Mechanics and Geotechnical Engineering*. <https://doi.org/10.1016/j.jrmge.2017.12.009>
- Somani, M., Datta, M., Gupta, S. K., Sreekrishnan, T. R., & Ramana, G. V. (2019). Comprehensive assessment of the leachate quality and its pollution potential from six municipal waste dumpsites of India. *Bioresource Technology Reports*,

- 6(March), 198–206. <https://doi.org/10.1016/j.biteb.2019.03.003>
- Sun, C., Chen, T., Huang, Q., Zhan, M., Li, X., & Yan, J. (2020). Activation of persulfate by CO<sub>2</sub>-activated biochar for improved phenolic pollutant degradation: Performance and mechanism. *Chemical Engineering Journal*, 380, 122519. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2019.122519>
- Sun, J., Li, X., Feng, J., & Tian, X. (2009). Oxone/Co(2+) oxidation as an advanced oxidation process: comparison with traditional Fenton oxidation for treatment of landfill leachate. *Water Research*, 43(17), 4363–4369. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2009.06.043>
- 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. *Chemosphere*, 125, 70–85. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2014.12.058>
- Tello-Espinoza, P., & Fernández-Villagomez, G. (2012). EVALUACIÓN DE LA GENERACIÓN DE LIXIVIADOS EN PACAS IMPERMEABILIZADAS DE RESIDUOS SÓLIDOS URBANOS. EXPERIMENTO A GRAN ESCALA. *Revista Internacional de Contaminacion Ambiental*, 28(suplemento 1), 83–87. <https://www.revistascca.unam.mx/rica/index.php/rica/article/view/34936>
- Teng, C., Zhou, K., Peng, C., & Chen, W. (2021). Characterization and treatment of landfill leachate: A review. *Water Research*, 203(March), 117525. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2021.117525>
- The United States Pharmacopeia. (2015). *USP 38 – NF 33, Official Monographs*.
- Tian, W., Zhang, H., Qian, Z., Ouyang, T., Sun, H., Qin, J., Tadé, M. O., & Wang, S. (2018). Bread-making synthesis of hierarchically Co@C nanoarchitecture in heteroatom doped porous carbons for oxidative degradation of emerging contaminants. *Applied Catalysis B: Environmental*, 225, 76–83. <https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2017.11.056>
- Torres-Lozada, P., Barba-Ho, L., Ojeda, C., & Martinez, J. (2014). Influencia de la edad de lixiviados sobre su composición físico-química y su potencial de toxicidad. *Revista U.D.C.A Actualidad & Divulgación Científica.*, 17(1), 245–255. [http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S0123-42262014000100027&nrm=iso](http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0123-42262014000100027&nrm=iso)

- Tripathy, B. K., Ramesh, G., Debnath, A., & Kumar, M. (2019). Mature landfill leachate treatment using sonolytic-persulfate/hydrogen peroxide oxidation: Optimization of process parameters. *Ultrasonics Sonochemistry*, 54, 210–219. <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2019.01.036>
- Vongdala, N., Tran, H. D., Xuan, T. D., Teschke, R., & Khanh, T. D. (2019). Heavy metal accumulation in water, soil, and plants of municipal solid waste landfill in Vientiane, Laos. *International Journal of Environmental Research and Public Health*, 16(1), 1–13. <https://doi.org/10.3390/ijerph16010022>
- Wacławek, S., Grübel, K., & Černík, M. (2015). Simple spectrophotometric determination of monopersulfate. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 149, 928–933. <https://doi.org/10.1016/j.saa.2015.05.029>
- Wang, J., Shen, M., Wang, H., Du, Y., Zhou, X., Liao, Z., Wang, H., & Chen, Z. (2020). Red mud modified sludge biochar for the activation of peroxymonosulfate: Singlet oxygen dominated mechanism and toxicity prediction. *Science of the Total Environment*, 740. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.140388>
- Wang, Jianlong, & Wang, S. (2018). Activation of persulfate (PS) and peroxymonosulfate (PMS) and application for the degradation of emerging contaminants. *Chemical Engineering Journal*, 334, 1502–1517. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2017.11.059>
- Wang, Jianlong, & 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, Jiaqi, He, Z., Wang, Y., & Lu, M. (2021). Electrochemical/Peroxymonosulfate/NrGO-MnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> for Advanced Treatment of Landfill Leachate Nanofiltration Concentrate. *Water*, 13(4). <https://doi.org/10.3390/w13040413>
- Wang, R.-Z., Huang, D.-L., Liu, Y.-G., Zhang, C., Lai, C., Wang, X., Zeng, G.-M., Gong, X.-M., Duan, A., Zhang, Q., & Xu, P. (2019). Recent advances in biochar-based catalysts: Properties, applications and mechanisms for pollution remediation. *Chemical Engineering Journal*, 371, 380–403.



<https://doi.org/10.1016/j.cej.2019.04.071>

- Wang, S., & Wang, J. (2019). Activation of peroxymonosulfate by sludge-derived biochar for the degradation of triclosan in water and wastewater. *Chemical Engineering Journal*, 356, 350–358. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2018.09.062>
- Wang, Shizong, & Wang, J. (2020). Kinetics of PMS activation by graphene oxide and biochar. *Chemosphere*, 239, 124812. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2019.124812>
- Wang, Shizong, Xu, L., & Wang, J. (2021). Iron-Based Dual Active Site-Mediated Peroxymonosulfate Activation for the Degradation of Emerging Organic Pollutants. *Environmental Science & Technology*, 55(22), 15412–15422. <https://doi.org/10.1021/acs.est.1c06205>
- Wang, Songlin, Wu, X., Wang, Y., Li, Q., & Tao, M. (2008). Removal of organic matter and ammonia nitrogen from landfill leachate by ultrasound. *Ultrasonics Sonochemistry*, 15(6), 933–937. <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2008.04.006>
- Wijekoon, P., Koliyabandara, P. A., Cooray, A. T., Lam, S. S., Athapattu, B. C. L., & Vithanage, M. (2022). Progress and prospects in mitigation of landfill leachate pollution: Risk, pollution potential, treatment and challenges. *Journal of Hazardous Materials*, 421(May 2021), 126627. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2021.126627>
- Wiszniewski, J., Robert, D., Surmacz-Gorska, J., Miksch, K., & Weber, J. V. (2006). Landfill leachate treatment methods: A review. *Environmental Chemistry Letters*, 4(1), 51–61. <https://doi.org/10.1007/s10311-005-0016-z>
- Wu, R., Zhai, X., Dai, K., Lian, J., Cheng, L., Wang, G., Li, J., Yang, C., Yin, Z., Li, H., & Yang, X. (2022). Synthesis of acidified magnetic sludge-biochar and its role in ammonium nitrogen removal: Perception on effect and mechanism. *Science of The Total Environment*, 832, 154780. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2022.154780>
- Xiao, S., Cheng, M., Zhong, H., Liu, Z., Liu, Y., Yang, X., & Liang, Q. (2020). Iron-mediated activation of persulfate and peroxymonosulfate in both homogeneous and heterogeneous ways: A review. *Chemical Engineering Journal*, 384, 123265. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2019.123265>

- Xin, L., Hu, J., Xiang, Y., Li, C., Fu, L., Li, Q., & Wei, X. (2021). Carbon-Based Nanocomposites as Fenton-Like Catalysts in Wastewater Treatment Applications: A Review. *Materials*, *14*(10). <https://doi.org/10.3390/ma14102643>
- Xu, L., Wu, C., Liu, P., Bai, X., Du, X., Jin, P., Yang, L., Jin, X., Shi, X., & Wang, Y. (2020). Peroxymonosulfate activation by nitrogen-doped biochar from sawdust for the efficient degradation of organic pollutants. *Chemical Engineering Journal*, *387*, 124065. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2020.124065>
- Xu, Q., Siracusa, G., Gregorio, S. Di, & Yuan, Q. (2018). COD removal from biologically stabilized landfill leachate using Advanced Oxidation Processes (AOPs). *Process Safety and Environmental Protection*, *120*, 278–285. <https://doi.org/10.1016/j.psep.2018.09.014>
- Yang, X., Ng, W., Wong, B. S. E., Baeg, G. H., Wang, C.-H., & Ok, Y. S. (2019). Characterization and ecotoxicological investigation of biochar produced via slow pyrolysis: Effect of feedstock composition and pyrolysis conditions. *Journal of Hazardous Materials*, *365*, 178–185. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2018.10.047>
- Yao, Y., Hu, Y., Hu, H., Chen, L., Yu, M., Gao, M., & Wang, S. (2019). Metal-free catalysts of graphitic carbon nitride–covalent organic frameworks for efficient pollutant destruction in water. *Journal of Colloid and Interface Science*, *554*, 376–387. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2019.07.002>
- Yi, Y., Huang, Z., Lu, B., Xian, J., Tsang, E. P., Cheng, W., Fang, J., & Fang, Z. (2020). Magnetic biochar for environmental remediation: A review. *Bioresour Technology*, *298*, 122468. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2019.122468>
- Youcai, Z. (2018). *Chapter 1 - Leachate Generation and Characteristics* (Z. B. T.-P. C. T. for L. from M. S. W. Youcai (ed.); pp. 1–30). Butterworth-Heinemann. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-815813-5.00001-2>
- Yu, J., Tang, L., Pang, Y., Zeng, G., Feng, H., Zou, J., Wang, J., Feng, C., Zhu, X., Ouyang, X., & Tan, J. (2020). Hierarchical porous biochar from shrimp shell for persulfate activation: A two-electron transfer path and key impact factors. *Applied Catalysis B: Environmental*, *260*, 118160. <https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2019.118160>
- Yu, J., Tang, L., Pang, Y., Zeng, G., Wang, J., Deng, Y., Liu, Y., Feng, H., Chen, S., &



- Ren, X. (2019). Magnetic nitrogen-doped sludge-derived biochar catalysts for persulfate activation: Internal electron transfer mechanism. *Chemical Engineering Journal*, 364, 146–159. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2019.01.163>
- Zaeni, J. R. J., Lim, J.-W., Wang, Z., Ding, D., Chua, Y.-S., Ng, S.-L., & Oh, W.-D. (2020). In situ nitrogen functionalization of biochar via one-pot synthesis for catalytic peroxydisulfate activation: Characteristics and performance studies. *Separation and Purification Technology*, 241, 116702. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2020.116702>
- Zhai, Y., Dai, Y., Guo, J., Zhou, L., Chen, M., Yang, H., & Peng, L. (2020). Novel biochar@CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/Ag<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> photocatalysts for highly efficient degradation of bisphenol a under visible-light irradiation. *Journal of Colloid and Interface Science*, 560, 111–121. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2019.08.065>
- Zhang, X., Zhang, L., & Li, A. (2018). Eucalyptus sawdust derived biochar generated by combining the hydrothermal carbonization and low concentration KOH modification for hexavalent chromium removal. *Journal of Environmental Management*, 206, 989–998. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2017.11.079>
- Zheng, H., Zhang, C., Liu, B., Liu, G., Zhao, M., Xu, G., Luo, X., Li, F., & Xing, B. (2020). *Biochar for Water and Soil Remediation: Production, Characterization, and Application BT - A New Paradigm for Environmental Chemistry and Toxicology: From Concepts to Insights* (G. Jiang & X. Li (eds.); pp. 153–196). Springer Singapore. [https://doi.org/10.1007/978-981-13-9447-8\\_11](https://doi.org/10.1007/978-981-13-9447-8_11)

## ANEXOS

### Anexo 1. Validación del análisis para la Demanda Química de Oxígeno

#### Resumen

La validación del análisis para la demanda Química de Oxígeno se desarrolló en los laboratorios de la Facultad de Ingeniería Química de la Universidad Nacional del Altiplano. Tomando como base los Métodos Normalizados para análisis de aguas potable y residuales, se evaluó el método espectrofotométrico en lixiviados de residuos sólidos. Se procedió a la validación teniendo en cuenta el intervalo de trabajo, límite de detección y cuantificación, repetibilidad, reproducibilidad y exactitud. Como resultado principal se obtiene una metodología analítica confiable para la determinación de DQO en lixiviados de residuos sólidos.

#### Introducción

ISO 6060 define la DQO como la cantidad específica de oxidante que reacciona con una muestra en condiciones controladas. Los agentes oxidantes más utilizados suelen ser, el dicromato ( $E_0 = 1.36$  V); permanganato ( $E_0 = 1.51$  V); o cerio ( $E_0 = 1.44$  V); donde  $E_0$  es el potencial de reducción estándar (electrodo de hidrógeno normal, pH = 0, 25 °C). Por otro lado, Los parámetros como el tiempo, la temperatura de digestión, la concentración del reactivo y la concentración de DQO, afectan el grado de oxidación de una muestra.

En un análisis de DQO, se generan desechos peligrosos de mercurio, cromo hexavalente, ácido sulfúrico, plata y ácidos. El reflujo cerrado en los métodos titrimétrico y espectrofotométrico reduce estos problemas de desechos; sin embargo, pueden ser menos precisos y representativos. Para obtener resultados reproducibles se requiere homogeneizar las muestras que contengan sólidos en suspensión. Las mediciones de los volúmenes de muestra, así como los volúmenes y concentraciones de reactivos, son fundamentales.

El interferente más común es el ion cloruro. El cloruro reacciona con el ion de plata para precipitar el cloruro de plata, y así inhibe la actividad catalítica de la plata. El bromuro, el yoduro y cualquier otro reactivo que inactive el ión de plata pueden interferir de manera similar. Estas interferencias son negativas porque tienden a restringir la acción oxidante del propio ion dicromato. Sin embargo, bajo los rigurosos procedimientos de digestión para los análisis de DQO, el cloruro, el bromuro o el yoduro pueden reaccionar con el dicromato para producir la forma elemental del halógeno y el ión crómico. Los resultados entonces son erróneos en el lado alto. Las dificultades causadas por la presencia del cloruro pueden superarse en gran medida, aunque no completamente, formando complejos con sulfato de mercurio ( $HgSO_4$ ) antes del procedimiento de reflujo.

### Materiales y métodos

La DQO se analizó mediante el método micro DQO por digestión sellada y espectrometría, como estándar patrón, se utilizó biftalato de potasio desecado a 40°C. Para la digestión, se utilizaron kits de DQO para un rango alto (20-800 mg/L de DQO), este kit contenía la solución digestora y catalizadora, por lo que únicamente se adicionó 2,5 mL de muestra patrón o muestra de lixiviado. Se digesto los viales de DQO por 2 horas a 150°C en un digestor VELP Scientifica DK6. Luego de la digestión, los viales fueron enfriados a temperatura ambiente. Para la lectura de absorbancias se empleó un espectrofotómetro UV-Vis UNICO 2802.

### Longitud de onda óptima:

La longitud de onda máxima para la solución resultante de la reacción del dicromato de potasio con la materia orgánica en forma de biftalato a una concentración de 400 mg/L fue de 600 nm (Fig. S.1), esta longitud de onda es recomendada en la metodología para DQO (APHA, 2017).

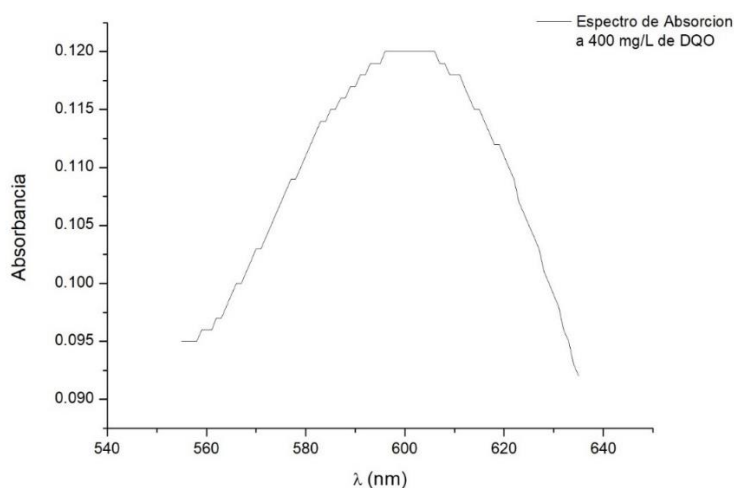


Fig. S. 1. Espectro de absorción de dicromato de potasio con materia orgánica

### Linealidad

En cuanto a la linealidad, se observó la absorbancia a 600 nm frente a diferentes concentraciones de DQO, encontrando un adecuado coeficiente de linealidad ( $r^2 = 0.9998$ ) en un rango de 50 a 1000 mg/L de DQO (Fig. S.2), esto indica que existe una correlación lineal entre la concentración y la absorbancia, con lo cual se afirma que el método cumple con los parámetros establecidos por la USP que establece como mínimo un coeficiente  $r^2$  mayor o igual a 0.98 (The United States Pharmacopeia, 2015), concluyendo de esta manera que el método espectrofotométrico para DQO es lineal. Por otro lado, para el cálculo de la DQO en las

muestras de lixiviado se obtiene la ecuación (Ec. S.1) a partir de los valores de intercepto y pendiente en la recta lineal.

$$y = 0.00029x - 0.001 \quad (\text{Ec. S.1})$$

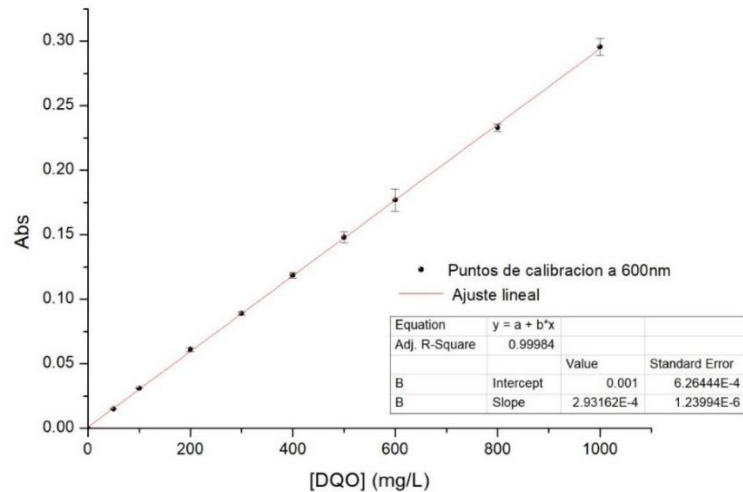


Fig.S.2. Absorbancia a 600 nm frente a diferentes concentraciones de DQO

### Precisión

La precisión del método se determinó con la muestra de lixiviado del primer monitoreo. Obteniendo un coeficiente de variación o desviación estándar relativa (RSD) de 0.84 %, estando dentro de lo establecido por la USP que indica que el RSD debe ser < 2.0%. La precisión está relacionada con la dispersión de las medidas alrededor de su valor medio o central y correspondiente al grado de concordancia entre ensayos individuales cuando el método se aplica repetidamente a múltiples alícuotas de una muestra homogénea. Los datos utilizados para el cálculo de la precisión se encuentran en la tabla S.1.

Tabla S.2. Precisión del método

Parámetros	valores	
Promedio	83 707.98	
Desviación estándar	<i>s</i>	707.34
Numero de datos	<i>N</i>	5
Máximo	84 594.87	
Mínimo	82 889.32	
Mediana	83 571.54	
RSD	$s \times \frac{100}{promedio}$	0.84 %

Así mismo, se calculó la sensibilidad del método (Tabla S.3.) (límite máximo de detección y cuantificación), los cuales se encuentran relacionados con la mínima cantidad de analito que puede producir un resultado significativo.

Para el cálculo de límite de detección se utilizó la fórmula de la Ec. S.2

$$LD = \frac{Y_{bl} + 3S_{bl}}{b} \times \frac{1}{\sqrt{n}} \quad (\text{Ec. S.2})$$

Para el cálculo de límite de cuantificación se utilizó la fórmula: de la Ec. S.3

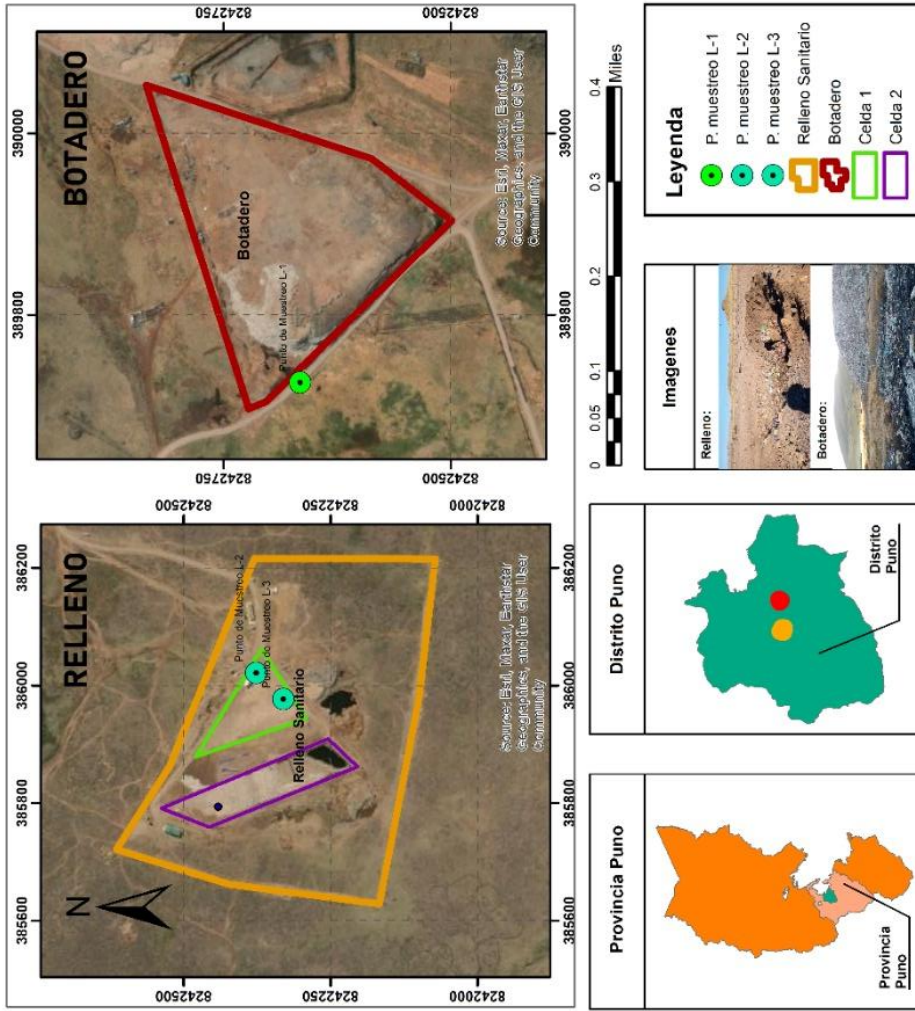
$$LQ = \frac{Y_{bl} + 10S_{bl}}{b} \times \frac{1}{\sqrt{n}} \quad (\text{Ec. S.3})$$

**Tabla S.3. Sensibilidad del método**

Parámetros		valores
Respuesta cuando x es cero	$Y_{bl}$	0.0102
Desviación estándar cuando x es cero	$S_{bl}$	0.0041
Numero de datos	$N$	5
Pendiente	$b$	0.00029
Límite de detección (mg/L)	LD	34.32
Límite de cuantificación (mg/L)	LC	78.10

Anexo 2. Plano del área de estudio

PLANO DEL ÁREA DE ESTUDIO



<b>PLANO DEL ÁREA DE ESTUDIO</b>	
<b>CONCYTEC</b>	
<b>Dibujante:</b>	AIDA JIMÉNEZ CUTIPA
<b>Zona:</b>	S - 19
<b>Sistema:</b>	WGS - 1984
<b>Escala:</b>	1:8,600
<b>Papel:</b>	A-4
<b>Departamento:</b>	Puno
<b>Provincia:</b>	Puno
<b>Distrito:</b>	Puno
P L A N O	<b>01</b>



### Anexo 3. Informe de calibración de la Profesional encargada de los equipos en el Laboratorio de Control de calidad de la Facultad de Ingeniería Química.



UNIVERSIDAD NACIONAL DEL ALTIPLANO - PUNO  
FACULTAD DE INGENIERIA QUIMICA  
ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERIA QUIMICA

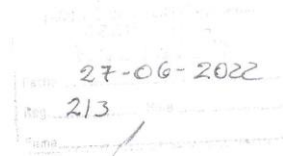
**INFORME N° 002 - 2022- UNA/FIQ/CC**

**PARA** : Ph.D. WALTHER BENIGNO APARICIO ARAGÓN  
DECANA DE LA FACULTAD DE ING. QUIMICA

**DE** : Ing. Luz Marina Teves Ponce  
DOCENTE A T.P.

**ASUNTO** : INFORME DE LA CALIBRACIÓN DE EQUIPOS  
**REFERENCIA:** SOLICITUD DE LA INTERESADA

**FECHA** : Puno, 27 de junio del 2022



Por medio del presente es grato dirigirme a Ud. Con la finalidad de INFORMAR SOBRE LA CALIBRACIÓN DE EQUIPOS UTILIZADOS POR LA TESISISTA, a lo que informo de la siguiente manera.



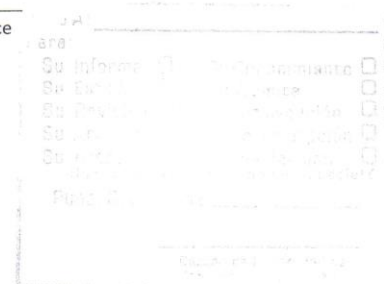
1. El pHmetro de marca Metrohm modelo 914, se realiza la calibración semanalmente para mantener su fiabilidad. Para la calibración se usan soluciones de calibración con un valor de pH conocidos, soluciones de pH( 4, 7 y 10), soluciones que se adquieren semestralmente.
2. El equipo Conductímetro de marca Hach modelo sens ion 5, se realiza su calibración cada semana para su fiabilidad, con una solución de calibración conocida de 12. 84mS.
3. El bloque térmico de marca VELP Scientifica DK 6 , cubre diferentes temperaturas, tiene temporizador que son fundamentales para manejar los tiempos de digestión de forma constante en diferentes ejecuciones, para la verificación de su correcto funcionamiento, se verifica cada semestre con un sensor de marca XMTG-9411, RELAY y un termopar de rosca tipo J, con un rango de medición de 0 a 750 °C

Adjunto:

Copia de la solicitud del interesado

Sin otro particular y agradeciendo la atención a la presente, es cuanto informo a Ud. Para los fines respectivos.

Ing. Luz Marina Teves Ponce



## Anexo 4. Certificado de Calibración Estufa Memmert UN110



# Kalibrier-Zertifikat Calibration Certificate

Zertifikat-Nr.	certificate no.	422.09476
Gegenstand	description of instrument	Universalschrank
Typ-Bezeichnung	instrument type	UN110
Hersteller	manufacturer	Memmert GmbH & Co. KG
Geräte-Nr.	instrument no.	B422.0366

Hiermit bestätigen wir, dass das oben genannte Gerät, unter Beachtung eines zertifizierten vollständigen Qualitätssicherungssystems (nach: 1) Richtlinie 93/42/EEG, Anhang II; 2) DIN EN ISO 13485; 3) DIN EN ISO 9001), kalibriert wurde.

Die für die Kalibrierung verwendeten Meßeinrichtungen werden regelmäßig kalibriert und sind rückführbar auf die nationalen Normale der Physikalisch Technischen Bundesanstalt (PTB) Deutschlands oder auf andere nationale Normale. Wo keine nationalen Normale existieren, entspricht das Meßverfahren den derzeit gültigen technischen Regeln und Normen. Die für diesen Vorgang angefertigte Dokumentation kann bei Bedarf eingesehen werden. Alle erforderlichen Meßdaten sind auf dieser Seite des Kalibrierzertifikates aufgelistet.

*We hereby confirm that the above mentioned unit was calibrated under the observation of a certified full quality assurance system (according: 1) Directive 93/42/EEC, Annex II; 2) DIN EN ISO 13485; 3) DIN EN ISO 9001).*

*The measuring installation used for calibration are regularly calibrated and are based on the national standards of the German Federal Physical and Technical Institute (PTB) or on the national standards. Should no national standards exist, the measuring procedure corresponds with the technical regulations and norms valid at the time of the measurement. The documents established for this procedure are available for reference. All the necessary measured data can be found on this page of the calibration certificate.*

Kalibriervorschrift / calibration instruction	Memmert D39263/D39264 <small>(berücksichtigt DIN ISO 9000 ff. DIN 1319, DIN 10012)</small>
Meßeinrichtungen / measuring installations <small>Traceable by national and international standards (DKD/UKAS)</small>	AKS-calibration line N°4 reference sensor PT100 N° 40
Umgebungsbedingungen / environment	23,7 °C ± 1 °C

Meßergebnisse / measuring results			Referenz-Messwert in Raummitte value of reference measuring in the middle of the interior
	Sollwert nominal value	Istwert-Anzeige actual value	
Temperatur / temperature	160,0 °C	160,1 °C	160,1 °C

Kalibrierdatum / date of calibration	Dieses Kalibrierzertifikat wurde automatisch erstellt und ist ohne Unterschrift gültig. <i>This calibration certificate was produced automatically and is valid also without signature.</i>
11.02.2022	

memmert - Kalibrierservice



## Anexo 5. Informe De Análisis de difracción de rayo X y Análisis por Microscopia electrónica de barrido

### INFORME DE ANALISIS N°004-2022

A : LIC. AIDA JIMÉNEZ CUTIPA  
DNI: 45015688

DE : ING. HENRY RENÉ HUANCA LOZA  
DNI: 40189867

ASUNTO : INFORME DEL UNICO ENTREGABLE

FECHA : LIMA, 25 ABRIL de 2022

---

Tengo el agrado de dirigirme a usted para presentar el INFORME DEL UNICO ENTREGABLE de actividades realizadas.

#### **I. ACTIVIDADES:**

En el presente informe se sustenta el único entregable del SERVICIO DE ANÁLISIS POR DIFRACCIÓN DE RAYOS X, ANALISIS POR MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO



**HENRY RENÉ HUANCA LOZA**

**DNI: 40189867**

---

Lima -Perú

## CONTENIDO

RESUMEN DE EJECUTIVO .....	3
1.1 GENERALIDADES.....	3
1.1.1 DIFRACCIÓN DE RAYOS X.....	3
1.1.2 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO.....	4
1.1.3 ESPECTROSCOPIA DE DISPERSIÓN DE ENERGÍA DE RAYOS X.....	4
1.2 OBJETIVO DEL SERVICIO .....	5
1.3 DESCRIPCIÓN DEL SERVICIO REALIZADO.....	5
1.3.1 CARACTERÍSTICAS DEL DIFRACTÓMETRO .....	5
1.3.2 MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO .....	6
1.3.3 DETECTOR EDS.....	7
1.4 Descripción de los principales resultados obtenidos .....	8
1.4.1 ANALISIS DE Bio Char Co Zn Fe .....	8
1.4.1.1 DIFRACCIÓN DE RAYOS X.....	8
1.4.1.2 ANÁLISIS QUÍMICO EDS .....	9
1.4.1.3 ANÁLISIS DE MORFOLOGÍA .....	11
1.4.2 ANALISIS DEL Bio Char Co.....	13
1.4.2.1 DIFRACCIÓN DE RAYOS X.....	13
1.4.2.2 ANÁLISIS QUÍMICO EDS .....	15
1.4.2.3 ANÁLISIS DE MORFOLOGÍA .....	17
1.4.3 ANALISIS DE Bio Char .....	19
1.4.3.1 DIFRACCIÓN DE RAYOS X.....	19
1.4.3.2 ANÁLISIS QUÍMICO EDS .....	21
1.4.3.3 ANÁLISIS DE MORFOLOGÍA .....	23
1.4.4 ANALISIS DE Iodo Ptar.....	24
1.4.4.1 DIFRACCIÓN DE RAYOS X.....	24
1.4.4.2 ANÁLISIS QUÍMICO EDS .....	26
1.4.4.3 ANÁLISIS DE MORFOLOGÍA .....	28
1.5 Conclusiones Generales del servicio.....	30

---

Lima -Perú

## RESUMEN DE EJECUTIVO

### 1.1 GENERALIDADES

#### 1.1.1 DIFRACCIÓN DE RAYOS X

Cuando el haz de rayos-X incide sobre un cristal. Es decir, sobre una agrupación de átomos periódicamente ordenados en el espacio, entre las ondas dispersadas por cada uno de ellos se producen fenómenos de interferencia. Que normalmente, en la mayor parte de las direcciones serán de tipo destructivo, cancelándose la resultante en mayor o menor proporción. Sin embargo, en determinadas direcciones, y debido precisamente a la ordenación periódica de los átomos, puede ocurrir que las ondas dispersadas estén en fase (lo que ocurre cuando su diferencia de trayectoria es cero o un múltiplo entero de longitudes de onda) y se refuercen mutuamente según el fenómeno conocido como difracción. La condición para la difracción de un haz de rayos-X en un cristal viene determinada por la Ley de Bragg, en la que se relaciona la longitud de onda  $\lambda$  del haz de rayos-X, el ángulo de incidencia  $\theta$  y la distancia  $d$  entre cada serie de planos atómicos ( $hkl$ ) de la red cristalina, según la ecuación:

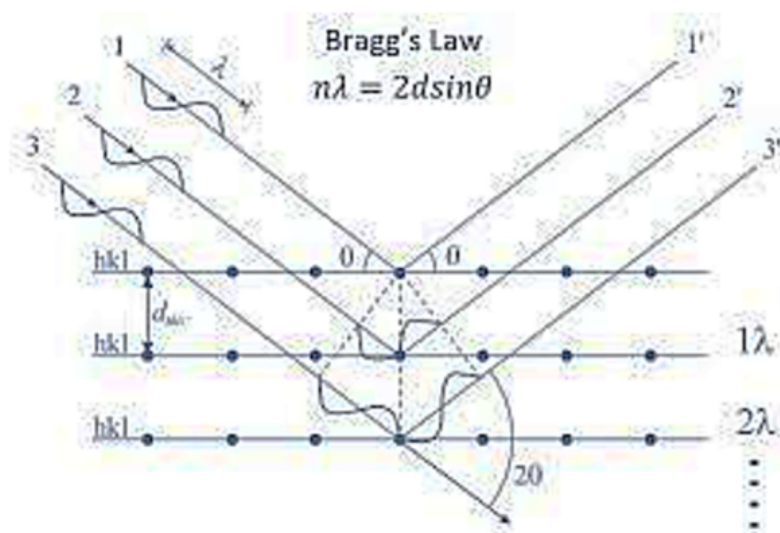


Diagrama de Difracción de rayos X

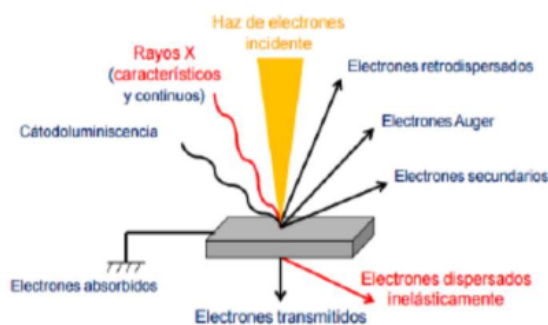
---

Lima -Perú

### 1.1.2 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

El microscopio electrónico de barrido, conocido por sus siglas inglesas SEM, utiliza electrones en lugar de la luz para formar una imagen. Para lograrlo, el SEM cuenta con un cañón de electrones que genera un haz de electrones para iluminar la muestra. luego con diferentes elementos ópticos y detectores, se obtienen electrones generados de la interacción con la superficie de la muestra, para crear una imagen que refleja las características superficiales, como, por ejemplo: con los electrones secundarios, proporcionando información de las morfología, formas y texturas. Con los electrones retro dispersados se obtiene una imagen de contraste que refleja la homogeneidad de la composición química de sus constituyentes, etc.

todos los microscopios electrónicos cuentan con un sistema que registra o muestra la imagen que producen los electrones. En la siguiente figura se muestra las diferentes respuestas que da un material al ser estimulado con un haz de electrones paralelo.



Esquema básico de las diferentes señales generadas a raíz de la interacción del haz primario con la superficie de la muestra.

### 1.1.3 ESPECTROSCOPIA DE DISPERSIÓN DE ENERGÍA DE RAYOS X

La espectroscopia de rayos X por dispersión de energía (EDS o EDX) es una técnica de microanálisis de rayos X cualitativa y cuantitativa que puede proporcionar información sobre la composición química de una muestra para elementos con número atómico mayor a 3 ( $Z > 3$ ).

---

Lima -Perú

En esta técnica, un haz de electrones se enfoca en la muestra en un SEM. Los electrones del haz primario penetran en la muestra e interactúan con los átomos de los que está hecha. De estas interacciones surgen dos tipos de rayos X:

Radiación de Bremsstrahlung, que significa "radiación de frenado", también se conocen como radiografías continuas o de fondo, y rayos X característicos ( $K\alpha$ ,  $K\beta$ ,  $L\alpha$ ,  $L\beta$ ,  $L\gamma$ , etc).

Los rayos X son detectados por un detector de Dispersión de Energía que muestra la señal como un espectro, o histograma, de intensidad (cantidad de rayos X o tasa de recuento de rayos X) versus energía de rayos X.

Las energías de los rayos X característicos permiten identificar los elementos que componen la muestra, mientras que las intensidades de los picos característicos de rayos X permiten cuantificar las concentraciones de los elementos (aunque también intervienen otros factores).

## 1.2 OBJETIVO DEL SERVICIO

Obtener información de composición, morfología y granulometría de las muestras obtenidas en el ensayo.

## 1.3 DESCRIPCIÓN DEL SERVICIO REALIZADO

### 1.3.1 CARACTERÍSTICAS DEL DIFRACTÓMETRO

El difractómetro utilizado para este trabajo fue un D8 ADVANCE de marca Bruker. Utiliza un tubo con ánodo de cobre ( $\lambda=1.54060\text{\AA}$ ). La geometría es Bragg-Brentano ( $\theta$ - $\theta$ ) es decir el tubo y el detector se mueven simultáneamente, cuenta con una cuchilla que evita el efecto de haz directo, finalmente el detector.

Un dato muy importante del equipo es el límite de detección el cual es 1% en peso, es decir si un mineral se encuentra en esta proporción en la muestra se logrará identificar si es menor de ese valor se requerirá procedimientos adicionales.

Este equipo requiere de otros periféricos en principio es indispensable un UPS para evitar que el equipo se apague bruscamente ante una falla en la red eléctrica, las condiciones ambientales de trabajo son 18-28 °C y 60% de humedad, por lo que es recomendable contar con aire acondicionado y un deshumecedor.

---

Lima -Perú





### 1.3.2 MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO

El microscopio electrónico de efecto de campo con siglas en inglés es FE-SEM, con que se realizó el servicio es de la marca HITACHI, de fabricación japonesa. El modelo es de línea Regulus8230. Este equipo cuenta con un sistema óptico de electrones optimizados, la serie Regulus presenta resoluciones de hasta 0,7 nm. emplea una fuente de emisión de electrones de campo frío (CFE) optimizada para imágenes de alta resolución a bajos voltajes de aceleración. Este cañón de electrones CFE permite ampliar imágenes de alta resolución hasta 2 millones de veces, comparación con 1 millón de veces en modelos convencionales.

---

Lima -Perú



### 1.3.3 DETECTOR EDS

El detector Bruker XFlash® es un detector de rayos X de energía dispersiva que funciona de acuerdo con el principio del detector de derivada de silicio (SDD). Tiene un sensor de gran área activa de 60 mm<sup>2</sup>. Por ello, el XFlash® 6|60 está diseñado para su uso en aplicaciones con un requerimiento de rayos X relativamente bajo, como es común en el área de nanoanálisis. Como el detector alcanza una resolución energética muy buena con 126 eV en Mn K $\alpha$  y las correspondientes resoluciones de C y F, también se puede usar cómodamente en el rango energético bajo, lo cual es un requisito para este campo de aplicación.

Entre las ventajas de este detector en contraste a los SDD ordinarios se puede mencionar: Resolución energética muy buena (126 eV en Mn K $\alpha$ , 51 eV en C K $\alpha$  y 60 eV en F K $\alpha$  disponible). Otra resolución disponible es 129 eV en Mn K $\alpha$  Tasas de impulsos extremadamente altas. Excelente rendimiento en elementos ligeros y en el rango energético bajo (rango de elementos Be - Am). Sin sistemas de refrigeración complejos que puedan producir vibraciones

---

Lima -Perú



## 1.4 DESCRIPCIÓN DE LOS PRINCIPALES RESULTADOS OBTENIDOS

### 1.4.1 ANALISIS DE BIO CHAR CO ZN FE

#### 1.4.1.1 DIFRACCIÓN DE RAYOS X

##### CONDICIONES DE LA MEDIDA

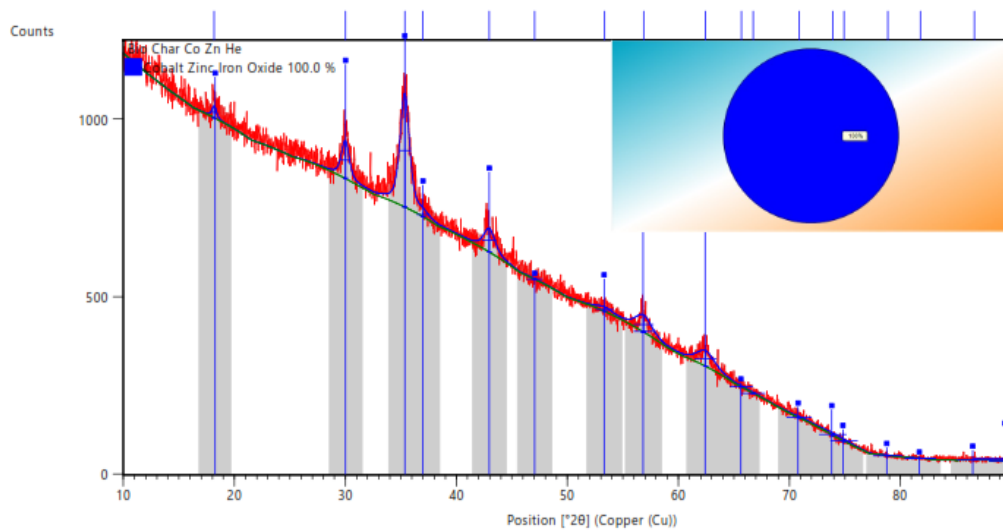
Nombre de la muestra:	Bio Char Co Zn Fe
Documento origen:	Bio Char Co Zn He.raw
Equipo:	Bruker ADVANCE D8
Posición de inicio ( $2\theta$ ):	10.0000
Posición final ( $2\theta$ ):	89.9870
Tamaño de paso (s):	0.0210
Fuente de RX	Cu
K-Alpha1 [Å]	1.54060
K-Alpha2 [Å]	1.54443
K-Beta [Å]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Potencia de la Fuente:	30 mA, 40 kV
Tipo de difracción:	Theta/Theta

---

Lima -Perú



## DIFRACTOGRAMA



## PATRÓN DE CANDIDATOS

Ref.Code	Score	Compound Name	Scale Fac.	Chem. Formula
04-023-7133	74	Cobalt Zinc Iron Oxide	0.892	Zn <sub>0.25</sub> Fe <sub>2</sub> Co <sub>0.75</sub> O <sub>4</sub>

## ANÁLISIS CUANTITATIVO

COMPOSICIÓN QUÍMICA	RESULTADOS (%)	MÉTODO UTILIZADO
Phase Cobalt Zinc Iron Oxide	100.0	RIETVELD
Total	100.0	

### 1.4.1.2 ANÁLISIS QUÍMICO EDS

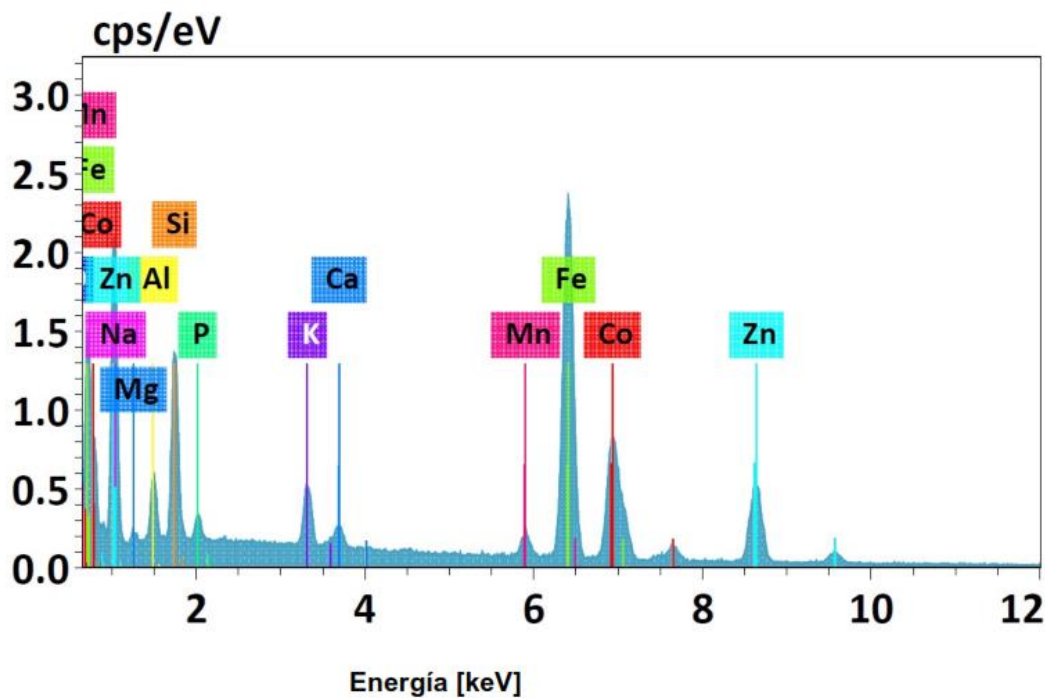
### CONDICIONES DE LA MEDIDA.

-----  
Lima -Perú

Nombre de la muestra: Bio Char Co Zn Fe  
Documento origen: Co-Zn-Fe@SBC.pdf  
Equipo: Bruker Xflash 6/60  
Voltaje: 20K V  
Distancia de trabajo: 15mm  
Magnificación: x1000  
método: determinación de composición química.

Observación:

### ESPECTRO SEM-EDS



### RESULTADO DEL ANALISIS QUÍMICO EDS

---

Lima -Perú

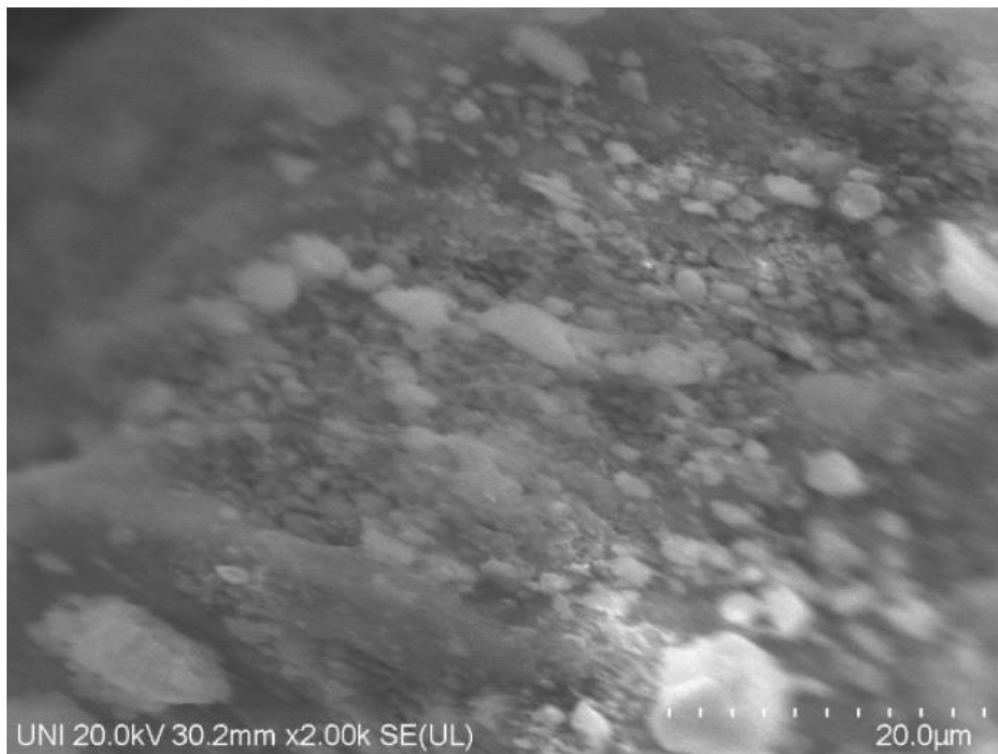
Map

Element	At. No.	Line s.	Netto	Mass [%]	Mass Norm. [%]	Atom [%]	abs. error [%] (1 sigma)	abs. error [%] (2 sigma)	abs. error [%] (3 sigma)
Carbono	6	K-Serie	19995	29.23	24.09	41.52	3.36	6.72	10.09
Oxígeno	8	K-Serie	49806	36.27	29.88	38.67	3.98	7.95	11.93
Sodio	11	K-Serie	7881	3.34	2.75	2.48	0.24	0.48	0.72
Magnesio	12	K-Serie	1945	0.56	0.46	0.40	0.06	0.11	0.17
Aluminio	13	K-Serie	7233	1.51	1.24	0.95	0.10	0.19	0.29
Silicio	14	K-Serie	21094	2.96	2.44	1.80	0.15	0.30	0.45
Fósforo	15	K-Serie	2803	0.43	0.35	0.23	0.04	0.08	0.12
Potasio	19	K-Serie	8339	1.17	0.96	0.51	0.06	0.12	0.18
Calcio	20	K-Serie	2805	0.43	0.36	0.18	0.04	0.08	0.11
Manganeso	25	K-Serie	12255	3.25	2.68	1.01	0.11	0.22	0.33
Hierro	26	K-Serie	65591	21.49	17.71	6.56	0.59	1.19	1.78
Cobalto	27	K-Serie	23220	9.41	7.75	2.72	0.27	0.55	0.82
Cinc	30	K-Serie	17288	11.31	9.32	2.95	0.33	0.66	0.99
<b>Sum</b>				<b>121.38</b>	<b>100.00</b>	<b>100.00</b>			

### 1.4.1.3 ANÁLISIS DE MORFOLOGÍA

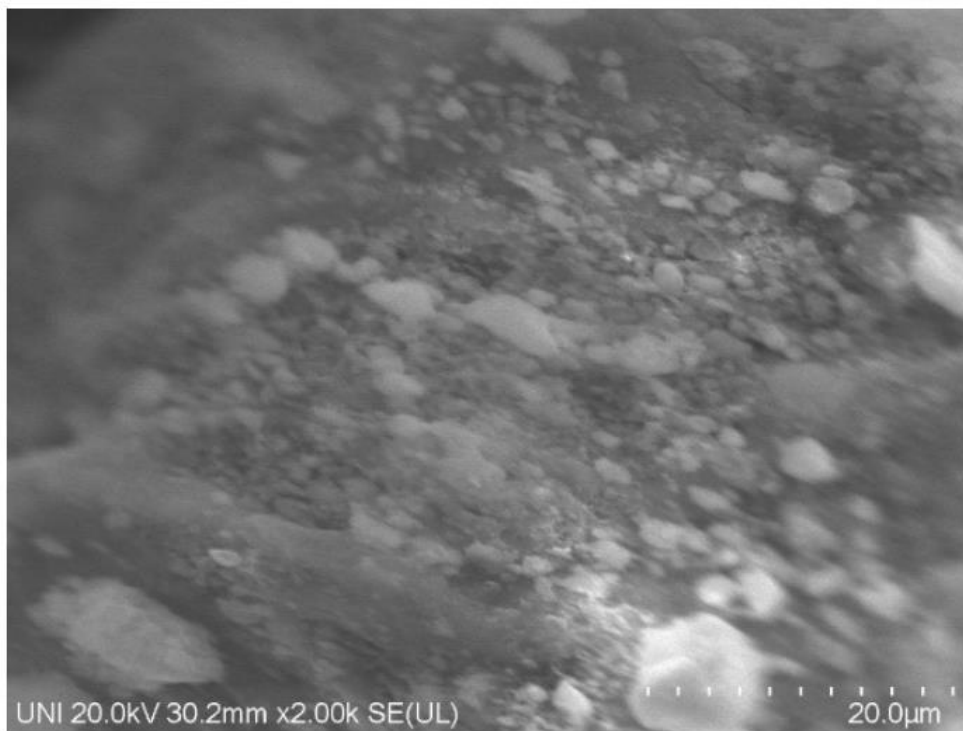
---

*Lima -Perú*



---

*Lima -Perú*



**Observación:** las partículas tienen una forma irregular subredondeado de un tamaño aproximadamente de 3 micras. También se observa en algunas zonas crecimiento de cristales en forma acicular.

## 1.4.2 ANALISIS DEL BIO CHAR CO

### 1.4.2.1 DIFRACCIÓN DE RAYOS X

#### CONDICIONES DE LA MEDIDA

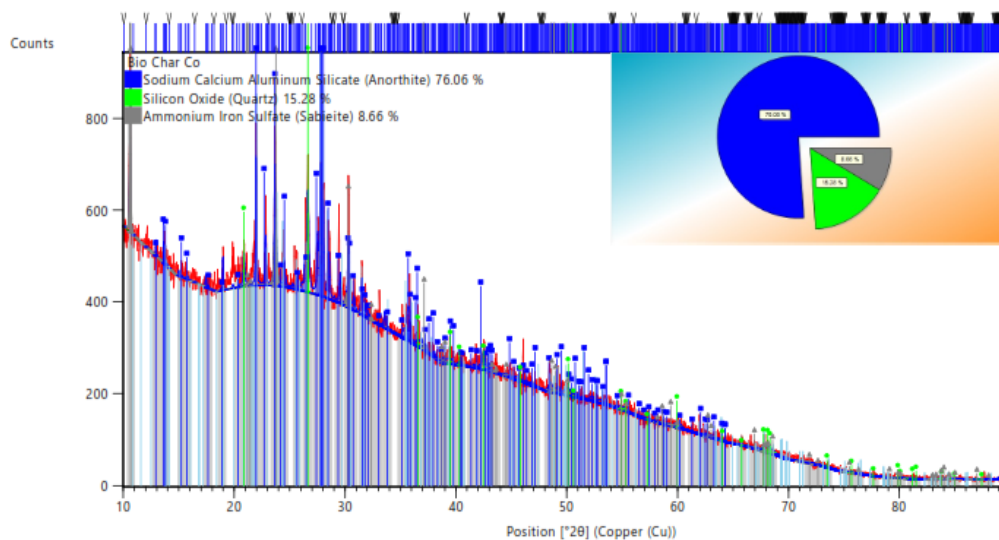
Nombre de la muestra: Bio Char Co  
Documento origen: Bio Char Co.raw  
Equipo: Bruker ADVANCE D8

---

Lima -Perú

Posición de inicio (2θ): 10.0000  
 Posición final (2θ): 89.9870  
 Tiempo de paso (s): 80.0000  
 Fuente de RX: Cu  
 K-Alpha1 [Å]: 1.54060  
 K-Alpha2 [Å]: 1.54443  
 K-Beta [Å]: 1.39225  
 K-A2 / K-A1 Ratio: 0.50000  
 Potencia de la Fuente: 30 mA, 40 kV  
 Tipo de difracción: Theta/Theta

### DIFRACTOGRAMA



### PATRÓN DE CANDIDATOS

Ref.Code	Score	Compound Name	Displ.[°2θ]	Scale Fac.	Chem. Formula
00-020-0528	36	Sodium Calcium Aluminum Silicate	0.000	1.008	( Ca , Na ) ( Al , Si ) <sub>2</sub> Si <sub>2</sub> O <sub>8</sub>
01-086-2237	21	Silicon Oxide	0.000	0.757	Si O <sub>2</sub>
04-008-2065	9	Ammonium Sulfate	0.000	0.632	( N H <sub>4</sub> ) Fe ( S O <sub>4</sub> ) <sub>2</sub>

Lima -Perú

#### ANALISIS CUANTITATIVO

COMPOSICIÓN QUÍMICA	RESULTADOS (%)	MÉTODO UTILIZADO
Phase Sodium Calcium Aluminum Silicate (Anorthite)	76.06	<b>RIETVELD</b>
Silicon Oxide (Quartz)	15.28	
Phase Ammonium Iron Sulfate (Sabieite)	8.66	
Total	100.0	

#### 1.4.2.2 ANÁLISIS QUÍMICO EDS

##### CONDICIONES DE LA MEDIDA.

Nombre de la muestra: Bio Char Co  
Documento origen: Co@SBC y SBC.pdf  
Equipo: Bruker Xflash 6/60  
Voltaje: 20K V  
Distancia de trabajo: 15mm  
Magnificación: x1000  
método: determinación de composición química.

Observación:

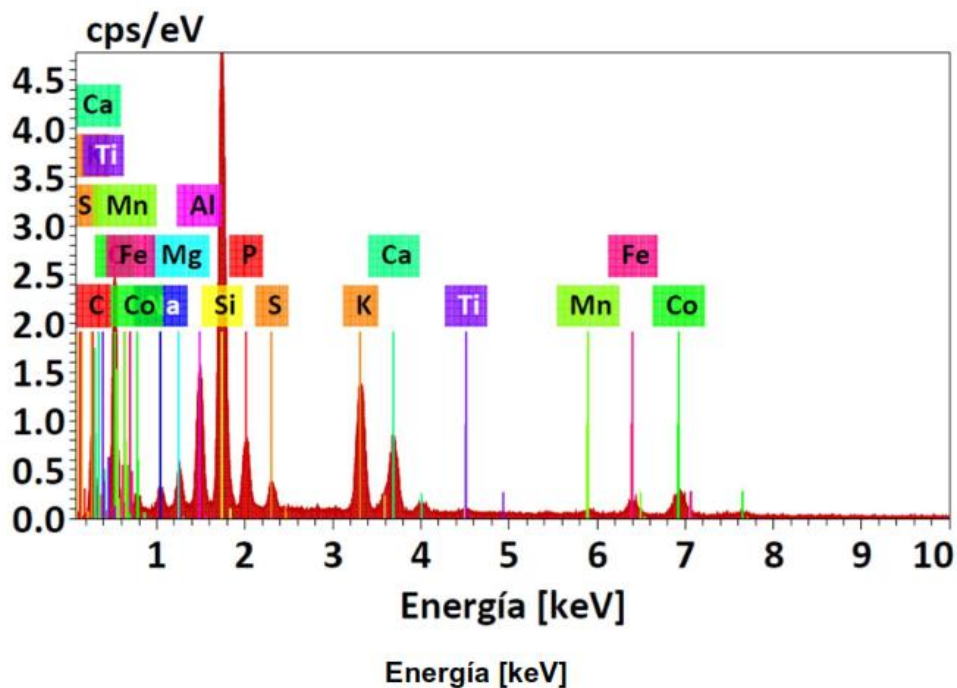
##### ESPECTRO SEM-EDS

cps/eV

---

Lima -Perú





**RESULTADO DEL ANALISIS QUÍMICO EDS**

---

Lima -Perú



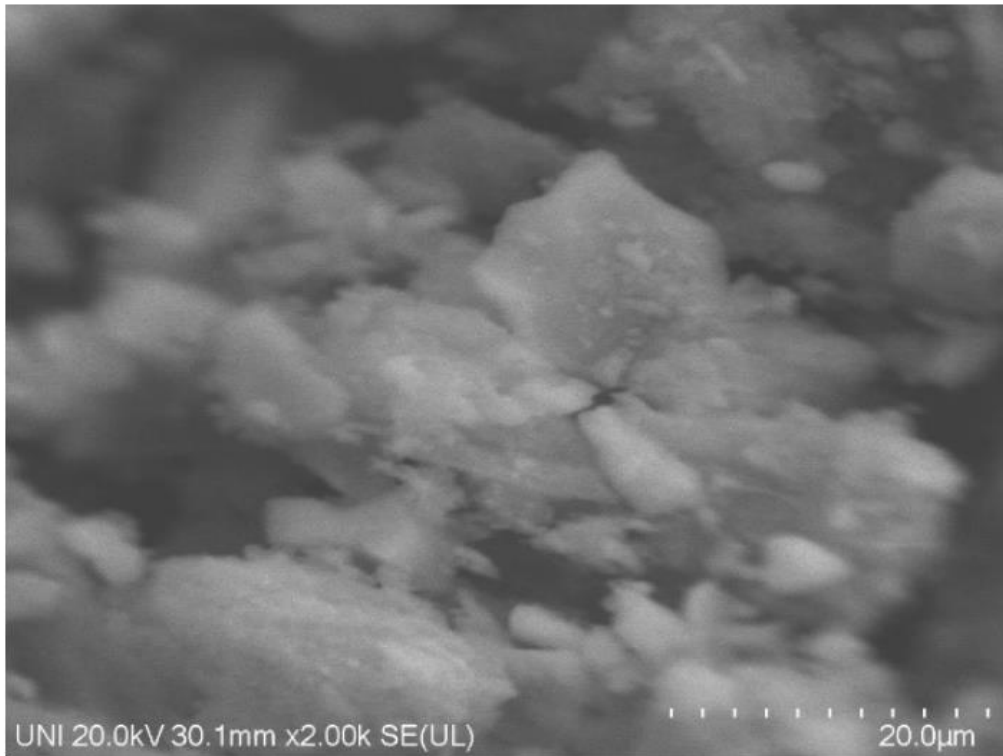
d 1461

Element	At. No.	Line s.	Netto	Mass [%]	Mass Norm. [%]	Atom [%]	abs. error [%] (1 sigma)	abs. error [%] (2 sigma)	abs. error [%] (3 sigma)	re
Carbono	6	K-Serie	7122	28.30	29.53	45.22	3.53	7.05	10.58	
Oxígeno	8	K-Serie	10118	25.01	26.11	30.01	3.02	6.05	9.07	
Sodio	11	K-Serie	2312	1.31	1.37	1.09	0.11	0.22	0.33	
Magnesio	12	K-Serie	4227	1.57	1.64	1.24	0.11	0.22	0.33	
Aluminio	13	K-Serie	16544	4.89	5.11	3.48	0.26	0.52	0.77	
Silicio	14	K-Serie	57562	13.15	13.73	8.99	0.58	1.17	1.75	
Fósforo	15	K-Serie	9276	2.79	2.91	1.73	0.13	0.27	0.40	
Azufre	16	K-Serie	3735	1.06	1.11	0.63	0.06	0.13	0.19	
Potasio	19	K-Serie	21717	6.55	6.84	3.22	0.22	0.45	0.67	
Calcio	20	K-Serie	12294	4.44	4.63	2.12	0.15	0.31	0.46	
Titán	22	K-Serie	723	0.33	0.35	0.13	0.03	0.07	0.10	
Manganeso	25	K-Serie	1109	0.61	0.64	0.21	0.04	0.08	0.12	
Hierro	26	K-Serie	3132	2.00	2.09	0.69	0.08	0.16	0.23	
Cobalto	27	K-Serie	4817	3.79	3.96	1.24	0.13	0.25	0.38	
<b>Sum</b>				<b>95.82</b>	<b>100.00</b>	<b>100.00</b>				

### 1.4.2.3 ANÁLISIS DE MORFOLOGÍA

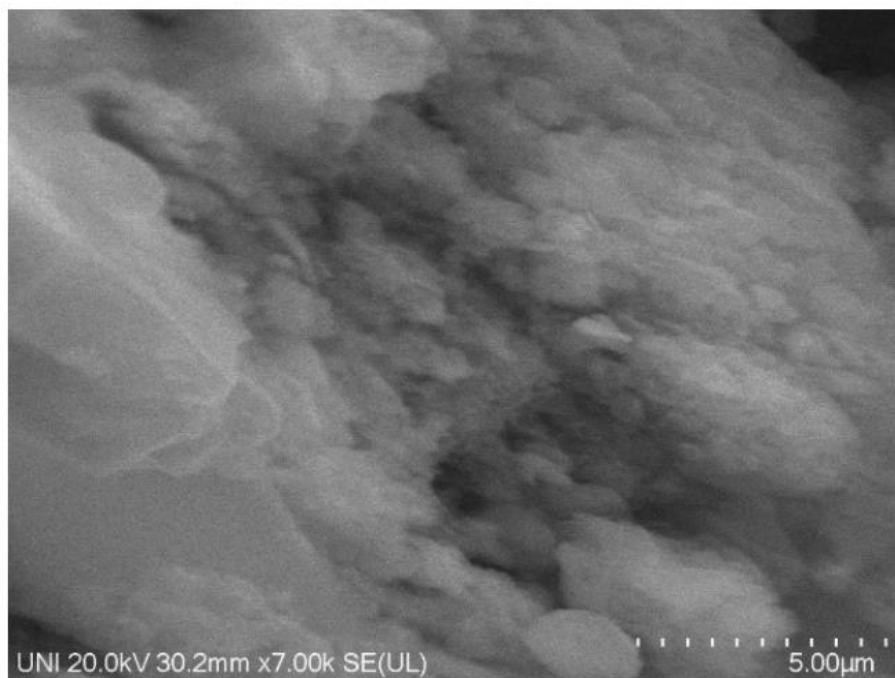
---

Lima -Perú



---

*Lima -Perú*



**Observación:** las partículas tienen una forma regular redondeado de un tamaño aproximadamente de 2.2 micras. También se observa presencia de pelo incrustado en la muestra.

### 1.4.3 ANALISIS DE BIO CHAR

#### 1.4.3.1 DIFRACCIÓN DE RAYOS X

##### CONDICIONES DE LA MEDIDA

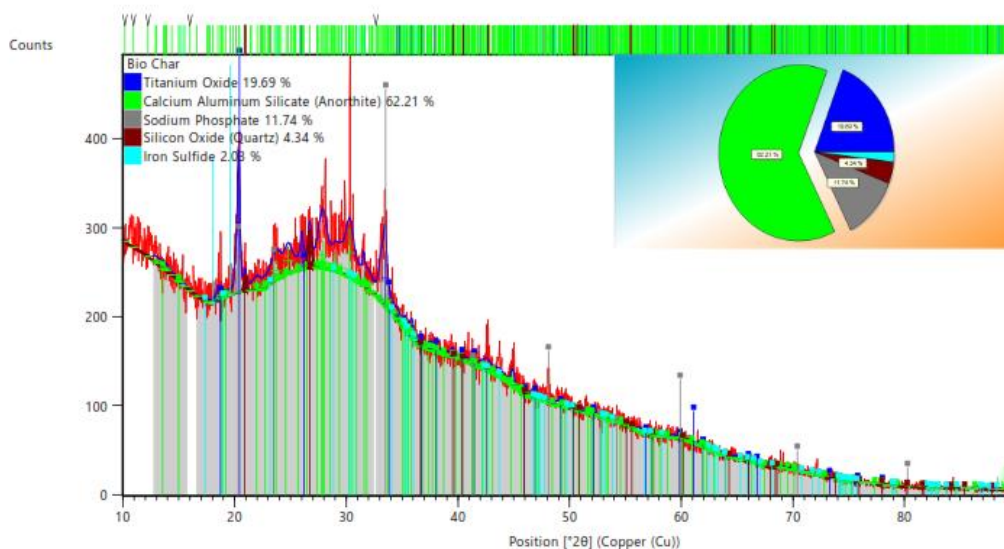
Nombre de la muestra:	Bio Char
Documento origen:	Bio Char.raw
Equipo:	Bruker ADVANCE D8
Posición de inicio ( $2\theta$ ):	10.0000
Posición final ( $2\theta$ ):	89.9870
Tiempo de paso (s):	80.0000
Fuente de RX	Cu

---

Lima -Perú

K-Alpha1 [Å] 1.54060  
 K-Alpha2 [Å] 1.54443  
 K-Beta [Å] 1.39225  
 K-A2 / K-A1 Ratio 0.50000  
 Potencia de la Fuente: 30 mA, 40 kV  
 Tipo de difracción: Theta/Theta

**DIFRACTOGRAMA**



**PATRÓN DE CANDIDATOS**

Ref.Code	Score	Compound Name	Scale Fac.	Chem. Formula
00-049-1433	16	Titanium Oxide	0.717	Ti O2
00-041-1486	No Matching Lines	Calcium Aluminum Silicate	0.000	Ca Al2 Si2 O8
04-008-9817	9	Sodium Phosphate	0.488	Na3 ( P O4 )
01-077-8621	No Matching Lines	Silicon Oxide	0.000	Si O2

Lima -Perú

01-084-3943

No Iron Sulfide  
Matching  
Lines

0.000 Fe S

#### ANALISIS CUANTITATIVO

COMPOSICIÓN QUÍMICA	RESULTADOS (%)	MÉTODO UTILIZADO
Phase Titanium Oxide	19.69	<b>RIETVELD</b>
Phase Calcium Aluminum Silicate (Anorthite)	62.21	
Phase Sodium Phosphate	11.74	
Phase Silicon Oxide (Quartz)	4.34	
Phase Iron Sulfide	2.03	
Total	100.0	

#### 1.4.3.2 ANÁLISIS QUÍMICO EDS

##### CONDICIONES DE LA MEDIDA.

Nombre de la muestra: Bio Char  
Documento origen: Bio Char.pdf  
Equipo: Bruker Xflash 6/60  
Voltaje: 20K V  
Distancia de trabajo: 15mm  
Magnificación: x1000  
método: determinación de composición química.

Observación: se realiza la medida en toda la región de la pantalla. Se toman 4 zonas y se hace el promedio ponderado.

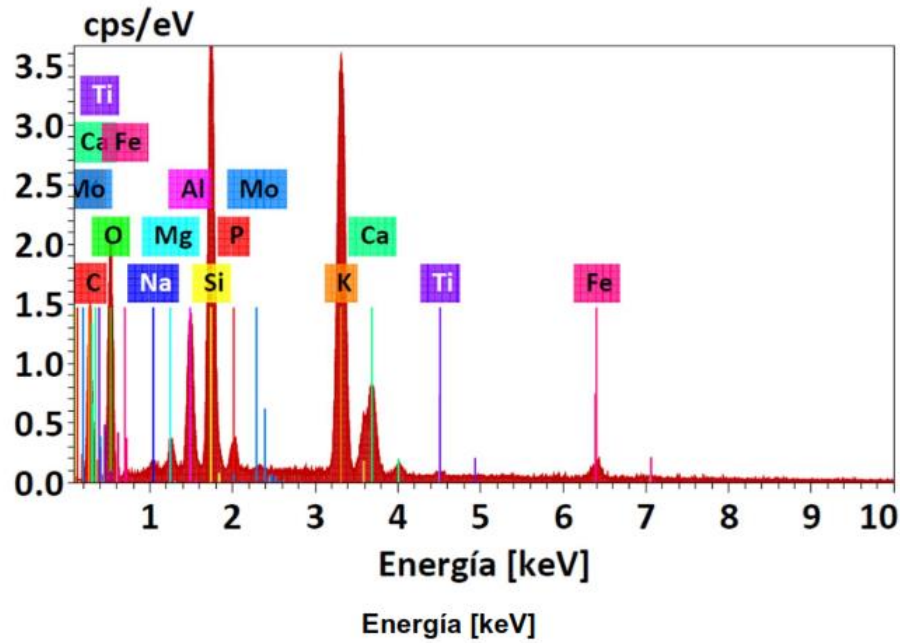
##### ESPECTRO SEM-EDS

cps/eV

---

Lima -Perú





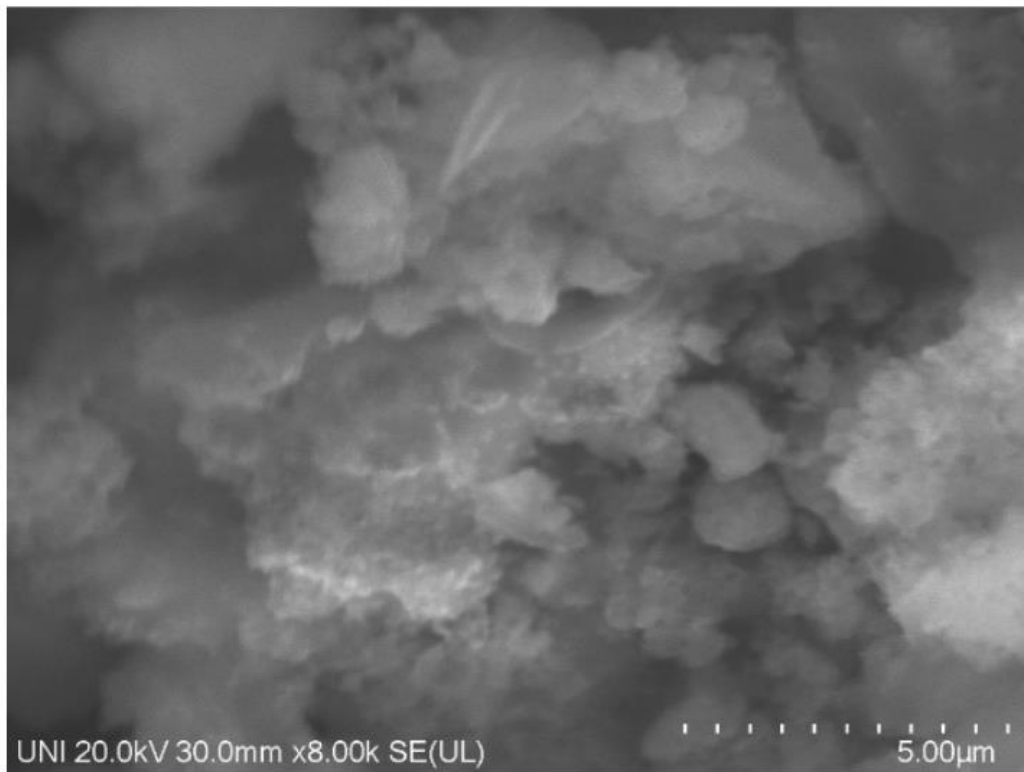
### RESULTADO DEL ANALISIS QUÍMICO EDS

d 1459

Element	At. No.	Line s.	Netto	Mass [%]	Mass Norm. [%]	Atom [%]	abs. error [%] (1 sigma)	abs. error [%] (2 sigma)	abs. error [%] (3 sigma)	re
Carbono	6	K-Serie	8631	22.96	29.35	45.00	2.82	5.63	8.45	
Oxígeno	8	K-Serie	8461	21.98	28.10	32.34	2.70	5.40	8.10	
Sodio	11	K-Serie	686	0.32	0.41	0.33	0.05	0.09	0.14	
Magnesio	12	K-Serie	2063	0.62	0.79	0.60	0.06	0.12	0.18	
Aluminio	13	K-Serie	14254	3.38	4.32	2.95	0.19	0.37	0.56	
Silicio	14	K-Serie	43726	7.95	10.16	6.66	0.36	0.73	1.09	
Fósforo	15	K-Serie	1317	0.30	0.39	0.23	0.04	0.07	0.11	
Potasio	19	K-Serie	57201	14.25	18.22	8.58	0.46	0.91	1.37	
Calcio	20	K-Serie	11860	3.92	5.02	2.31	0.14	0.28	0.42	
Titán	22	K-Serie	451	0.20	0.26	0.10	0.03	0.06	0.09	
Hierro	26	K-Serie	2685	1.87	2.38	0.79	0.07	0.15	0.22	
Molibdeno	42	L-Serie	1317	0.46	0.59	0.11	0.04	0.08	0.12	
			<b>Sum</b>	<b>78.22</b>	<b>100.00</b>	<b>100.00</b>				

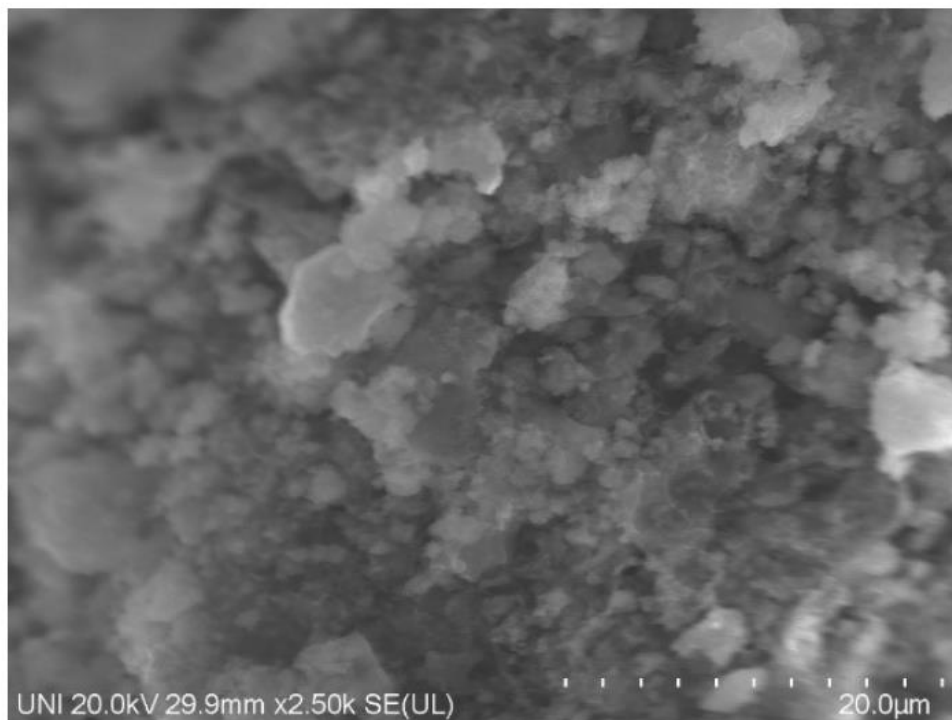
Lima -Perú

### 1.4.3.3 ANÁLISIS DE MORFOLOGÍA



---

*Lima -Perú*



**Observación:** las partículas tienen una forma irregular formando hojuelas de un tamaño aproximadamente de 3.6 micras.

#### 1.4.4 ANALISIS DE LODO PTAR

##### 1.4.4.1 DIFRACCIÓN DE RAYOS X

###### CONDICIONES DE LA MEDIDA

Nombre de la muestra:	lodo Ptarmine
Documento origen:	lodo Ptarmine.raw
Equipo:	Bruker ADVANCE D8
Posición de inicio ( $2\theta$ ):	8.0131
Posición final ( $2\theta$ ):	69.9711
Tiempo de paso (s):	172.8900
Fuente de RX	Cu
K-Alpha1 [Å]	1.54060

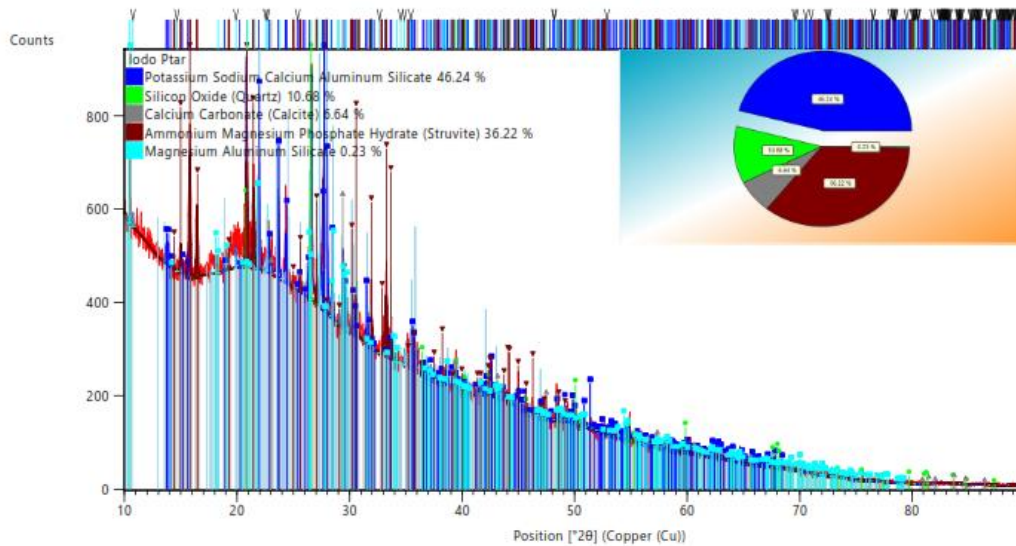
---

Lima -Perú



K-Alpha2 [Å] 1.54443  
 K-Beta [Å] 1.39225  
 K-A2 / K-A1 Ratio 0.50000  
 Potencia de la Fuente: 40 mA, 45 kV  
 Tipo de difracción: Theta/Theta

### DIFRACTOGRAMA



### PATRÓN DE CANDIDATOS

Ref.Code	Score	Compound Name	Scale Fac.	Chem. Formula
04-024-5400	26	Potassium Sodium Calcium Aluminum Silicate	0.653	$K_{0.11} Na_{0.81} Ca_{0.04} Al Si_3 O_8$
01-075-8320	39	Silicon Oxide	0.839	$Si O_2$
04-012-8072	11	Calcium Carbonate	0.296	$Ca ( C O_3 )$
00-015-0762	17	Ammonium Magnesium Phosphate Hydrate	0.943	$N H_4 Mg P O_4 \cdot 6 H_2 O$
01-076-6038	7	Magnesium Aluminum Silicate	0.432	$Mg_2 ( Al_4 Si_5 O_{18} )$

Lima -Perú

#### ANÁLISIS CUANTITATIVO

COMPOSICIÓN QUÍMICA	RESULTADOS (%)	MÉTODO UTILIZADO
Phase Potassium Sodium Calcium Aluminum Silicate	46.24	<b>RIETVELD</b>
Phase Silicon Oxide (Quartz)	10.68	
Phase Calcium Carbonate (Calcite)	6.64	
Phase Ammonium Magnesium Phosphate Hydrate (Struvite)	36.22	
Phase Magnesium Aluminum Silicate	0.23	
Total	100.0	

#### 1.4.4.2 ANÁLISIS QUÍMICO EDS

##### CONDICIONES DE LA MEDIDA.

Nombre de la muestra: Policromía amarillo  
Documento origen: amarillo.pdf  
Equipo: Bruker Xflash 6/60  
Voltaje: 20K V  
Distancia de trabajo: 15mm  
Magnificación: x1000

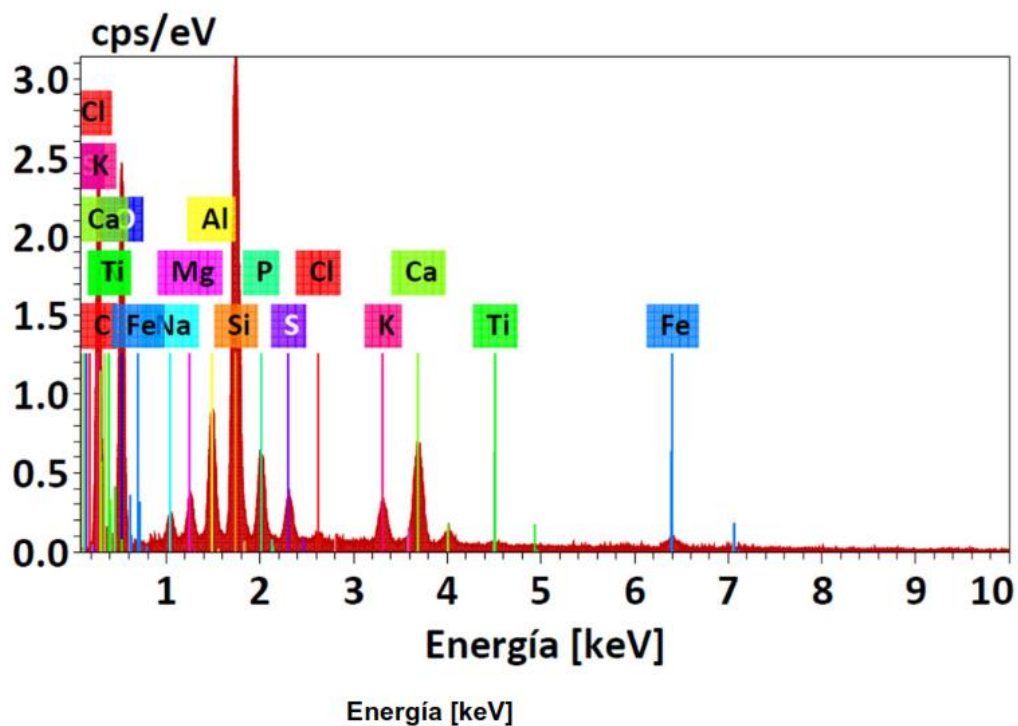
Observación: se realiza la medida en toda la región de la pantalla. Se toman 4 zonas y se hace el promedio ponderado

##### ESPECTRO SEM-EDS

cps/eV

---

Lima -Perú



RESULTADO DEL ANALISIS QUÍMICO EDS

---

Lima -Perú

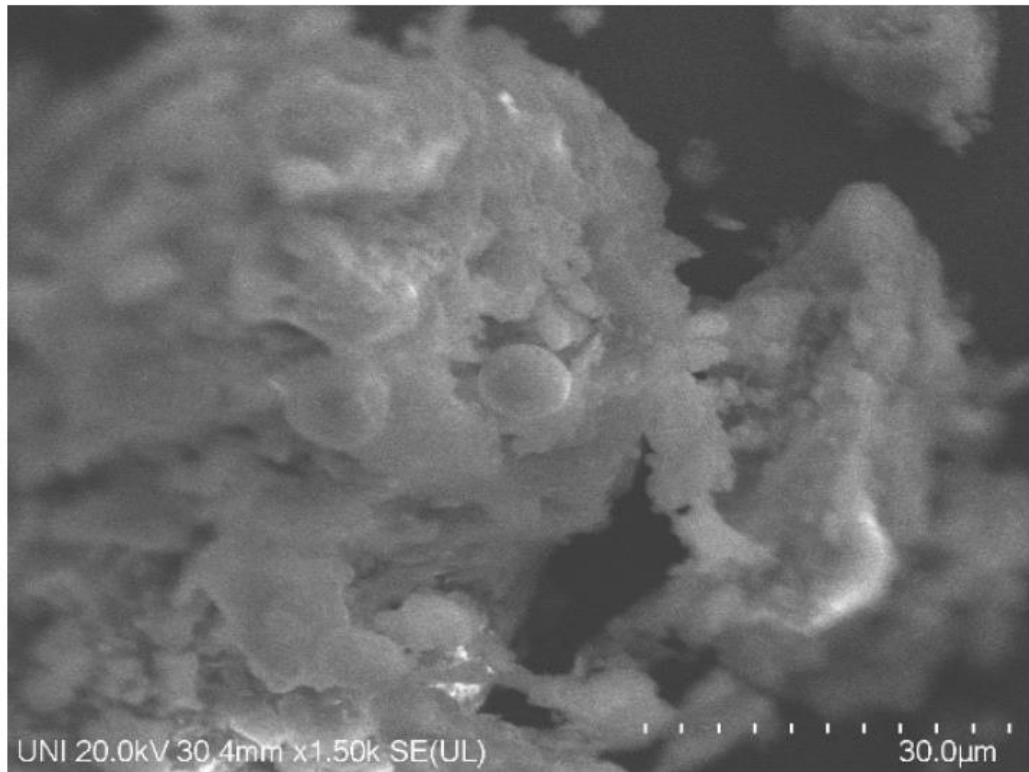
d 1457

Element	At. No.	Line s.	Netto	Mass [%]	Mass Norm. [%]	Atom [%]	abs. error [%] (1 sigma)	abs. error [%] (2 sigma)	abs. error [%] (3 sigma)
Carbono	6	K-Serie	22734	48.83	46.26	58.25	5.56	11.11	16.67
Nitrógeno	7	K-Serie	796	4.65	4.41	4.76	0.82	1.64	2.46
Oxígeno	8	K-Serie	13698	29.50	27.95	26.42	3.48	6.96	10.44
Sodio	11	K-Serie	2508	1.01	0.96	0.63	0.09	0.18	0.27
Magnesio	12	K-Serie	4250	1.13	1.07	0.67	0.09	0.17	0.26
Aluminio	13	K-Serie	13148	2.80	2.65	1.49	0.16	0.32	0.48
Silicio	14	K-Serie	51401	8.33	7.89	4.25	0.38	0.76	1.14
Fósforo	15	K-Serie	9332	1.92	1.82	0.89	0.10	0.20	0.30
Azufre	16	K-Serie	5189	1.03	0.97	0.46	0.06	0.12	0.18
Cloro	17	K-Serie	661	0.14	0.13	0.06	0.03	0.06	0.09
Potasio	19	K-Serie	5697	1.24	1.17	0.45	0.06	0.12	0.19
Calcio	20	K-Serie	15401	3.99	3.78	1.43	0.14	0.28	0.42
Titán	22	K-Serie	481	0.17	0.16	0.05	0.03	0.06	0.09
Hierro	26	K-Serie	1697	0.82	0.78	0.21	0.05	0.09	0.14
<b>Sum</b>				<b>105.54</b>	<b>100.00</b>	<b>100.00</b>			

#### 1.4.4.3 ANÁLISIS DE MORFOLOGÍA

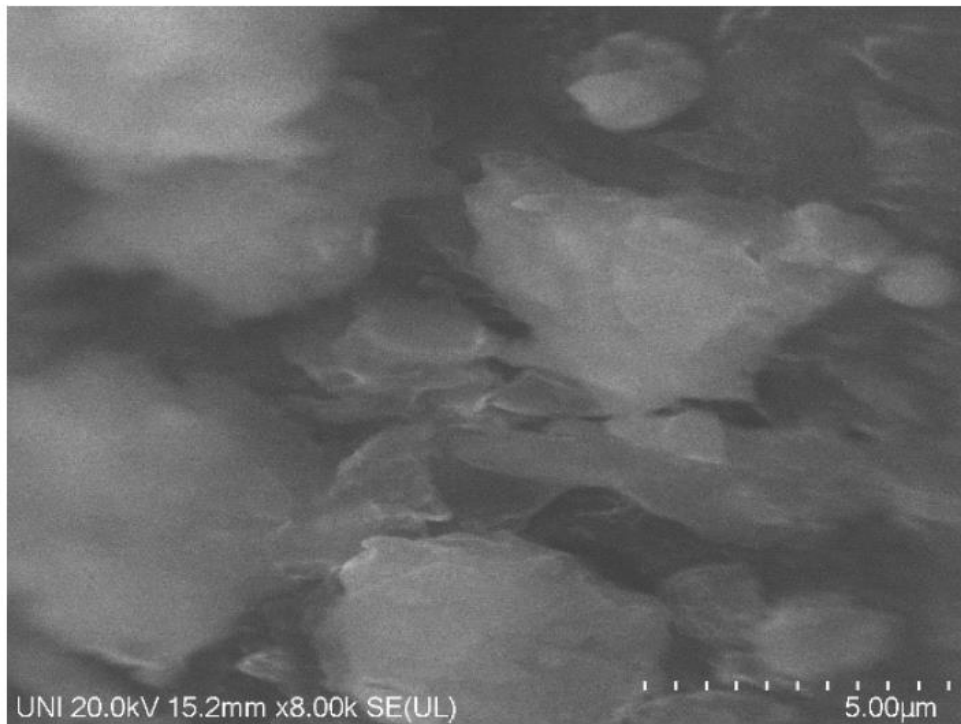
---

Lima -Perú



---

*Lima -Perú*



**Observación:** las partículas tienen una forma irregular subangular de un tamaño aproximadamente de 5 micras.

### 1.5 CONCLUSIONES GENERALES DEL SERVICIO.

En el presente informe solo se presenta el estudio de la muestra que en particular fue sometida a los diversos procedimientos de análisis que se realiza en la empresa.

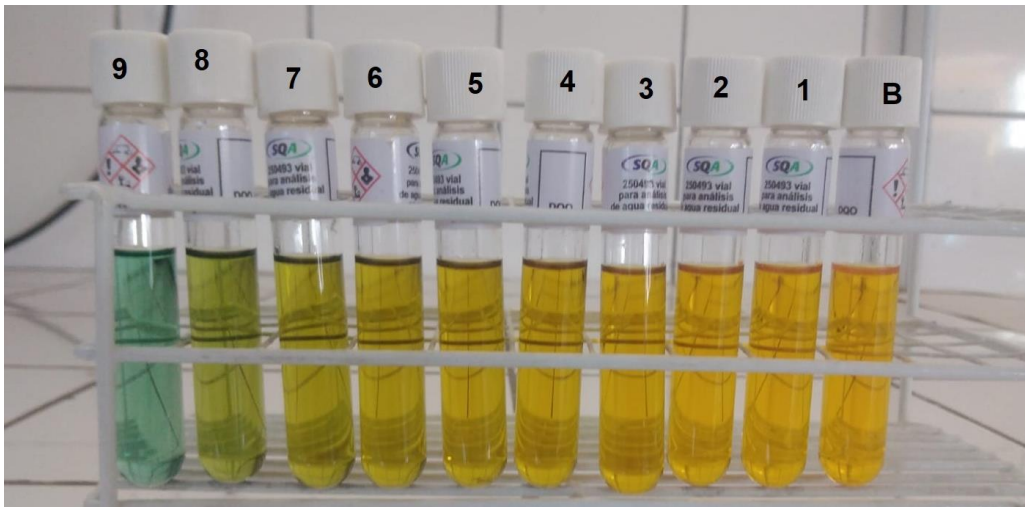
Los estudios son válidos solo para las muestras entregadas y analizadas en este informe.

---

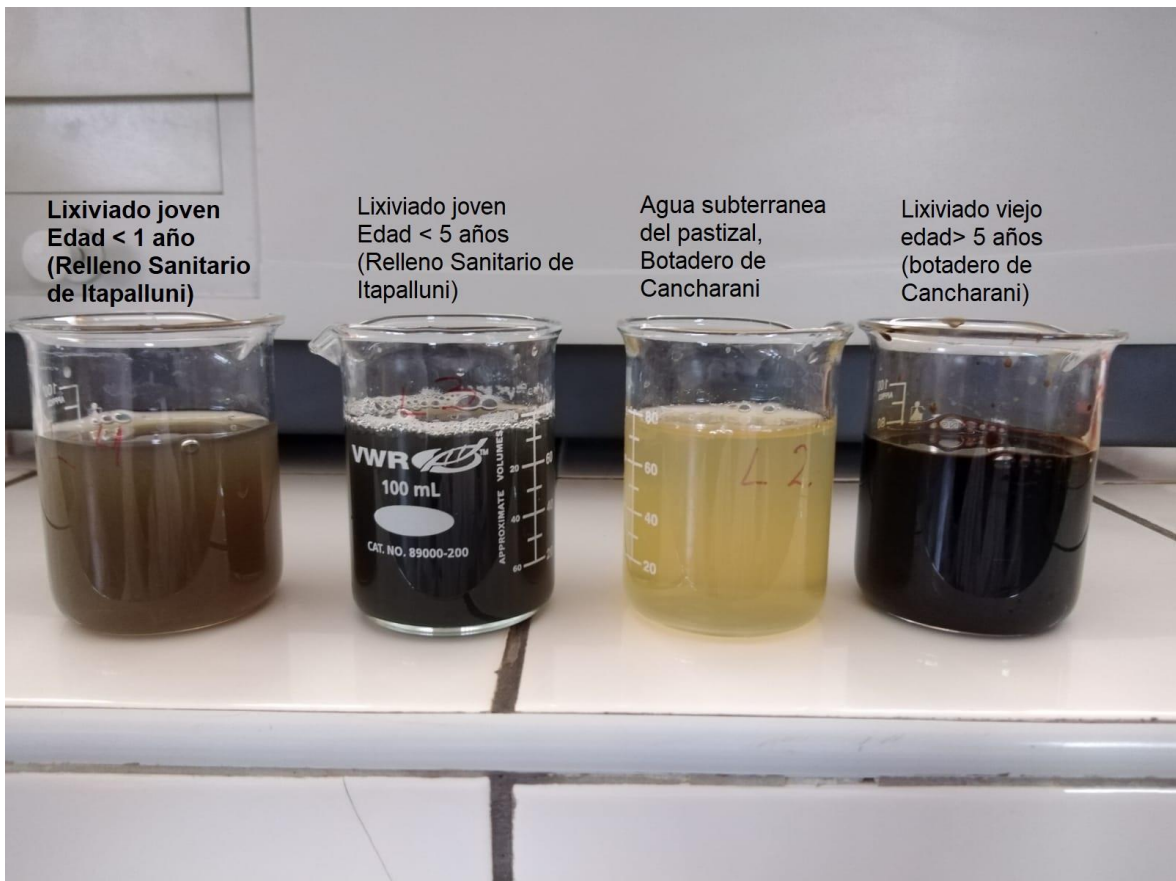
*Lima -Perú*



### Anexo 6. Panel Fotográfico



Validación de la curva de DQO



Muestras de Lixiviado



### TOMA DE MUESTRA (25 de agosto del 2021)





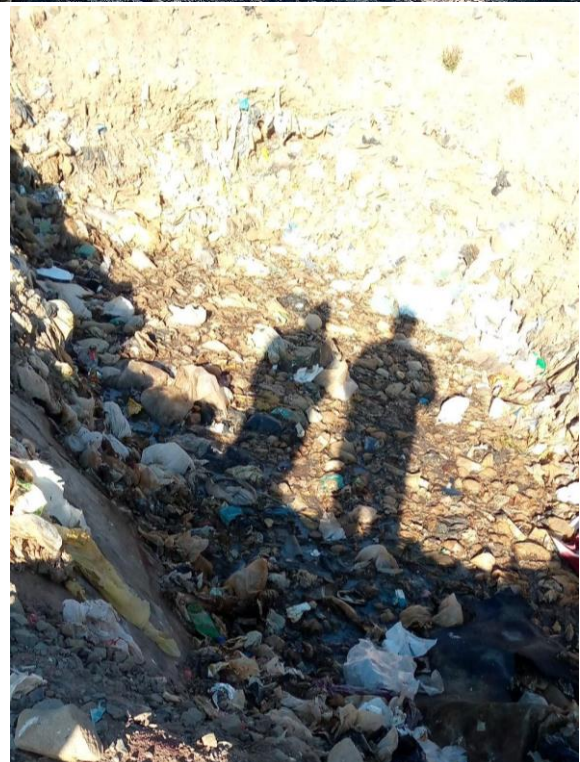
### TOMA DE MUESTRA (01 de setiembre)







**TOMA DE MUESTRA (06 de setiembre)**





### TOMA DE MUESTRA (08 de setiembre)







**TOMA DE MUESTRA (13 de setiembre)**







**TOMA DE MUESTRA (16 de Setiembre)**







**TOMA DE MUESTRA (21 de Setiembre)**







Planta de tratamiento de aguas residuales Escalerilla.





Secado de lodos para la síntesis de biocarbón



Molienda de Lodos



### Tamizado de lodos



Tratamiento de lodos con nitrato de cobalto



Regulación a pH 12 con KOH



Proceso de impregnación por Síntesis Hidrotermal a 180°C



Producto después de la impregnación hidrotermal



Filtrado del Biocarbón impregnado con cobalto

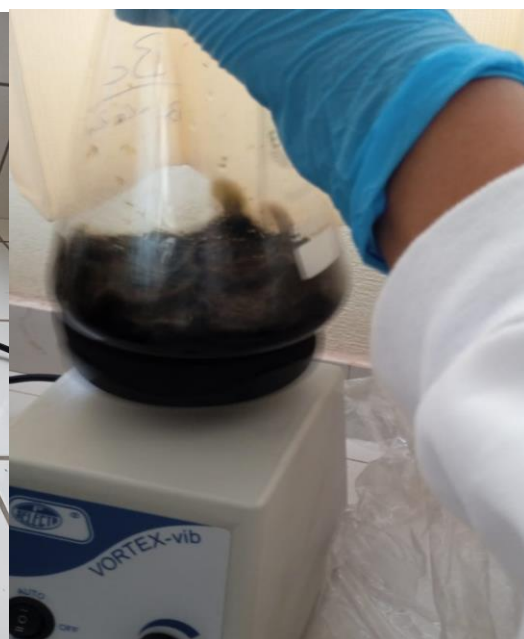




Pirolisis a 500°C



Molienda de biocarbón



### Impregnación de cobalto, zinc y hierro en el biocarbón



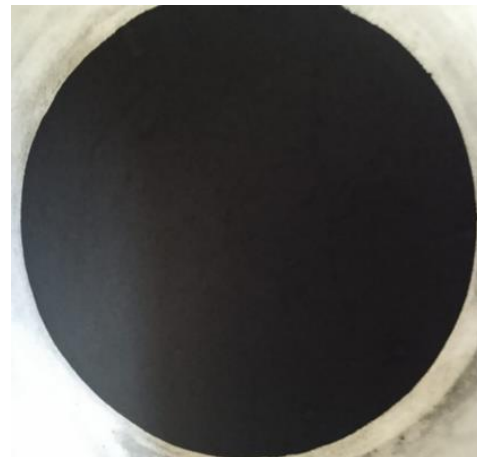
Proceso de síntesis hidrotermal con los metales



Filtrado de la muestra del catalizador de biocarbón con cobalto, zinc y hierro



Catalizador de biocarbón de lodo



Catalizador de biocarbón de lodo impregnado con Co



Catalizador de biocarbón de lodo impregnado con Co, Zn y Fe.

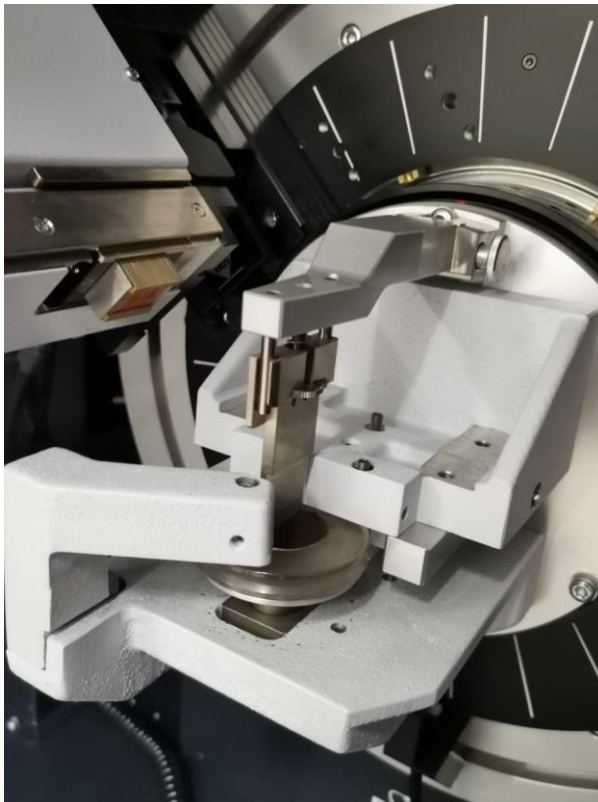




Equipo de difracción de rayos X BRUKER D8ADVANCE.

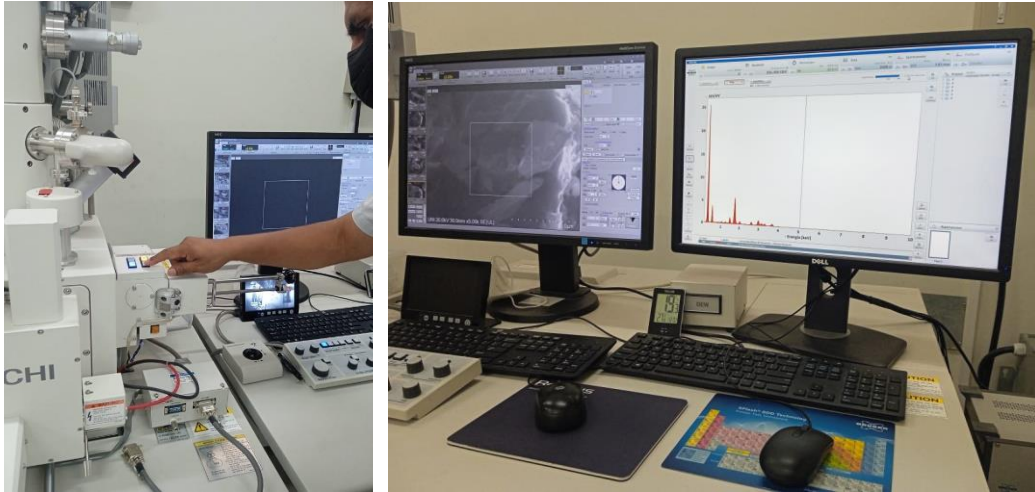


Muestras para Análisis DRX.



Porta muestras para análisis DRX





Microscopio electrónico de barrido de emisión de campo (FESEM) HITACHI Su 8230.



Montaje del reactor para la degradación de contaminantes en lixiviados



Fuente de luz visible



Fuente de luz UV