

UNIVERSIDAD NACIONAL DEL ALTIPLANO
FACULTAD DE CIENCIAS AGRARIAS
ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERIA AGROINDUSTRIAL



**“EFECTO DEL CARBÓN ACTIVADO DE LENTEJA DE AGUA (*Lemna sp.*) EN
LA REMOCIÓN DE CLORO RESIDUAL DEL AGUA EN LA INDUSTRIA DE
BEBIDAS”**

TESIS

PRESENTADA POR:

PILAR GABY CARACELA YUCRA

PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE:

INGENIERO AGROINDUSTRIAL

PROMOCIÓN: 2014 II

PUNO – PERÚ

2017

UNIVERSIDAD NACIONAL DEL ALTIPLANO
FACULTAD DE CIENCIAS AGRARIAS
ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERIA AGROINDUSTRIAL

“EFECTO DEL CARBÓN ACTIVADO DE LENTEJA DE AGUA (*Lemna sp.*) EN LA REMOCIÓN DE CLORO RESIDUAL DEL AGUA EN LA INDUSTRIA DE BEBIDAS”

TESIS

PRESENTADA POR:

PILAR GABY CARACELA YUCRA

PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE:
INGENIERO AGROINDUSTRIAL

FECHA DE SUSTENTACIÓN: 20 DE JULIO DEL 2017



APROBADO POR EL JURADO REVISOR CONFORMADO POR:

PRESIDENTE : 
Ing. M.Sc. Florentino Víctor Choquehuanca Cáceres

PRIMER MIEMBRO : 
Ing. M.Sc. Mariela Calsin Cutimbo

SEGUNDO MIEMBRO : 
Ing. M.Sc. Norberto Sixto Miranda Zea

DIRECTOR DE TESIS : 
Ing. Saïre Roenli Guerra Lima

PUNO – PERÚ
2017

Área: Ingeniería y tecnología
Tema: Propiedades físicas y estructurales

DEDICATORIA

*Desde el fondo de mi corazón, a mis queridos padres **Julian** y **Paulina**, por ser ejemplo de sacrificio y esfuerzo quienes con gran paciencia me brindaron sus sabios consejos para tomar decisiones firmes en todas las etapas de mi vida.*

*Mi especial gratitud a mis hermanos: **Yudy**, **Nelson** y **Paola** quienes supieron alentarme en todo momento con su apoyo moral.*

Este trabajo y en general el título de ingeniero Agroindustrial quiero dedicarlo a quienes creyeron que sería posible pero aún más a aquellos que dudaron y creyeron que no lo lograría, pues me motivaron a dar más de mí, a esforzarme cada día más y a creer que si era posible cuando el ánimo y el pesimismo me invadían y me sentía derrotada en la lucha.

AGRADECIMIENTO

En momentos de dificultad, de felicidad, de inseguridad, de confianza, de pesimismo y optimismo, siempre estuviste ahí. Siempre me brindaste ánimo y consuelo y encontré en ti una salida a todos los problemas que se presentaron, gracias Dios, gracias Señor por siempre estar ahí.

A la Universidad Nacional del Altiplano, Facultad de Ciencias Agrarias, Escuela Profesional de Ingeniería Agroindustrial, a su plana docente y administrativa por haber contribuido en mi formación profesional.

A los jurados dictaminadores M.Sc. Florentino Victor Choquehuanca Caceres , Ing. Marianela Calsin Cutimbo, M.Sc. Norberto Sixto Miranda Zea, por posibilitar la ejecución de la tesis contribuyendo al desarrollo de la misma.

Al Ing. Roenfi Guerra Lima por su ayuda y dirección en todo el trabajo de investigación, por sus importantes aportes, comentarios y sugerencias.

A Alex Rafael, por ser el pilar que he tenido durante estos últimos años, por siempre estar ahí cuando he necesitado su compañía, por toda la comprensión entregada en este tiempo.

A mi familia, por su apoyo incondicional, por su amor y paciencia, y por haberme acompañado en la vida. Por representar un ejemplo de buenas personas. A mi madre y padre por su gran cariño. A mis hermanos que me han apoyado siempre y con quienes comparto momentos amenos.

Y gracias a todas las personas que colaboraron de una u otra manera para la culminación de este trabajo de investigación y de esta etapa de mi existencia. Siempre los llevaré en mi corazón.

ÍNDICE

RESUMEN	12
INTRODUCCIÓN	13
CAPÍTULO I REVISIÓN DE LITERATURA	15
1.1 Antecedentes.....	15
CAPÍTULO II MARCO TEÓRICO Y CONCEPTUAL	20
2.1 Carbón Activado.....	20
2.1.1 Estructura y Propiedades.....	20
2.1.2 Tipos de Poros dentro de una Partícula de Carbón.....	20
2.1.3 Clases de Carbón Activado.....	21
2.1.3.1 Carbón Activado granular.....	21
2.1.3.2 Carbón Activado Pulverizado.....	22
2.1.4 Proceso de Activación del carbón.....	23
2.1.4.1 Activación Física.....	23
2.1.4.2 Activación Química.....	23
2.1.5 Propiedades Fisicoquímicas del carbón.....	25
2.1.5.1 Capacidad de Adsorción.....	25
2.1.5.2 Densidad Aparente.....	26
2.1.5.3 Contenido de Humedad.....	26
2.1.5.4 Contenido de cenizas.....	26
2.1.5.5 pH del Extracto Acuoso.....	27
2.1.5.6 Usos del carbón Activado.....	28
2.1.6 Factores que Influyen en la Adsorción de Compuestos Presentes en el Agua.....	30
2.1.7 Remoción del Cloro con Carbón Activado.....	31

2.2 Lenteja de Agua y su Proliferación.....	33
2.2.1 Característica de la lenteja de Agua (<i>Lemna sp.</i>).....	33
2.2.2 Aspectos Ecológicos.....	34
2.2.3 Proliferación de Lenteja de Agua en la Bahía interior.....	35
2.3 Isotermas de Adsorción.....	35
2.3.1 Ecuación de Freundlich.....	35
2.3.2 Ecuación de Langmuir.....	36
CAPÍTULO III OBJETIVOS.....	37
3.1 Objetivo General.....	37
3.2 Objetivos Específicos.....	37
CAPÍTULO IV MATERIALES Y MÉTODOS.....	38
4.1 Localización del Experimento.....	38
4.2 Evaluación de las propiedades fisicoquímicas del carbón activado obtenido por el método químico a partir de Lenteja de Agua (<i>Lemna</i> <i>sp.</i>).....	38
4.2.1 Material Experimental.....	38
4.2.2 Obtención del Carbón Activado.....	39
4.2.3 Métodos de Análisis.....	43
4.2.3.1 Determinación de Contenido de humedad.....	43
4.2.3.2 Determinación de Cenizas Totales.....	43
4.2.3.3 Determinación de la Materia Volátil.....	44
4.2.3.4 Determinación del Carbono Fijo.....	44
4.2.3.5 Determinación de la Densidad Aparente.....	45
4.2.3.6 Determinación del Potencial de Hidrogeno.....	45
4.3 Determinación de la adsorción del cloro residual del agua utilizando	

carbón activado de lenteja de agua (<i>Lemna sp.</i>).....	45
4.3.1 Material Experimental.....	46
4.3.2 Método Espectrofotométrico para la Determinación de Cloro Residual.....	47
4.3.3 Proceso de adsorción.....	47
4.3.4 Elaboración de la Curva de Calibrado para la Adsorción de Cloro Residual.....	47
4.3.5 Desarrollo del Proceso de Adsorción.....	49
4.3.6 Ajuste a un modelo de Equilibrio.....	50
4.4 Diseño Experimental.....	50
4.4.1 Diseño y Planteamiento Experimental.....	50
4.4.2 Modelo Matemático.....	51
CAPÍTULO V RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	53
5.1 Evaluación de las Propiedades Fisicoquímicas del Carbón Activado Procesado por el Método Químico a Partir de Lenteja de Agua (<i>Lemna sp.</i>).....	53
5.2 Evaluación de la Capacidad de Adsorción del Cloro Residual del Agua Utilizando Carbón Activado de Lenteja de Agua (<i>Lemna Sp.</i>) Según al Tamaño de Partícula.....	55
5.2.1 Ajuste al Modelo de Freundlich y Langmuir.....	58
CONCLUSIONES.....	65
RECOMENDACIONES.....	66
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	67
ANEXO.....	73

ÍNDICE DE TABLA

Tabla 01.	Método de Activación Según la Materia Prima.....	24
Tabla 02.	Principales Aplicaciones del Carbón Activado en Tratamiento de Agua de Acuerdo con su Origen.....	29
Tabla 03.	Compuestos con muy Alta Probabilidad de ser Eliminados por el Carbón Activo.....	31
Tabla 04.	Elaboración de la Curva de Calibración para la Medición del Cloro Residual.....	48
Tabla 05.	Tratamientos para la Remoción del Cloro Residual con Carbón Activado.....	51
Tabla 06.	Resultados Obtenidos de las Propiedades Fisicoquímicas del Carbón Activado de Lenteja de Agua (<i>Lemna sp.</i>) Procesado por el Método Químico.....	53
Tabla 07.	Valores de Adsorción de Carbón Activado a una Concentración de Cloro Residual de 11.760 mg.L ⁻¹	56
Tabla 08.	Análisis de Varianza para la Adsorción de Cloro Residual entre Tamaño de Partícula, y Peso de Carbón Activado.....	57
Tabla 09.	Prueba de Significancia de Duncan (0.05%) para la Adsorción por Peso del Carbón Activado de Lenteja de Agua.....	57
Tabla 10.	Prueba de Significancia de Duncan (0.05%) Para la Adsorción por el Tamaño de Partícula.....	58
Tabla 11.	Parámetros Obtenidos en el Ajuste de los Datos Experimentales de la Adsorción de 11. 760 ml.L ⁻¹ de Cloro Residual con Carbón Activado de Lenteja de Agua a los Diferentes Modelos.....	58
Tabla 12	Valores de Adsorción de Cloro Residual por el Carbón Activado	

	Lenteja de Agua para el Tamaño de Partícula 0.07 mm.....	60
Tabla 13	Valores de Adsorción de Cloro Residual por el Carbón Activado	
	Lenteja de Agua para el Tamaño de Partícula 0.160 mm.....	62
Tabla 14	Valores de Adsorción de Cloro Residual por el Carbón Activado	
	Lenteja de Agua para el Tamaño de Partícula 0.315 mm.....	63

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 01	Diagrama de Flujo para la Elaboración del Carbón Activado de Lenteja de Agua.....	40
Figura 02.	Curva de Calibración para la Medición Cloro Residual.....	49
Figura 03.	Adsorción de Cloro Residual con Carbón Activado de Lenteja de Agua en Función de 11.760 ml.L^{-1} de Cloro Residual y 0.07 mm de Tamaño de Partícula Modelo Freundlich.....	61
Figura 04.	Adsorción de Cloro Residual con Carbón Activado de Lenteja A en Función de 11.760 ml.L^{-1} de Cloro Residual y 0.07 mm de Tamaño de Partícula Modelo Langmuir.....	61
Figura 05	Adsorción de Cloro Residual con Carbón Activado de Lenteja de Agua en Función de 11.760 ml.L^{-1} de Cloro Residual y 0.160 mm de Tamaño de Partícula Modelo Freundlich	62
Figura 06	Adsorción de Cloro Residual con Carbón Activado de Lenteja de Agua en Función de 11.760 ml.L^{-1} de Cloro Residual t 0.160 mm de Tamaño de Partícula Modelo Langmuir.....	63
Figura 07	Adsorción de Cloro Residual con Carbón Activado de Lenteja de Agua en Función de 11.760 ml.L^{-1} de Cloro Residual y 0.315 mm de Tamaño de Partícula Modelo Freundlich	64
Figura 08	Adsorción de Cloro Residual con Carbón Activado de Lenteja de Agua en Función de 11.760 ml.L^{-1} de Cloro Residual y 0.315 mm de Tamaño de Partícula Modelo Langmuir.....	64

GLOSARIO DE TERMINOS

- ASTM: American Society for Testing and Materials de Estados Unidos es el organismo cuyos procedimientos de evaluación siguen la mayoría de fabricantes de carbón activado.
- FAO: OF Forestry Department
- ITINTEC: Instituto de Investigación Tecnológica Industrial y Normas Técnicas
- IUPAC: International Union of Pure and Applied Chemists
- NTP: Normas Técnicas Peruanas

RESUMEN

El presente trabajo de investigación se realizó durante los años 2016-2017, en laboratorios de la Escuela profesional de Ingeniería Agroindustrial de la UNA PUNO, con el objetivo de evaluar las propiedades fisicoquímicas del carbón activado procesado por el método químico a partir de lenteja de agua (*Lemna sp.*) y determinar la capacidad de adsorción del cloro residual del agua utilizando carbón activado de lenteja de agua (*Lemna sp.*) según al tamaño de partícula. La metodología se basó en utilizar lenteja de agua (*Lemna sp.*) como materia prima, se procedió a obtener carbón activado mediante el método de activación química, la evaluación de la capacidad de adsorción de cloro residual se realizó mediante el método espectrofotométrico. Para el estudio se utilizó el Diseño factorial de 3x5x3, los factores de estudio fueron; tamaños de partícula (0.007 mm, 0.160 mm y 0.315mm) y peso de carbón activado (0.01 g, 0,02 g, 0.03 g, y 0.1 g), con tres repeticiones por muestra. Los resultados para el análisis fisicoquímico del carbón obtenido muestran valores dentro de los rangos permitidos por las NTP, siendo estos de: humedad 5.74%, contenido de cenizas 8.98%, materia volátil 10.10%, carbono fijo 81.02%, densidad aparente 0.46g/cm³, pH obtenido 7.6. El carbón activado presentó mayor adsorción de cloro residual con el tamaño de partícula 0.070 mm, llegando a remover un 98.95 0% de 11.760 ml.L⁻¹ de cloro residual con un peso de 0.1g de carbón activado, ajustándose mejor al modelo de Langmuir logrando una mayor correlación de R² de 0.9595, para los tamaños de partícula de 0.160 mm y 0.315 mm el porcentaje de remoción de cloro residual fue de 97.01% y 94.71% respectivamente, con un peso de 0.1g de carbón activado ajustándose mejor al modelo de Freundlich obteniendo valores de R² de 0.9661 y 0.9164 respectivamente.

Palabras Clave: adsorción, carbón activado, cloro residual, remoción, isoterma de adsorción, granulometría, cloración, lenteja de agua, cloruro de zinc, activación.

INTRODUCCIÓN

Los estándares de calidad para el agua de las bebidas son generalmente más rígidos que los del agua para consumo, el agua como se presenta en la naturaleza no es pura, siempre contiene impurezas en solución o en suspensión, con el propósito de hacer que las bebidas tengan control en el crecimiento biológico se adiciona al agua cloro como desinfectante, una vez que el cloro cumple su objetivo, el agua se puede consumir, pero en muchos casos no se debe tener cloro residual, para proceso de bebidas gasificadas es no deseable y se debe remover. La remoción del cloro residual no solo es conveniente sino indispensable, ya que el cloro químicamente es muy activo y puede reaccionar con aditivos del producto, deteriorando la calidad de éstos (Carbotecnia, 2016).

Una de las principales aplicaciones del carbón activado es la de cloración o la eliminación de cloro libre del agua y su uso trae ventajas que desventajas, ya que mejora la calidad del agua en olor, sabor y calidad biológica; por otro lado el carbón activado es reconocido tecnológicamente en el tratamiento de agua residuales debido a que presenta grandes áreas superficiales, elevado poder de adsorción en sus estructuras porosas según Grosso (1997), y debido a estas propiedades el carbón activado es un insumo ideal para el tratamiento de aguas que utilizan cloro como desinfectante, quedando en muchos casos el cloro residual, sin embargo su elevado costo comercial no la hace muy factible en la mayoría de los casos.

De estudios existentes se indica que todo los carbones activados son preparados a partir de materiales precursores con un alto contenido en carbono, especialmente, materiales orgánicos ya que es una buena fuente y un excelente potencial para la fabricación de carbón activado por tal motivo se hace uso de la "lenteja de agua" (*Lemna sp.*), esta planta acuática disminuye la biodiversidad que vive en nuestro lago, por constituir un

problema ambiental en el ecosistema del lago, se planteó el aprovechamiento de la *Lemna sp.* para la fabricación de carbón activado, que puede mejorar según su uso, la calidad del agua para el consumo humano.

El lago Titicaca provee una gran diversidad de recursos, entre ellas la macrofita conocida como “lenteja de agua” *Lemna sp.*, esta es actualmente utilizada de diversas formas, Goyzueta (2007), tiene reportes de que en la bahía interior existe una biomasa promedio de 6.94 kg/m². En lugar de ello, las estrategias deberían estar direccionadas a un manejo sostenible de la biomasa de la lenteja de agua, de forma que se pueda utilizar en beneficio del mismo lago, y porque no, de la población en general. Ennabili *et al.* (1998), indica que la biomasa de la lenteja de agua debe ser frecuentemente cosechada durante la estación de crecimiento y puede ser utilizada para diferentes usos.

Este aspecto tiene cada vez más importancia ya que no existen alternativas de uso racional y sostenible para este recurso tan importante por lo que se optado por darle un valor agregado como material eficiente para el procesamiento de carbón activado.

Por las razones expuestas, en el presente trabajo de investigación se plantearon los siguientes objetivos:

- Evaluar las propiedades fisicoquímicas del carbón activado procesado por el método químico a partir de lenteja de agua (*Lemna sp.*).
- Determinar la capacidad de adsorción del cloro residual del agua utilizando carbón activado de lenteja de agua (*Lemna sp.*) según al tamaño de partícula.

CAPÍTULO I

REVISIÓN DE LITERATURA

1.1 ANTECEDENTES

Ioannidou y Zabaniotou (2007), indica que para la producción de carbón activado se debe partir de una materia prima con propiedades bien definidas tales como abundancia, dureza, estructura inherente de poros, alto contenido de carbono, bajo contenido de ceniza y alto rendimiento en masa durante el proceso de carbonización. Se ha demostrado que materias primas como la madera, el carbón, lignito, endocarpios y huesos de algunas frutas como el coco y las olivas, presentan buenas propiedades para la activación.

Ayestas (2006), investigo sobre; “Obtención del carbón activado por el método de activación química a partir de la Foresta andina Ttola y aserrín de guano y cedro”, obteniendo como resultado que la capacidad de adsorción de azul de metileno se incrementa a medida que disminuye el tamaño del carbón y conforme aumenta la concentración del agente activante empleado, los valores máximos y mínimos encontrados sin agente activante fueron de 1,19% de azul de metileno, para el aguano, mientras que para el cedro es de 1,18% y para la ttola de 1,12%. Estos valores comparados con los carbones elaborados con agente activante son de diferencia notoria.

Chávez (2004), reporto que es factible obtener Carbón activado utilizando materia prima, lenteja de agua (*Lemna sp.*), indicando que el carbón obtenido está dentro de los rangos permitidos por las NTP, siendo estos de: humedad 4,310% para el carbón activado obtenido, H% permitida como max. 12%; % Cz obtenido 3,78%, % Cz permitido como max. 12%; pH obtenido 6,34, pH permitido 7 como max. y 5,5 como

min. También indica que el método de activación química es el más adecuado para obtener carbón activado a partir de lenteja de agua usando como reactivo $ZnCl_2$.

Solis *et al.* (2012), hicieron estudios de los carbones activados de cáscara de naranja, cascarilla de café y bagazo de caña, donde determinaron sus propiedades fisicoquímicas y su capacidad de adsorción, los resultados mostraron que los carbones activados químicamente produjeron mayores rendimientos de carbón activado a partir de los tres residuos estudiados, siendo los carbones activados de cascarilla de café y de bagazo de caña los que presentaron mayor eficacia en la remoción. El primero logró adsorber hasta el 86.1% del color del guarapo y hasta el 82.1% del jugo claro y, el segundo, hasta el 98.2% y el 77% del color de dichos jugos, respectivamente. El bagazo de caña mostró la presencia de tres etapas de descomposición bajo atmósferas oxidante e inerte. Los residuos carbonosos obtenidos dos fueron de alrededor del 12%.

Rodríguez y Molina (2004), indican que los agentes químicos utilizados para el proceso de activación química ($ZnCl_2$, H_3PO_4 , $AlCl_3$, $MgCl_2$, KOH , $NaOH$, etc.), los más empleados son $ZnCl_2$, H_3PO_4 y KOH . Los dos primeros son agentes deshidratantes que producen un hinchamiento de las partículas durante el proceso de impregnación, ya que la degradación de la celulosa y la lignina está catalizada por ácidos. Esto supone una disminución de la resistencia mecánica del precursor. Aunque los tres agentes químicos producen un gran desarrollo de la microporosidad, existe una diferencia entre ellos: el agente KOH produce un ensanchamiento del tamaño de los microporos, el agente $ZnCl_2$ una produce una microporosidad de tamaño uniforme y genera un pequeño desarrollo de la mesoporosidad, y el agente H_3PO_4 conduce a una distribución de tamaño de poros más heterogénea.

Canales (2010), indica que uno de los mayores problemas que enfrenta la ciudad de Puno es la presencia de la lenteja de agua (*Lemna gibba*) en la bahía interior del Lago Titicaca, debido al proceso de eutrofización que sufre a causa del mal tratamiento de las aguas residuales de la ciudad de Puno. Muchas de las estrategias planteadas hasta ahora no han dado resultados positivos en la reducción de la biomasa de *Lemna gibba*, debido a que estos planes están direccionados a la exterminación de este organismo. En lugar de ello se debe pensar en la forma más sostenible de hacer uso de la lenteja. El promedio de la biomasa de la lenteja de agua en la bahía interior fue de 6.94 kg/m², por lo que su manejo puede ser una alternativa para disminuir el proceso de eutrofización del lago.

Tenorio (2006), menciona que la adsorción con biomasa residual resulta ser una técnica novedosa; entre sus ventajas se destacan ser un proceso muy rápido, eficaz y menos costoso frente al tratamiento de grandes volúmenes de efluentes con bajas concentraciones de metales.

Moreno *et al.* (2006), evaluaron el carbón activado producido a partir de lodo generado en una planta de tratamiento de aguas servidas. El lodo utilizado proviene de un lodo activado tipo aireación extendida y la transformación fue realizada mediante un proceso de activación química con cloruro de zinc y pirolisis. Determinándose un rendimiento máximo en masa de carbón activado del 66% y un mínimo del 42% con relación al lodo seco.

Carcausto (2008), reporta para la ciudad de Puno, la determinación de activadores químicos y capacidad de adsorción de carbón activado obtenido a partir de

Lemna sp. “Lenteja de Agua” y *Shoenoplectus tatora* “Tatora” concluyendo que el mayor grado de absorción de azul de metileno lo obtuvo el Carbón Activo Comercial (197.999mg A.M/g de carbón) se guido del carbón de *Lemna sp.* “Lenteja de Agua” (127.42 A.M/g de carbón) y por ultimo *Shoenoplectus tatora* “Tatora” (112.57 A.M/g de carbón), siendo el porcentaje de adsorción 98.85%, 63.71% y 56.28% respectivamente.

Gutierrez (2010), según el estudio que realizo en la ciudad de Puno del carbón activado a partir de lenteja de agua (*Lemna sp.*), es una alternativa para tratar el tema de la contaminación, de las aguas de la bahía interior de Puno, el efecto positivo del carbón activado obtenido de *Lemna sp.* Quedo demostrado en los análisis fisicoquímicos y bacteriológicos de las muestras con tratamiento presentan una disminución significativa, siendo efectivo en 80% de los parámetros fisicoquímicos y en 100% de los parámetros bacteriológicos de las muestras de aguas obtenidas en las zonas de muestreo.

Guerra *et al.* (2008), dan a conocer que uno de los métodos más habituales para la desinfección de cloro en el agua es la aplicación del Carbón Activado (CA) que generalmente es enfocado a la retención de materia orgánica en el agua, sin embargo la decloración, constituye una excepción, porque el cloro no es un contaminante, sino un desinfectante que agrega el hombre.

Manual de Calidad Pepsi-Cola (1998), mencionan, uno de los extractos de “tips de limpieza” que aplican al agua utilizada en su industria de acuerdo a la “Conferencia de Tecnología de Membrana” de la asociación Americana de Trabajos que se realizó en 1993, es la purificación a base de carbón, cuyo procedimiento es remover el registro y

llenar el purificador con agua a aproximadamente cuatro pulgadas por arriba del nivel del carbón, lentamente introducir agua caliente o vapor hasta que la temperatura del tanque sea de 80 °C. Mantener esta temperatura por 30 minutos. Permitir que la unidad se enfríe, después retrolavar de la manera usual.

RC Cola (1996), indican que el test más simple para la presencia de cloro residual en agua es el test de color orto-tolidina o DPD. La solución orto-tolidina para el test en contacto con el cloro se tornara de un color amarillo-naranja a rojo, rojo a fucsia. Este color indicara la presencia de cloro. El test para la presencia de cloro libre en el agua, se hace agregando veinte (20) gotas de orto-tolidina a una muestra de agua de 10 cc, que no debe estar más fría que 68°F. Deje la muestra durante unos tres a cinco minutos. Cualquier formación de color amarillo indica que hay cloro presente.

Pepsi-Cola (1998), da a conocer que el carbón activado utilizado para la mayoría de los sistemas de tratamiento de agua puede eliminar cloro por un periodo extenso, sin embargo el carbón también se requiere para eliminar compuestos orgánicos que están en el agua. Una vez que se ha confirmado que el nivel de trihalometanos en el agua es mínimo, la vida del carbón puede extenderse de 2-3 años.

Varnam y Sutherland (1997), Toda agua utilizada debe ser potable y no tener ningún efecto adverso sobre las características o sobre la calidad del producto final, teniendo en cuenta que el cloro residual no debe superar 0.05 mg.L⁻¹ de cloro residual.

CAPÍTULO II

MARCO TEÓRICO Y CONCEPTUAL

2.1. CARBÓN ACTIVADO

2.1.1 Estructura y Propiedades

Desde el punto de vista estructural, el carbón activado se puede definir como un material carbonoso poroso preparado a partir de un precursor a base de carbón con gases, y en ocasiones con la adición de productos químicos, durante y después de la carbonización, para aumentar la porosidad. Este ordenamiento al azar de las capas y el entrecruzamiento entre ellas impiden el ordenamiento de la estructura para dar grafito. Es precisamente, esta característica del carbón activado la que contribuye a su porosidad más importante, la estructura porosa interna altamente desarrollada y al mismo tiempo accesible para los procesos de adsorción. La superficie del carbón es no polar por la cual este resulta a fin a los adsorbatos no polares como son las materias orgánicas. La adsorción es un fenómeno superficial en el cual el adsorbato es retenido sobre la superficie del carbón debido a las fuerzas de Vander Waal's (Reinoso, 2005).

2.1.2 Tipos de Poros dentro de una Partícula de Carbón

El Carbón activado tiene una gran variedad de tamaños de poro los cuales pueden clasificarse de acuerdo a su función, en poros de adsorción y poros de transporte. Los primeros consisten en espacio entre placas gráficas con una separación de entre una y cinco veces el diámetro de la molécula que va a retenerse. En estas dos placas de carbón están lo suficientemente cerca como para ejercer atracción sobre el adsorbato y retenerlo con mayor fuerza (Grosso, 1997).

Los poros mayores que los de adsorción son los de transporte, y tienen un rango muy amplio de tamaños, que van hasta el de las grietas que están en el límite detectable por la vista, y que corresponden a 0.1 mm. En esta clase de poro, solo una placa ejerce atracción sobre el adsorbato entonces lo hace con una fuerza menor, incluso insuficiente para retenerlo. Otra clasificación de los poros es la de la IUPAC, que se basa en el diámetro de los mismos, de acuerdo a lo siguiente:

- Microporos: menores a 2 nm.
- Mesoporos: entre 2 y 50 nm.
- Macroporos: mayores de 50 nm.

Los microporos tienen un tamaño adecuado para retener moléculas pequeñas, que aproximadamente corresponden a compuestos más volátiles que el agua, tales como olores, sabores y muchos solventes (Grosso, 1997).

Por tanto, la capacidad de un Carbón activado para retener una sustancia determinada, no solo está dada por su área superficial, sino por la proporción de poros cuyo tamaño es el adecuado: una a cinco veces el diámetro de la molécula de dicha sustancia (Sotelo *et al.* 2004).

2.1.3 Clases de Carbón Activado

2.1.3.1 Carbón Activado granular

Salas y Garrido (2007), definen al carbón activado granular como un tipo de carbón amorfo que se produce al calentar madera u otro material orgánico en ausencia de aire. Su estructura es microporosa y esta característica lo hace absorber moléculas orgánicas tanto gaseosas como las disueltas en los líquidos. En el caso de los procesos

de purificación de aguas sirve para eliminar las sustancias orgánicas disueltas que producen olor y color. El Carbón activado granular tiene un proceso físico químico posterior: lavado con vapor sobrecalentado para lixiviar los compuestos solubles. Solventes para eliminar las grasas. Lavados ácidos para disolver metales y otros elementos poco solubles como metales pesados, hierro, calcio, y otros. Y por último se calienta de nuevo sin presencia de oxígeno para eliminar los residuos volátiles de las sustancias de lavado que han quedado dentro de sus poros. Por lo general encontramos en el mercado diferentes marcas de Carbón activado granular, aunque todas son provenientes de los principales fabricantes de Carbón activado que lo venden mayoritariamente para la industria química y servicios de agua potable. Básicamente se consigue dos tipos de Carbón activado granular: los de lignito, que es sintético y producido de sustancias bituminosas, y los de coco, hechos a partir de madera de árbol de coco. La forma de los gránulos de Carbón activado granular debe de ser de tamaño tal que no se salga fácilmente del filtro. El tamaño apropiado es como mínimo de 4 mm de diámetro. Los hay con forma de tacos cilíndricos formados a partir de polvo de carbón que se moldea a presión y hay otros de forma irregular, pues son producto del proceso de triturado y cribado deseados para distintos fines (Grosso, 1997).

2.1.3.2 Carbón Activado Pulverizado

Rodríguez (2006), definen el carbón activado pulverizado por tener tamaños de gránulos comprendidos de 140 a 200 mallas ASTM, el tamaño no debe ser demasiado pequeño para no interferir en otras etapas del proceso, deben ser altamente porosos, relativamente blandos y deben poseer poros grandes. Los buenos carbones pulverizados son empleados como decolorantes debido a que estos carecen de estructura definida y en especial son usados en fase líquida.

2.1.4 Proceso de Activación del carbón

Clarimex (2000), indica que los procesos para la producción de carbones activados, existen básicamente, dos tipos: el conocido como la activación física (también llamada térmica) y la activación química.

2.1.4.1 Activación Física

FAO (1983), indica que la activación física del carbón vegetal generalmente se lleva a cabo en dos etapas:

- La carbonización del precursor, el material lignocelulósico es sometido a calentamiento en ausencia de aire a temperaturas inferiores a 600°C, en la que se eliminan productos volátiles para dar lugar a un esqueleto carbonoso con una estructura porosa rudimentaria
- Proceso de activación que consiste en el tratamiento con gases oxidantes. La gasificación controlada del carbonizado bajo una atmósfera oxidante tal como dióxido de carbono, vapor de agua u oxígeno. En esta etapa se elimina selectivamente los átomos más reactivos de la estructura carbonosa aumentada, por tanto, el volumen de poros y el área superficial específica. Ambos procesos se realizan habitualmente a temperaturas que oscilan entre 600 y 900 °C.

2.1.4.2 Activación Química

El segundo método, la activación química, consiste en poner el precursor carbonoso con un agente activador, tras lo cual se lleva a cabo un tratamiento térmico entre 400 y 800 °C bajo una atmósfera inerte para generar porosidad. Los agentes comúnmente utilizados son: cloruro de zinc ($ZnCl_2$), hidróxido de potasio (KOH), ácido fosfórico (H_3PO_4) y Sulfuro de potasio (Clarimex, 2000).

Es un método típico se mezclan varias partes de solución concentrada de Zinc con una parte del material carbonoso se calienta la mezcla en un horno rotatorio durante varias horas a una temperatura de 600 – 700°C en ausencia de aire y después se lava el producto para separar el compuesto del Zinc con el fin de utilizarlo de nuevo; otro método consiste en saturar la materia prima con ácido fosfórico concentrado y calentarlo durante varias horas a 500°C de temperatura (Clarimex, 2000).

En la tabla 01 se muestra el resumen del tipo de activación para cada materia prima.

TABLA 1. MÉTODO DE ACTIVACIÓN SEGÚN LA MATERIA PRIMA

Materia Prima	Tipo de Activación
• Carbón de leña	• Física
• Aserrín de madera	• Química
• Virutas de residuo de resina	• Química
• Cascara de cocos y nueces	• Física
• Semilla de frutas	• Química
• Cascara de arroz	• Química
• Bagazo de caña	• Química
• Carbón de turba	• Química
• Semicoque de turba	• Física
• Lignito	• Física y/o Química
• Hulla o antracita	• Física y/o Química
• Carbón bituminosos	• Física y/o Química
• Huesos y conchas	• Física
• xilenios	• Química

FUENTE: Clarimex, (2000), Rodriguez y Molina, (2004).

En ambos procesos, el área superficial específica del carbón activo obtenido depende de la pérdida de peso del material durante la etapa de activación, alcanzando, generalmente un valor máximo cuando se produce una pérdida de peso entre el 30 y el 70 % (Clarimex, 2000).

La activación física presenta como principales inconvenientes respecto a la activación química que se obtiene menores rendimientos y que, habitualmente se lleva a cabo a temperaturas más altas. Por el contrario, la activación química tiene como principal desventaja la necesidad de un proceso posterior al tratamiento térmico y la agresividad de agentes químicos empleados, lo que desde un punto de vista medio ambiental, limita su aplicación a gran escala (Gonzales *et al.*, 2013).

Una buena calidad de carbón activo para la venta debe contener muy por debajo de 1% de impureza soluble (Clarimex, 2000).

2.1.5 Propiedades Fisicoquímicas del carbón

Las propiedades fisicoquímicas con las que debe contar el Carbón Activado, según las normas nacionales son:

2.1.5.1 Capacidad de Adsorción

La capacidad de adsorción puede expresarse como el número de mililitros o miligramos de solución estándar de azul de metileno que puede ser declarada completamente, pero el grado de adsorción nunca es el mismo para todos, dependiendo de la naturaleza del carbón, materia prima, del proceso de fabricación, del pH y de la temperatura (Reinoso, 2003).

2.1.5.2 Densidad Aparente

Es definida como el peso (bajo condiciones específicas) de una unidad de volumen de carbón activado. La densidad aparente de los carbones activados, es una propiedad que debe considerarse en la selección del carbón, debido a que una densidad alta puede resultar ventajosa, debido a que existe un mayor número de gramos de carbón en menor espacio favoreciendo el almacenaje, así como también en filtración (Reinoso, 2003).

2.1.5.3 Contenido de Humedad

El contenido de humedad no afecta el poder adsorptivo, pero los carbones activados almacenados bajo condiciones de humedad pueden adsorber de 25 a 30% de humedad en un lapso de 3 a 6 meses. La humedad superficial se incrementa a medida que el tamaño de las partículas de carbón disminuye, se recomienda emplear carbones activados con un máximo del 8% de humedad (Hovanec, 1998)

2.1.5.4 Contenido de cenizas

Son el residuo que queda después de calcinar el carbón a 650°C, hasta llegar a peso constante, y se expresan en términos de porcentaje en base seca. La cantidad y composición de las mismas puede influir en la adsorción y en ciertas propiedades del carbón activado. Es posible disminuir su presencia en el carbón mediante lavados con ácido, lo que se hace en el caso de procesos que se ven afectados por ellas. Como ejemplo está el carbón activado granular que se utiliza en la recuperación de solventes del aire. Al tener un menor contenido de cenizas, aumenta su temperatura de ignición, disminuyendo el riesgo de que ésta suceda, debido a que las cenizas son óxidos de sodio, potasio y de otros metales, que actúan como chispa y provocan la ignición de la

cama de carbón saturado. En el caso de tratamiento de agua, la desventaja fundamental de las cenizas consiste simplemente en que mientras mayor es su porcentaje, menor es la cantidad de carbón realmente efectivo (Hovanec, 1998).

2.1.5.5 pH del Extracto Acuoso

Los solubles en agua pueden tener carácter ácido o básico. Por ejemplo, en el caso de un carbón que se activa con ácido fosfórico, el producto que sale del proceso de fabricación tiene fosfatos que al disolverse en agua se convierten en ácidos y por lo tanto disminuyen el pH. En otro ejemplo, un carbón activado de concha de coco, aunque se activa con vapor de agua y sin la intervención de reactivos químicos, contiene sodio y potasio en forma de óxidos, que provienen de la misma materia prima; al disolverse en agua, éstos forman hidróxidos que aumentan el pH de la misma (Bansal *et al.*, 1998).

Si el pH del extracto acuoso es igual al del agua que va a tratarse, no ocurre alteración en esta última. Cuando es diferente, solamente se modificará el pH de los primeros litros tratados; sin embargo en algunas aplicaciones es inaceptable esta variación. Para estos casos, algunos fabricantes ofrecen carbones con valores de pH similares al del líquido que va a tratarse. En su defecto, el usuario puede agregar un ácido o un álcali e inundar al carbón activado granular en agua hasta lograr el pH requerido, o bien, puede lavar el carbón hasta eliminar los solubles que modifican el pH; este último método puede llegar a requerir grandes volúmenes de agua (Reinoso, 2003).

2.1.5.6 Usos del carbón Activado

Sus aplicaciones en medio líquido abarca la decoloración de licores de azúcar, potabilización de aguas (eliminación de olor, color, sustancias químicas, bacterias, tratamientos de aguas residuales, decoloración de aguas para su uso en la fabricación de bebidas refrescantes, decoloración y mejora de bebidas alcohólicas (vinos, ron), purificación de grasas y aceites comestibles, purificación de proteínas, como medicamento en la desintoxicación de personas, purificación de plasma sanguíneo, separación de elementos metálicos (oro, plata), entre otras (Solum, 1995). Por su parte en medio gaseoso encuentra sus aplicaciones en el almacenamiento y separación de gases, en máscaras antigás, protección antirradiactiva en plantas nucleares, desodorizante de productos alimenticios, además hoy tiene amplias perspectivas de aplicación como soporte catalítico y como catalizador (Solum, 1995).

Entre otras aplicaciones, de forma general, se pueden mencionar su utilización en filtros de cigarrillos y plantillas de calzados, entre otros.

En general, el carbón pulverizado se aplica en medio líquido mientras el granulado puede ser aplicado en ambos medios (Reinoso, 2005).

En la siguiente tabla 02, se muestra las aplicaciones de carbono en el tratamiento de agua.

TABLA 02. PRINCIPALES APLICACIONES DEL CARBÓN ACTIVADO EN TRATAMIENTO DE AGUA DE ACUERDO CON SU ORIGEN

ORIGEN DEL CARBON ACTIVADO	PRINCIPAL APLICACIÓN EN TRATAMIENTO DE AGUA.	OBSERVACIONES
Vegetal (madera de pino)	<ul style="list-style-type: none"> • Agua residual con colores intensos y cantidades sustanciales de grasa y aceites. • Potabilización de agua superficial con alto contenido de materia orgánica natural. (Reinoso, 2005). 	<p>Se requiere un carbón activado macro poroso, ya que los contaminantes mencionados tienen un tamaño molecular relativamente grande. Como este carbón activado es poco duro, normalmente se aplica como polvo.</p>
Mineral lignítico	<ul style="list-style-type: none"> • Agua residual cuyos contaminantes sean de procedencia municipal. (Rodríguez y Molina, 2004). 	<p>Este carbón activado tiene poros de diversos tamaños, por lo que es el adecuado cuando los contaminantes sean de grandes tamaños moleculares. La dureza de este carbón es relativamente baja.</p>
Mineral bituminoso	<ul style="list-style-type: none"> • Agua residual • Agua potable • Eliminación de cloro del agua • Retención de contaminantes orgánicos en productos líquidos (Carbotecnia, 2016) 	<p>La mayoría de los poros de este carbón activado están en el rango bajo de la meso porosidad. Es menos duro que el de concha de coco, pero más adecuado cuando hay una alta proporción de contaminantes no volátiles.</p>
Concha de coco	<ul style="list-style-type: none"> • Potabilización de agua de pozo. • Eliminación de olor, sabor y compuestos volátiles en agua superficial. • Agua residual contaminada con solventes volátiles. • Decloración. (Grosso, 1997) 	<p>Es el carbón con más proporción de micro poros, por lo tanto es el más adecuado para retener moléculas pequeñas. Es el carbón utilizado cuando solamente se requiere declorar, ya que es el más duro y resistente a la abrasión.</p>

2.1.6 Factores que Influyen en la Adsorción de Compuestos Presentes en el Agua

A continuación se detallan los factores que influyen en la adsorción de compuestos presentes en el agua por el carbón activado según el Manual del Carbón Activo (2010).

- El tipo de compuesto que desee ser eliminado. los compuestos con elevado peso molecular y baja solubilidad se absorben más fácilmente
- La concentración del compuesto que desea ser eliminado. Cuanto más alto sea la concentración, más carbón se necesitará.
- Presencia de otros compuestos orgánicos que competirán con otros compuestos por los lugares de adsorción disponibles.
- El pH del agua. Por ejemplo, los compuestos ácidos se eliminan más fácilmente a pH bajos.

Según esto podemos clasificar algunos compuestos según su probabilidad de ser eficazmente adsorbidos por el carbón activo en el agua (tabla 03):

TABLA 03. COMPUESTOS CON MUY ALTA PROBABILIDAD DE SER ELIMINADOS POR EL CARBÓN ACTIVO

Alacloro	Desetilatraccina	Malation
Aldrin	Demeton-O	MCPA
Antraceno	Di-n-butiltalato	Mecoprop
Antraccina	1,2-Diclorobenceno	Metazaclor
Azinfos-etil	1,3-Diclorobenceno	2-Metilbencenammina
Bentazona	1,4-Diclorobenceno	Metilnaftaleno
Bifenil	2,4-Diclorocresol	2-Metilbutano
2,2-bipiridina	2,5-Diclorofenol	Monuron
Bis(2-etilexil)Ftalato	3,6-Diclorofenol	Naftaleno
Bromacil	2,4-Diclorofenoxi	Nitrobenceno
Bromodiclorometano	Dieldrin	m-Nitrofenol
p-Bromofenol	Dietiltalato	o-Nitrofenol
Butilbenceno	2,4-Dinitrocresol Endosulfan	p-Nitrofenol
Hipoclorito de calcio	Diuron	Ozono
Carbofurano	2,6-Dinitrotolueno	Paration
Cloro	2,4-Dinitrotolueno	Propacina
Dióxido de cloro	Endrin	Pentaclorofenol
Clorobenceno	Etilbenceno	Simacina
4-Cloro-2-nitrotolueno	Linuron	Terbutrin
2-Clorofenol	Hezaclorobutadieno	Tetracloroetileno
Clorotolueno	Hexano	Triclopir
Criseno	Isodrin	1,3,5-Trimetilbenceno
m-Cresol	Isooctano	m-Xileno
Cinacina	Isoproturon	o-Xileno
Diclohexano	Lindano	p-Xileno
DDT	Hezaclorobenceno	2,4-Xilenol
Deisopropiltatraccina		

FUENTE: (Manual de Carbon Activo, 2010).

2.1.7 Remoción del Cloro con Carbón Activado

La remoción del cloro o deoloración mediante adsorción sobre carbón activado proporciona una completa eliminación tanto del cloro residual libre como del combinado. El carbón activado granular se utiliza en filtros de gravedad o a presión. Si

el carbón se va a emplear, exclusivamente, para la decoloración, este proceso debe ir precedido de otro a base de carbón activado para la eliminación de otros constituyentes susceptibles de ser eliminados (Rodríguez, 2003).

En plantas de tratamiento que emplean el carbón activado para la eliminación de la materia orgánica, se pueden emplear para la decoloración tanto los mismos lechos como otros diferentes, siendo factible la regeneración del carbón. Es de esperar que la principal aplicación del carbón activado en la decoloración se dé en situaciones en las que también sean necesarios altos niveles de eliminación de materia orgánica (Guerra *et al.*, 2008).

Otros compuestos que también se han venido empleando son el sulfito de sodio (Na_2SO_3) y el metabisulfito de sodio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$).

La decoloración consiste en un mecanismo complicado que puede seguir distintos caminos de reacción en los que el carbón activado puede intervenir como reactivo o como catalizador (Rodríguez, 2003).

El cloro libre puede adicionarse al agua en forma de cloro líquido, solución de hipoclorito de sodio, o tabletas de hipoclorito de calcio. En cualquiera de estos casos, el resultado es el mismo, quedando el cloro disuelto en forma de ácido hipocloroso (HOCl), un ácido débil que tiende a disociarse parcialmente, como se indica en la reacción (1) (Quinteros, 2003).



La distribución entre ácido hipocloroso e ion hipoclorito depende del pH y de la concentración de estas especies. A ambas formas moleculares se las define como cloro libre. Las dos son fuentes oxidantes que al ser adicionados al agua empiezan por reaccionar de manera casi inmediata con impurezas orgánicas o inorgánicas y susceptibles de oxidarse. El cloro que reacciona en esta etapa deja de ser libre y pasa a ser combinado. El cloro libre restante requiere de algún tiempo, que puede ir de unos cuantos segundos a varias horas, según su concentración, para ejercer un efecto biocida en los microorganismos. Se cree que la toxicidad del cloro libre radica en la reacción de este con el sistema enzimático de las células atacando la pared celular (Quinteros, 2003).

Una vez terminada la etapa de desinfección, es necesario eliminar el cloro libre residual, no solo porque es tóxico para el ser humano, sino porque imparte un mal olor y sabor al agua, interfiere con procesos industriales, daña a la mayoría de las resinas de intercambio iónico utilizadas en los suavizadores y en los desmineralizadores y afecta a la membrana de ósmosis inversa (García, 2003).

2.2. LENTEJA DE AGUA Y SU PROLIFERACIÓN

2.1.1 Característica de la lenteja de Agua (*Lemna sp.*)

Las lentejas de agua (Lemnaceas), plantas acuáticas (Macrófitas), son unas rosetas de hojas aéreas y flotantes en la superficie, un tallo muy condensado en donde se aprecia la ausencia de separación entre tallos, hojas y raíces. La mayoría de estas

especies de roseta flotan libremente durante toda su vida, existiendo una fuerte tendencia a la reducción estructural de la roseta (Ennabili *et al.*, 1998).

Es una planta acuática flotante o anfítica, cuya posición sistemática es la siguiente:

Reino: Vegetal

División: Fanerógamas

Subdivisión: Angiosperma

Clase: Monocotiledóneas

Orden: Espatíloras

Familia: Lemnaceae

Género: Lemna

Especie: *Lemna sp.*

Nombre Común: “Lenteja de agua”

2.1.2 Aspectos Ecológicos

Las lentejas de agua se encuentran restringidas a hábitats resguardados o bordeando los ríos de flujo lento, en las zonas bien abrigadas y particularmente en la bahía interior de Puno. Se encuentran también donde los totorales son muy densos. En las condiciones ideales de protección, ellos pueden constituir un lecho plurilaminar de 0.5 a 1 cm. De espesor, más generalmente las especies se disponen en un solo espesor y son a veces mezclados y otros separados (Ennabili *et al.*, 1998).

La totalidad de nutrientes que absorben estas plantas provienen del Lago, la mayoría de estas macrófitas se encuentran en aguas ricas en sales disueltas, aguas servidas, con alto contenido de nutrientes, mediante recientes investigaciones se le

considero como un indicador de la contaminación y/o eutrofización de aguas (Miranda *et al.*, 1989).

2.1.3 Proliferación de Lenteja de Agua en la Bahía interior

En la bahía interior de Puno existen grandes cantidades de *Lemna sp.* (Lenteja de Agua) cuya existencia es más abundante en esta zona del lago Titicaca. Su abundancia causa un proceso de fertilización interna, conduciendo a un problema de eutrofización, por su elevado volumen y característica, puesto que es fijadora de nutrientes y al cumplir su ciclo biológico se degrada, dando lugar al retorno de materias orgánicas a las aguas de la bahía (Miranda *et al.*, 1986).

2.3. ISOTERMAS DE ADSORCIÓN

Existen varios tipos de isothermas (de la adsorción de la solución) pero los que se encuentran principalmente en materiales de carbono son las siguientes:

2.3.1 Ecuación de Freundlich

Geankoplis (1998), indica que existe una ecuación empírica denominada ecuación de Freundlich que ha demostrado ser útil para predecir el comportamiento del carbón activado en la mayoría de las aplicaciones en fase líquida.

Se tiene la siguiente ecuación de Freundlich

$$Q_e = KC_e^n \quad \text{Ecuación N° 1}$$

Q_e = Cantidad de impureza adsorbida / Dosis de carbón

C = Concentración residual de la impureza

$K.n$ = Constantes (factores que afectan la capacidad de adsorción e intensidad de adsorción)

La ecuación linealizada de Freundlich se expresa en su forma logarítmica.

$$\log(Q_e) = \log(K) + n \log(C) \quad \text{Ecuación N}^\circ 2$$

Los valores de K y “ n ” pueden ser obtenidos del intercepto y la pendiente que resultan de graficar $\log(q)$ versus $\log(c)$.

2.3.2 Ecuación de Langmuir

El modelo de Langmuir, es válido para la adsorción sobre una superficie con un número finito de sitios idénticos, los cuales se consideran que están homogéneamente distribuidos sobre la superficie del adsorbente (Hamdaoui y Naffrechoux, 2007).

Se expresa de la siguiente manera:

$$Q_e = \frac{qC_e}{K+C_e} \quad \text{Ecuación N}^\circ 3$$

Dónde:

q y K = parámetros de Langmuir relacionados a la máxima capacidad de adsorción y la energía de enlace de la adsorción, respectivamente.

Q_e = concentración del soluto retenido en el adsorbente en equilibrio (mg g^{-1})

C_e = concentración de soluto en la solución en el equilibrio (mg L^{-1})

La ecuación precedente puede ser linealizada como se muestra a continuación:

$$\frac{C_e}{q_e} = \left(\frac{1}{q_m}\right) C_e + \frac{1}{bq_m} \quad \text{Ecuación N}^\circ 4$$

Donde b y q_m son calculados al graficar $\left(\frac{C_e}{q_e}\right)$ versus C_e .

CAPÍTULO III

OBJETIVOS

3.1 OBJETVO GENERAL

- Evaluar el nivel de adsorción de cloro residual en agua para industria de bebidas, utilizando carbón activado de lenteja de agua (*Lemna sp*).

3.2 OBJETVOS ESPECÍFICOS

- Evaluar las propiedades fisicoquímicas del carbón activado procesado por el método químico a partir de lenteja de agua (*Lemna sp.*).
- Determinar la capacidad de adsorción del cloro residual del agua utilizando carbón activado de lenteja de agua (*Lemna sp.*) según al tamaño de partícula.

CAPÍTULO IV

MATERIALES Y MÉTODOS

4.1 LOCALIZACIÓN DEL EXPERIMENTO

La investigación se realizó en el Laboratorio de Evaluación Nutricional, de la Escuela Profesional de Ingeniería Agroindustrial de la Universidad Nacional del Altiplano – Puno.

4.2 EVALUACIÓN DE LAS PROPIEDADES FÍSICOQUÍMICAS DEL CARBÓN ACTIVADO OBTENIDO POR EL MÉTODO QUÍMICO A PARTIR DE LENTEJA DE AGUA (*Lemna sp.*)

4.2.1 Material Experimental

Para el análisis de las propiedades fisicoquímicas del carbón activado, se utilizó como materia prima lenteja de agua (*Lemna sp.*), procedente de la bahía interior del lago Titicaca de la ciudad de Puno.

a) Materiales de Laboratorio

- Vasos de Precipitado
- Matraces Erlenmeyer de 250 ml
- Pipetas de 10, 5 y 1 ml
- Embudos
- Capsulas
- Crisoles con tapa
- Mortero
- Papel filtro

- Pinzas
- Espátula
- Tubos de Ensayo

b) Reactivos

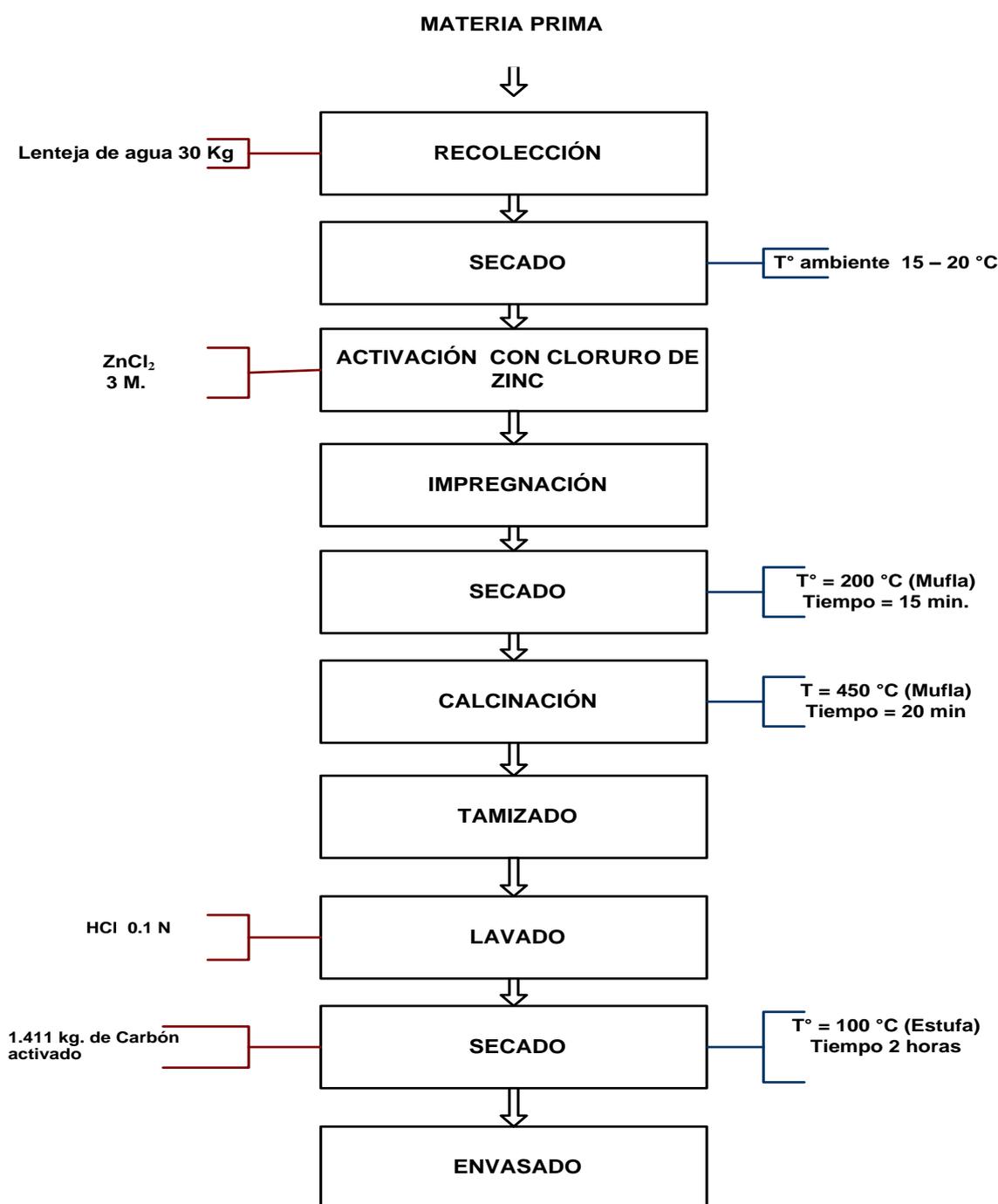
- Cloruro de zinc (3M)
- Ácido clorhídrico 0.1 N
- Agua destilada (20 L)

c) Equipos

- Mufla (Labpor Modelo 2000366)
- Estufa(MEMMERT Universal, 30 – 120 °C, modelo TV-40)
- Desecador (Mariano Bass T° máx. 125 °C)
- Molino
- pH metro (pH Metro Thermo Orion Star A1116)
- Balanza analítica de alta precisión (Sartorius de 1kg.)
- Tamizador (mallas de 70 μm , 160 μm y 315 μm)

4.2.2 Obtención del carbón activado

La secuencia de trabajo para la obtención del carbón activado se muestra en el diagrama de flujo (figura 01).



Fuente: Chávez, (2004)

FIGURA 01. DIAGRAMA DE FLUJO PARA LA ELABORACIÓN DEL CARBÓN ACTIVADO DE LENTEJA DE AGUA

A. Recolección de la materia prima

Se recolectó la materia prima de la zona del interior del lago y Costanera (malecón Eco turístico). La muestra recogida tubo un peso de 30 Kg. La recolección se hizo en dos días y en horas de la mañana.

B. Secado

La materia prima recolectada se secó extendiéndola sobre papel periódico y bajo techo a temperatura ambiente durante 7 días, cada día la lenteja se removió para que el proceso de secado sea uniforme.

C. Activación con Cloruro de Zinc

La materia prima con un peso aproximado de 400 gr se colocan en una vaso precipitado con un volumen de 0.5 ml de agua destilada y se impregna con Cloruro de Zinc 3M, luego se mezcló o agitó con una varilla, hasta lograr que la mezcla quede húmeda, finalmente es almacenado por un lapso de tiempo de 18 horas.

D. Secado

Una vez cumplida las 18 horas de impregnación con Cloruro de Zinc las muestras pasaron a ser secadas en una mufla (Horno eléctrico) a temperatura de 200 °C por un lapso de 15 minutos.

E. Carbonización – Activación

Una vez cumplido los 15 minutos de secado, la temperatura de la mufla se elevó a 450°C, durante un tiempo de 20 minutos dejar enfriar las muestras.

F. Molienda

La molienda se efectuó con ayuda de un mortero de porcelana manual. Con la finalidad de obtener partículas de diferente tamaño.

G. Tamizado

Esta operación se realizó con la finalidad de obtener muestras de partículas de diferente tamaño, se llevó a cabo en un sistema vibratorio para obtener granulometrías de tamaños 0.070 mm, 0.16 mm y 0.315 mm.

H. Lavado

El lavado de la muestra se realizó con la finalidad de eliminar exceso de iones Cl^- . Zn^{+3} existente, primero se lavara con una solución de ácido clorhídrico 0,1 N y finalmente se enjuagara con agua destilada para regular el pH del carbón obtenido. Dicha operación se realizó colocando el carbón activado en papel filtro encima de un embudo de filtración.

I. Secado

El carbón que quedara en el papel filtro luego de ser lavado se llevara a secar, se le coloca en una mufla a una temperatura de 100°C por un lapso de tiempo de 2 horas al final del mismo se retira y coloca en el desecador hasta que enfrié.

J. Envasado

Una vez frías las muestras se envasaron en bolsas de polipropileno, para evitar su contaminación.

K. Almacenamiento

Las bolsas que contienen el carbón activado se almacenaron en un área ventilada y seca, para su posterior análisis.

4.2.3 Métodos de Análisis

El análisis fisicoquímico se realizó a la muestra obtenida.

4.2.3.1 Determinación de Contenido de humedad

El contenido de la humedad del carbón activado de la lenteja de agua se ha determinado siguiendo la norma ASTM. D-2867 (2004), para lo cual se colocaron 20g de muestra en una capsula de porcelana, llevándose luego a la estufa por un espacio de 3 horas a una temperatura de 105 °C se esperó hasta que el peso de la muestra sea constante; para efectos de cálculo se reemplazó los datos obtenidos en la siguiente relación.

$$\% H = [W_h - W_s / W_h] * 100 \quad (\text{Ecuación N}^\circ 5)$$

Dónde:

% H = Porcentaje de Humedad

W_h = Peso de la Muestra Húmeda

W_s = Peso de la Muestra Seca

4.2.3.2 Determinación de Cenizas Totales

El porcentaje de cenizas se determinado siguiendo la norma ASTM. D-2866 (1999), para lo cual se coloca 2g de muestra seca en un crisol previamente pesado y tapado con papel aluminio, luego se colocó el crisol en una mufla a 600°C de

temperatura por un tiempo de 6 horas; para efectos de cálculo se reemplazó los datos en la siguiente relación:

$$\%Cz = [Wf - Wc/Wm] * 100 \quad (\text{Ecuación N}^\circ 6)$$

Dónde:

%Cz = Porcentaje de Cenizas

Wf = Peso final del crisol con Cenizas

Wc = Peso del crisol vacío

Wm = Peso de la muestra en gramos

4.2.3.3 Determinación de la Materia Volátil

La cantidad de materia volátil se determinó la siguiente norma ASTM. D-5832 (2003), para lo cual se procedió de la siguiente manera:

1. Pesar 1g de muestra previamente secado.
2. Colocar la muestra en un crisol con tapa.
3. El crisol tapado se pone encima de la parrilla triangular de arcilla refractaria de 30cm. de altura.
4. A 10 cm. debajo del crisol se coloca el mechero Bunsen, se enciende se le deja hasta que deje de eliminar humo o materia volátil.
5. Se retira a un desecador hasta que enfrié, luego se pesa, por diferencia de pesos se determina la materia volátil.

4.2.3.4 Determinación del Carbono Fijo

El porcentaje de carbono fijo se determinó con la siguiente norma ASTM. D-3172 (2002), por diferencia de 100 menos la suma de los porcentajes de cenizas y material volátil, cuya relación es:

$$\%Cf = 100 - (\%Cz + \%Mv)$$

(Ecuación N° 7)

Dónde:

%Cf = Porcentaje de Carbono Fijo

%Cz = Porcentaje de Cenizas

%Mv = Porcentaje de Material Volátil

4.2.3.5 Determinación de la Densidad Aparente

La densidad aparente se determinó con la siguiente norma ASTM. D-2854 (2000), para lo cual se llenó una probeta de 50 cm³ de carbón activado, se sacudirá lentamente hasta obtener un volumen constante, finalmente se pesa para la determinación de la densidad.

4.2.3.6 Determinación del Potencial de Hidrogeno

Para la determinación del pH según a la norma ASTM. D-3838 (1999), lo primero que se debe hacer es chequear el potenciómetro antes de usarlo, ajustar el pH de su buffer, enjuagar el electrodo. Secarlo un poco con papel suave, luego diluir el carbón en 10ml de agua destilada y medir inmediatamente el pH de la muestra.

4.3 DETERMINACIÓN DE LA CAPACIDAD DE ADSORCIÓN DEL CLORO RESIDUAL DEL AGUA UTILIZANDO CARBÓN ACTIVADO DE LENTEJA DE AGUA (*Lemna sp.*)

Para la determinación de la capacidad de adsorción del cloro residual se utilizó el carbón obtenido de la lenteja de agua.

4.3.1 Material Experimental

a) Materiales de Laboratorio

- Vasos de Precipitado
- Fiolas de 1000, 100 y 50 ml
- Probetas de 100 y 50 ml
- Matraces Erlenmeyer de 250 ml
- Pipetas de 20, 5 y 1 ml
- Embudos
- Papel filtro
- Tubos de Ensayo

b) Reactivos

- Orto-tolidina (10 ml)
- Sulfato cúprico CuSO_4 (4.5 g)
- Dicromato de potasio $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (0.75 g)
- Agua destilada (20 L)
- Cloro 4 % (1000 ml)

c) Equipos

- Espectrofotómetro (Kert Lab modelo 260)
- pH metro (pH Metro Thermo Orion Star A1116)
- Balanza analítica de precisión (Sartorius de cuatromilésimas de dígitos.)

4.3.2 Método Espectrofotométrico para la Determinación del Cloro Residual

Este método valora las formas libres y combinadas de cloro disponible, mediante el uso del espectrofotómetro y con ayuda del reactivo ortotolidina. El método es aplicable a una concentración de cloro menor a los 10 mg.L⁻¹, con una curva de calibración bastante próxima a una recta, cuya ecuación se podrá utilizar para determinar la concentración de cloro residual.

4.3.3 Proceso de adsorción

El proceso de adsorción en este estudio tiene lugar entre un fase solida (carbón activado de lenteja de agua) y una fase liquida (agua) que contiene concentraciones de cloro que se removerán. Para el proceso de adsorción del cloro residual del agua se realizó en un sistema batch.

4.3.4 Elaboración de la Curva de Calibrado para la Adsorción de Cloro Residual

Se utilizaron los siguientes reactivos y equipos en laboratorio.

- Solución de sulfato cúprico para los testigos permanentes. Disolver 1.5 g de sulfato cúprico, CuSO_4 en 100 ml de agua destilada acidulada con 1 ml de ácido sulfúrico concentrado en una probeta de 500 ml.
- Solución de dicromato potásico para los testigos permanentes. Disolver 0.25 g de dicromato de potasio, $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, en agua destilada acidulada con 1 ml de ácido sulfúrico concentrado. Se transfiere a un balón aforado de 1 litro y se enrasa con agua destilada.
- En una serie de probetas de volumen de 100 ml enumeradas del 0 al 8 se introdujeron los testigos permanentes, dando a conocer las soluciones en la Tabla

04 según Rojas (1988), completando en cada caso a 100 ml con agua destilada y mezclando bien el contenido de cada uno.

TABLA 04. ELABORACIÓN DE LA CURVA DE CALIBRACIÓN PARA LA MEDICIÓN DEL CLORO RESIDUAL

TUBO N°	SOL: CuSO₄ ml	SOL. K₂Cr₂O₇ ml	EQUIVALENCIA mg.L⁻¹ de cloro	ADSORBANCIA
0	0.0	0.0	0.0	0.0
1	0.4	5.5	0.05	0.001
2	1.8	10.0	0.10	0.009
3	1.9	20.0	0.20	0.052
4	1.9	30.0	0.30	0.087
5	2.0	38.0	0.40	0.113
6	2.0	45.0	0.50	0.143
7	2.0	58.0	0.70	0.195
8	2.0	72.0	1.00	0.255

FUENTE: Elaboración Propia, (2017).

Se utilizó un espectrofotómetro para determinar cloro residual en soluciones acuosas a una longitud de onda de 440 nm, se midió la absorbancia de cada uno de los patrones preparados anteriormente, usando como blanco agua destilada.

En la figura 02, se muestra la curva de calibración para medición de cloro residual, ajustada a un modelo de regresión lineal simple:

$$y = 0.2726x - 0.0035$$

Dónde:

y= absorbancia.

x= concentración residual de cloro.

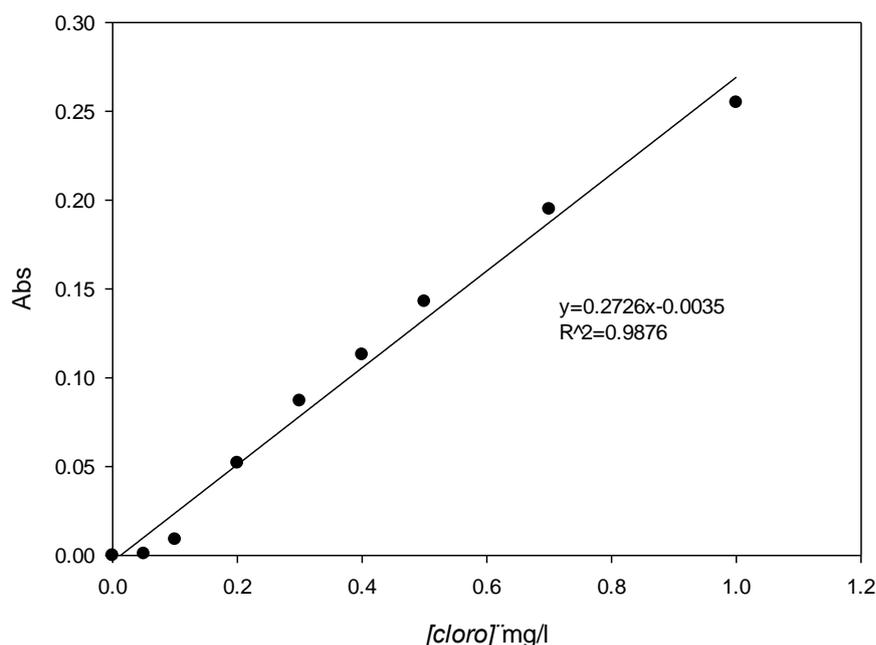


FIGURA 02 CURVA DE CALIBRACIÓN PARA LA MEDICIÓN CLORO RESIDUAL

4.3.5 Desarrollo del Proceso de Adsorción

1. Se utilizó carbón activado de 0.01 g, 0.02 g, 0.03 g, 0.04 g, y 1.0 g, para cada tamaño de partícula de carbón activado de 0.070 mm, 0.160 mm y 0.315 mm, en 100 ml de solución acuosa con concentración de cloro de $11,760 \text{ mg.L}^{-1}$.
2. Se preparó la concentración de cloro en matraces aforados de 100 ml, con los respectivos pesos de carbón y tamaño de partícula, se agito esporádicamente durante diez minutos para que el carbón adsorba el cloro de la solución acuosa.
3. Se filtró la solución en papel filtro para que impida el paso del carbón
4. Se tomó una solución de 100 ml de muestra y a está se colocaron 0.5 ml del reactivo de ortotolidina en cada tubo de ensayo con la muestra obtenida.
5. Dejar los tubos en reposo durante 5 minutos.
6. Calibrar el espectrofotómetro a 440 nm de longitud de onda. Usando agua desionizada como blanco.

7. Leer la absorbancia.
8. Repetir la operación para cada una de las muestras.

4.3.6 Ajuste a un modelo de Equilibrio

Para la ecuación de equilibrio se utilizó el modelo de Freundlich y Langmuir ya que presentaron mejor ajuste para la curva de adsorción.

4.4 DISEÑO EXPERIMENTAL

4.4.1 Diseño y Planteamiento Experimental.

Para el presente trabajo de investigación se utilizó el Diseño factorial (3x5x3) de 3 tamaños de partícula y 5 pesos de carbón activado, con 3 repeticiones por tratamiento haciendo un total de 45 unidades experimentales para la remoción del cloro residual; donde se seleccionaron las mejores condiciones, teniendo en cuenta los resultados más favorables respecto a la capacidad de adsorción observada tal como se muestra en el formato tabla 05.

TABLA 05. TRATAMIENTOS PARA LA REMOCIÓN DEL CLORO RESIDUAL CON CARBÓN ACTIVADO

FACTORES EN ESTUDIO		TRATAMIENTOS	REPETICIONES		
Peso del Carbón Activado	Tamaño de partícula		R1	R2	R3
A1 = 0.01 g	B1= 0.070 mm	A1B1			
	B2= 0.016 mm	A1B2			
	B3=0.315 mm	A1B3			
A2 = 0.02 g	B1= 0.070 mm	A2B1			
	B2= 0.016 mm	A2B2			
	B3=0.315 mm	A2B3			
A3 = 0.03 g	B1= 0.070 mm	A3B1			
	B2= 0.016 mm	A3B2			
	B3=0.315 mm	A3B3			
A4 = 0.04 g	B1= 0.070 mm	A4B1			
	B2= 0.016 mm	A4B2			
	B3=0.315 mm	A4B3			
A5 = 0.1	B1= 0.070 mm	A5B1			
	B2= 0.016 mm	A5B2			
	B3=0.315 mm	A5B3			

Fuente: Elaboración Propia, (2017).

4.4.2 Modelo Matemático

Según Ibáñez, (2009) el modelo estadístico lineal para un experimento factorial bajo el diseño completo al azar es de la siguiente manera:

$$Y_{ijkl} = u + A_i + B_j + (AB)_{ik} + E_{ijkl}$$

Dónde:

Y_{ijkl} = Variable Media a (j)ésima y (i)ésima repetición.

u = Media general o media de la población.

A_i = Efecto del (i)ésimo peso del carbón activado $i = 0.01 \text{ g}, 0.02 \text{ g}, 0.03 \text{ g}, 0.04 \text{ g}, 0.1 \text{ g}$.

B_j = Efecto de (k)ésimo tamaño de partícula $k = 0.070 \text{ mm}, 0.160 \text{ mm}, 0.315 \text{ mm}$.

$(AB)_{ik}$ = Efecto de la interacción del (i)ésimo peso del carbón activado con la (j)ésimo tamaño de partícula.

E_{ijkl} = es el error asociado con la unidad experimental sujeta a la (ijk)ésimo combinación del tratamiento.

CAPÍTULO V

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

5.1 EVALUACIÓN DE LAS PROPIEDADES FISICOQUÍMICAS DEL CARBÓN ACTIVADO PROCESADO POR EL MÉTODO QUÍMICO A PARTIR DE LENTEJA DE AGUA (*Lemna sp.*)

En la tabla 06 se muestra los resultados de las propiedades fisicoquímicas del Carbón activado obtenido a partir de lenteja de agua (*Lemna sp.*).

TABLA 06 RESULTADOS OBTENIDOS DE LAS PROPIEDADES FISICOQUÍMICAS DEL CARBÓN ACTIVADO DE LENTEJA DE AGUA (*Lemna Sp.*) PROCESADO POR EL MÉTODO QUÍMICO

Propiedades Fisicoquímicas del Carbón Activado de lenteja de agua (<i>Lemna sp.</i>)	Resultados Obtenidos	Rango de valores de un Carbón Activado de coco	Norma que se Aplica
Humedad (%)	5.74	2 – 15	ASTM D - 2867
Contenido de Cenizas (%)	8.98	3 – 15	ASTM D - 2866
Materia Volátil (%)	10.10	10 – 20	ASTM D - 5832
Carbono Fijo (%)	81.02	60 – 95	ASTM D - 3172
Densidad Aparente (g/cm ³)	0.46	0.26 -0.65	ASTM D - 2854
pH	8.7	2 – 11	ASTM D - 3838

Fuente: Elaboración propia (2017).

El contenido promedio de humedad del carbón activado es de 5.745 este valor está dentro de los parámetros establecidos, en partículas de tamaño de 0.07 mm según Ayestas (2006), absorben mayor cantidad de agua del medio debido a su mayor superficie, por lo que se recomienda el almacenaje en un lugar seco y cerrado.

El contenido promedio de cenizas para el carbón activado de lenteja de agua es de 8.98%, ITINTEC (1982) recomienda que el contenido de cenizas en carbón activado pulverulento debe ser como máximo del 13%, este parámetro nos indica en contenido de impurezas en el carbón activado.

La materia volátil presente en el carbón activado de lenteja de agua es de 9.10% se encuentra dentro del rango establecido, este valor depende de la temperatura de activación, para el carbón activado de lenteja de agua es de 450 °C a esta temperatura los compuestos difícilmente volátiles tienen tendencia a formar carbono fijo y desprender hidrogeno.

El contenido promedio de carbono fijo fue 81.02% tal como se muestra en la tabla 02 este valor se encuentra dentro del rango establecido ya que puede variar desde el 60 al 95%, Ayestas (2006), reporta que el contenido de carbono fijo en aguano obtuvo un valor de 90.04% siendo este valor, mayor al carbón obtenido de lenteja de agua.

La densidad aparente promedio para el carbón activado de lenteja de agua es de 0.46 g.cm⁻³, se establece que la densidad aparente está comprendido entre 0.26 a 0.65 g.cm⁻³ por la norma ASTM D – 2854, de manera que el carbón obtenido está dentro del rango establecido, Ayestas (2006) indica que la adsorción de un carbón activado es mucho mayor cuando la densidad aparente es menor.

El pH obtenido para el carbón activado es de 8.7 este valor se encuentra dentro del parámetro establecido en la tabla 06. Rodríguez (2013), indica que a un pH mayor o igual a 6.0 incrementa la capacidad de adsorción por lo que establece que el pH es un parámetro sensible, a la vez se debe tener en cuenta que el pH es una variable manejable

ya que Hamdaoui y Naffrechoux (2007), indica que el pH es establecido según a cada fabricante que ofrece carbón con valores de pH similar al líquido que va tratarse.

5.2 EVALUACIÓN DE LA CAPACIDAD DE ADSORCIÓN DEL CLORO RESIDUAL DEL AGUA UTILIZANDO CARBÓN ACTIVADO DE LENTEJA DE AGUA (*Lemna sp.*) SEGÚN AL TAMAÑO DE PARTÍCULA

Para el efecto de la cantidad y tamaño de partícula de carbón activado de *Lemna sp.* “lenteja de agua” en la remoción de cloro residual, se estudió 5 tratamientos de peso (0.01 g, 0.02 g, 0.03 g y 0.1 g) y 3 tratamientos de tamaño de partícula (0.07 mm, 0.16 mm y 0.315 mm). En la Tabla 07, se observa un aumento gradual del porcentaje de remoción del cloro residual con el incremento de la cantidad de carbón, debido a que se proporciona mayor área de superficie del adsorbente y disponibilidad de más sitios de adsorción (Bansal *et al.* 1998). Así mismo a medida que el tamaño de partícula disminuye se logra mejor capacidad de adsorción, esto se debe al incremento del área superficial del carbón activado, el área superficial está relacionada directamente con la capacidad de adsorción del carbón activado (Pasmíño 2007). Adicionalmente, se sabe que al disminuir el tamaño de partícula de una masa fija de carbón su área superficial aumenta y como consecuencia, su capacidad de adsorción.

La cantidad y tamaño de partícula óptima de carbón activado fue de 0,1g y 0.07 mm, para la remoción de cloro residual a partir de una solución de 11.760 mg.L⁻¹, según Hamdaoui y Naffrechoux (2007) indica que mientras menor es el tamaño de partícula, mayor es la velocidad de decloración por lo que a un tamaño de partícula de 0.07 mm la remoción del cloro residual fue de 98.95%, removiendo así aproximadamente 11.6368 mg.L⁻¹ de cloro residual, con un peso de 0.1g de carbón activado, por lo tanto

a medida que el peso aumenta la concentración de cloro residual disminuye. El alto porcentaje de remoción obtenido, muestra la excelente capacidad de adsorción de este material carbonoso, lo cual hace factible proponer su aplicabilidad potencial en la eliminación de cloro residual en la industria de bebidas.

TABLA 07. VALORES DE ADSORCIÓN DE CARBÓN ACTIVADO A UNA CONCENTRACIÓN DE CLORO RESIDUAL DE 11.760 mg.L⁻¹

Tamaño de partícula (mm)	Peso del carbón Activado (g)	Concentración Inicial de Cloro Residual (mg.L⁻¹)	Concentración Promedio final del cloro residual. (mg.L⁻¹)	Cant. Adsorbida (mg.L⁻¹)	Adsorción (%) $A = \left[\frac{c_0 - c_f}{c_0} \right] \times 100$
0.070	0.0100	11.760	0.4951	11.2649	95.78
	0.0200	11.760	0.2233	11.5367	98.10
	0.0300	11.760	0.1802	11.5798	98.46
	0.0400	11.760	0.1274	11.6326	98.91
	0.1000	11.760	0.1232	11.6368	98.95
0.160	0.0100	11.760	2.8301	8.9299	75.93
	0.0200	11.760	1.6191	10.1409	86.23
	0.0300	11.760	1.118	10.642	90.49
	0.0400	11.760	0.6219	11.1381	94.71
	0.1000	11.760	0.3514	11.4086	97.01
0.315	0.0100	11.760	3.2756	8.4844	72.15
	0.0200	11.760	1.7077	10.0523	85.48
	0.0300	11.760	1.0696	10.6904	90.90
	0.0400	11.760	0.9445	10.8155	91.97
	0.1000	11.760	0.6219	11.1381	94.71

Fuente: Elaboración propia, (2017)

En la tabla 08 se presenta el análisis de varianza para el porcentaje de remoción de cloro, el cual nos indica que existen diferencias altamente significativas ($P \leq 0.01$) para el factor peso de carbón, factor tamaño de partícula y la interacción.

TABLA 08. ANÁLISIS DE VARIANZA PARA LA ADSORCIÓN DE CLORO RESIDUAL ENTRE TAMAÑO DE PARTICULA Y PESO DE CARBÓN ACTIVADO

Fuente de variabilidad	G.L.	S.C.	C.M.	Fc.	Sig.
Tratamientos	14	2862.153	204.440	1366.268	**
Peso Carbón (A)	4	1372.291	343.073	2292.794	**
Tamaño Partícula (B)	2	1042.565	521.282	3483.727	**
BxC	8	447.298	55.912	373.661	**
Error	30	4.489	0.150		
Total	45	378148.758			

C.V.= 0.42%

Para el factor peso de carbón activado se realizó la prueba de comparación de Duncan (tabla 09). Se distingue que a medida que el peso de carbón utilizado en los experimentos incrementa, se presenta una mayor adsorción de cloro residual, obteniéndose mejores resultados con el tratamiento A5.

TABLA 09. PRUEBA DE SIGNIFICANCIA DE DUNCAN (0.01%) PARA LA ADSORCIÓN POR PESO DEL CARBÓN ACTIVADO DE LENTEJA DE AGUA

Nº de orden	Tratamiento	Promedio	Significancia 1%
1	A1	81.290	A
2	A2	89.937	B
3	A3	93.288	C
4	A4	95.198	D
5	A5	96.892	E

A1= 0.01 g, A2=0.02 g, A3=0.03 g, A4=0.04 g, A5=0.1 g.

De la misma manera se realizó una prueba de comparación de Duncan para el tamaño de particular (tabla 10). Se puede observar que existen diferencias significativas

entre los tratamientos y que a medida que el tamaño de partícula aumenta el porcentaje de adsorción de cloro residual disminuye gradualmente, presentándose mejor resultados para el tratamiento B1. De los resultados obtenidos se llega a la conclusión de que el carbón activado de menor tamaño granulométrico tiene mayor rendimiento de adsorción experimental de cloro residual.

TABLA 10. PRUEBA DE SIGNIFICANCIA DE DUNCAN (0.01%) PARA LA ADSORCIÓN POR EL TAMAÑO DE PARTÍCULA

Nº de orden	Tratamiento	Promedio	Significancia 1%
1	B1	98.045	A
2	B2	88.876	B
3	B3	87.042	C

B1= 0.070 mm, B2=0.160 mm, B3=0.315 mm.

5.2.1 Ajuste al Modelo de Freundlich y Langmuir

Para determinar el modelo de adsorción, se realizó la curva de adsorción para los modelos de Freundlich y Langmuir, en la tabla 11 se encuentran resumidos los parámetros resultantes de la linealización de los datos de adsorción al aplicar los modelos de Freundlich y Langmuir.

TABLA 11. PARÁMETROS OBTENIDOS EN EL AJUSTE DE LOS DATOS EXPERIMENTALES DE LA ADSORCIÓN DE 11. 760 ml.L⁻¹ de CLORO RESIDUAL CON CARBÓN ACTIVADO DE LENTEJA DE AGUA A LOS DIFERENTES MODELOS

Tamaño de partícula (mm)	Modelo de Freundlich			Modelo de Langmuir		
	K _F	n	R ²	q	K _L	R ²
0.070	16.032	0.9433	0.9574	78.125	0.132	0.9595
0.160	26.055	0.7861	0.9661	-1666.666	-49	0.9585
0.315	213.25	1.1722	0.9164	-65.359	-3.830	0.8869

Para establecer un diseño de sistema de adsorción, conviene obtener la correlación (R^2) más apropiada de interrelación sorbato y solvente (Geankoplis, 1998), para los datos de equilibrio lo cual permite conocer la capacidad máxima de adsorción.

En la Tabla 11 se observa los resultados obtenidos para el ajuste de los modelos de Freundlich y Langmuir. Se puede observar que para el tamaño de partícula 0.07 mm se adapta mejor al modelo de Langmuir con un alto valor de R^2 de 0.9595 a comparación del modelo de Freundlich con una R^2 de 0.9574, un valor cercano a la unidad de este coeficiente indica una buena correlación entre la parte experimental y los datos obtenidos. Para los tamaños de partícula de 0.16 mm y 0.315 mm se observó que el modelo que mejor se ajustó a los datos experimentales fue el modelo de Freundlich. El modelo de Langmuir presenta un valor de q y K_L negativo, resultados similares han sido obtenidos por Pilamonta (2013), el cual es físicamente imposible de cuantificar, ya que el primer parámetro refleja la capacidad de adsorción y el segundo es una medida directa de la intensidad de adsorción.

Los valores de la tabla 11 en el modelo de Freundlich muestran los parámetros de la adsorción del carbón activado de lenteja de agua con un concentración de cloro residual de 11.760 mL.L^{-1} positivos y aceptables desde el punto de vista físico, el valor “n” para el tratamiento con 0.070 mm de tamaño de partícula es igual a 0.9443 un valor cercano a la unidad esto implica procesos de quimiadsorción indicando una adsorción cooperativa, para el tratamiento de 0.160 mm de tamaño de partícula el valor de “n” es igual a 0.7861 dato inferior al primero y para 0.315 mm se muestran una “n” igual a 1.1722 el cual es mayor a la unidad e indica interacciones débiles adsorbato -

adsorbente. La constante “n” es la pendiente de la isoterma y al evaluar el proceso de adsorción se debe tener en cuenta que cuando cada vez ($n < 1$), este resultado conduce a un mejor ajuste del proceso de adsorción (Mc. Cabe *et al*, 2001).

Las figuras 03, 05 y 07 muestran el modelo de Freundlich para la adsorción de cloro residual en tres tamaños de partícula 0.007, 0.160 y 0.315 respectivamente, se observa que existe una buena correlación entre los datos y este modelo. En las figuras 04, 06 y 08 muestran el modelo de Langmuir para los tres tamaños de partícula, dichos resultados fueron obtenidos de la concentración en equilibrio C_e , así como los valores de capacidad de adsorción en equilibrio Q_e que se muestran en las tablas 12, 13 y 14.

TABLA 12 VALORES DE ADSORCIÓN DE CLORO RESIDUAL POR EL CARBÓN ACTIVADO LENTEJA DE AGUA PARA EL TAMAÑO DE PARTÍCULA 0.07 mm

Peso del	% Adsorción						
carbón (g)	C_e	Q_e	Log C_e	Log Q	$1/C_e$	$1/Q$	Adsorción
0.0100	0.4951	112.649	-0.3053	2.0517	2.0198	0.0089	95.78
0.0200	0.2233	57.6835	-0.6511	1.7611	4.4783	0.0173	98.10
0.0300	0.1802	38.5993	-0.7442	1.5866	5.5494	0.0259	98.46
0.0400	0.1274	29.0815	-0.8948	1.4636	7.8493	0.0344	98.91
0.1000	0.0232	11.7368	-1.6345	1.0695	43.1034	0.0852	98.95

Leyenda: C_e = Concentración en equilibrio (mg.L^{-1}) Q_e = Adsorción en equilibrio (mg.g^{-1})

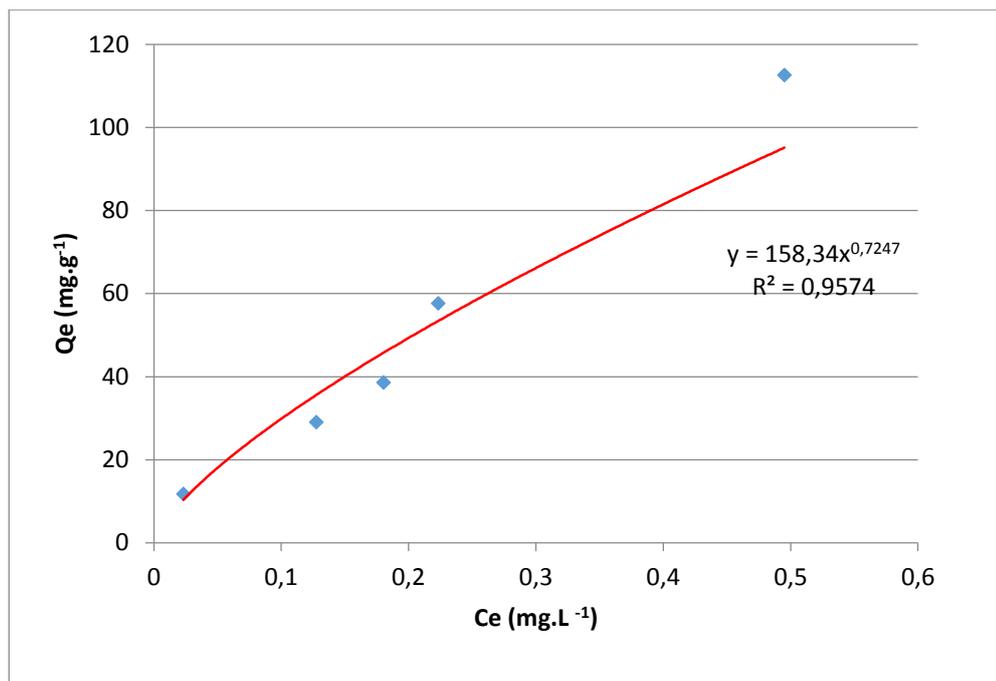


FIGURA 03. ADSORCIÓN DE CLORO RESIDUAL CON CARBÓN ACTIVADO DE LENTEJA DE AGUA EN FUNCIÓN DE 11.760 ml.L⁻¹ DE CLORO RESIDUAL Y 0.07 mm DE TAMAÑO DE PARTÍCULA MODELO FREUNDLICH

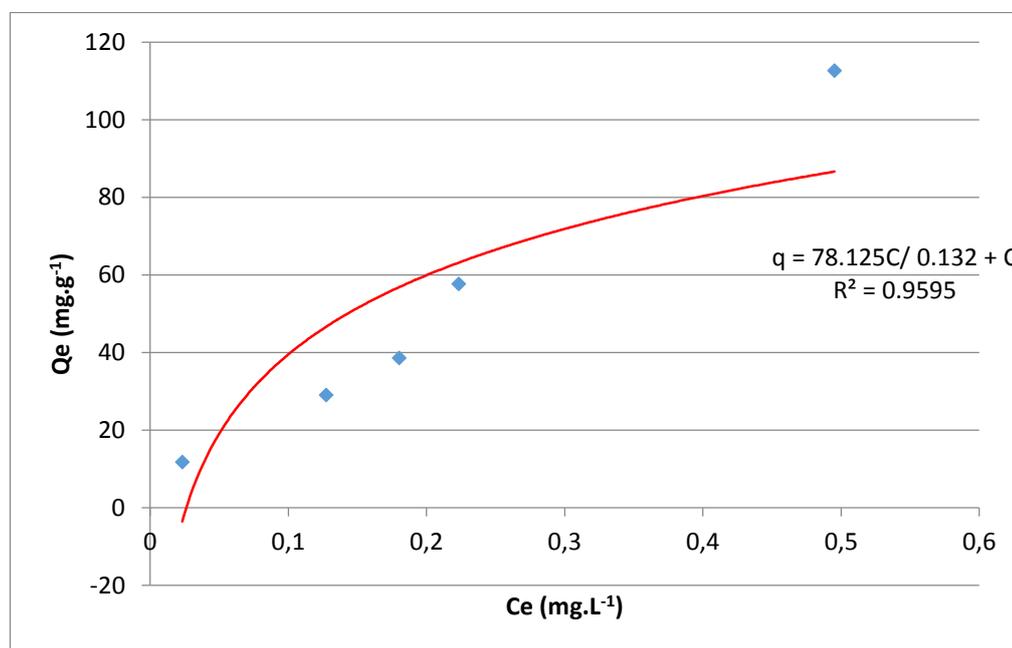


FIGURA 04. ADSORCIÓN DE CLORO RESIDUAL CON CARBÓN ACTIVADO DE LENTEJA DE AGUA EN FUNCIÓN DE 11.760 ml.L⁻¹ DE CLORO RESIDUAL Y 0.07 mm DE TAMAÑO DE PARTÍCULA MODELO LANGMUIR

TABLA 13 VALORES DE ADSORCIÓN DE CLORO RESIDUAL POR EL CARBÓN ACTIVADO LENTEJA DE AGUA PARA EL TAMAÑO DE PARTÍCULA 0.160 mm

Peso del carbón (g)	Ce	Qe	Log Ce	Log Q	1/Ce	1/Q	Adsorción %
0.0100	2.8301	89.299	0.4518	1.9508	0.3533	0.0112	75.93
0.0200	1.6191	50.7045	0.2093	1.7050	0.6176	0.0197	86.23
0.0300	1.118	35.4733	0.0484	1.5499	0.8945	0.0282	90.49
0.0400	0.6219	27.8453	-0.2063	1.4448	1.6080	0.0359	94.71
0.1000	0.3514	11.4086	-0.4542	1.0572	2.8458	0.0877	97.01

Leyenda: Ce = Concentración en equilibrio (mg.L⁻¹) Qe = Adsorción en equilibrio (mg.g⁻¹)

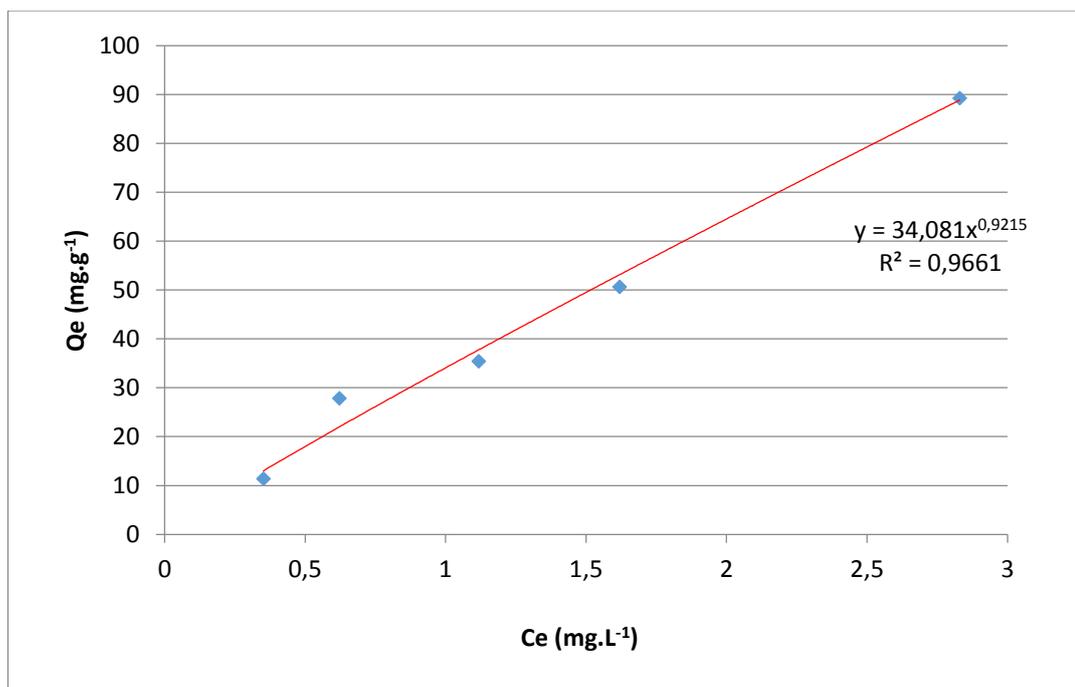


FIGURA 05. ADSORCIÓN DE CLORO RESIDUAL CON CARBÓN ACTIVADO DE LENTEJA DE AGUA EN FUNCIÓN DE 11.760 mL⁻¹ DE CLORO RESIDUAL Y 0.160 mm DE TAMAÑO DE PARTÍCULA MODELO FREUNDLICH

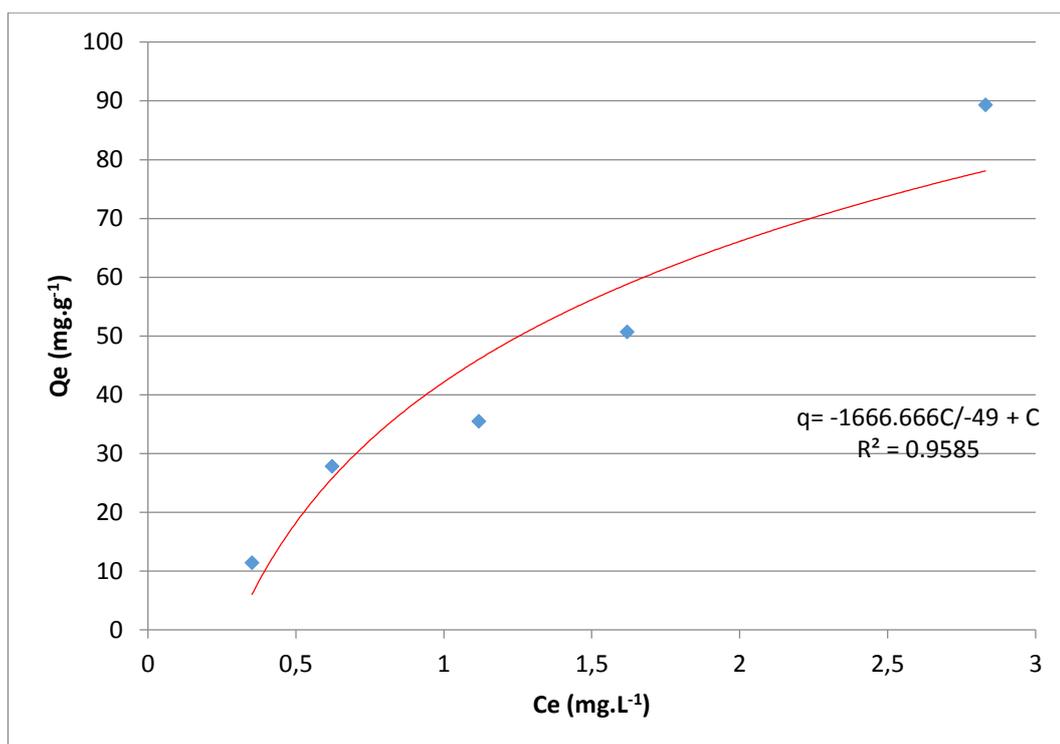


FIGURA 06. ADSORCIÓN DE CLORO RESIDUAL CON CARBÓN ACTIVADO DE LENTEJA DE AGUA EN FUNCIÓN DE 11.760 ml.L⁻¹ DE CLORO RESIDUAL Y 0.160 mm DE TAMAÑO DE PARTÍCULA MODELO LANGMUIR

TABLA 14 VALORES DE ADSORCIÓN DE CLORO RESIDUAL POR EL CARBÓN ACTIVADO LENTEJA DE AGUA PARA EL TAMAÑO DE PARTÍCULA 0.315 mm

Peso del carbón (g)	Ce	Qe	Log Ce	Log Q	1/Ce	1/Q	% Adsorción
0.0100	3.2756	84.844	0.5153	1.9286	0.3053	0.0118	72.15
0.0200	1.7077	50.2615	0.2324	1.7012	0.5856	0.0199	85.48
0.0300	1.0696	35.6347	0.0292	1.5519	0.9349	0.0281	90.90
0.0400	0.9445	27.0388	-0.0248	1.4320	1.0588	0.0370	91.97
0.1000	0.6219	11.1381	-0.2063	1.0468	1.6080	0.0898	94.71

Leyenda: Ce = Concentración en equilibrio (mg.L⁻¹) Qe = Adsorción en equilibrio (mg.g⁻¹)

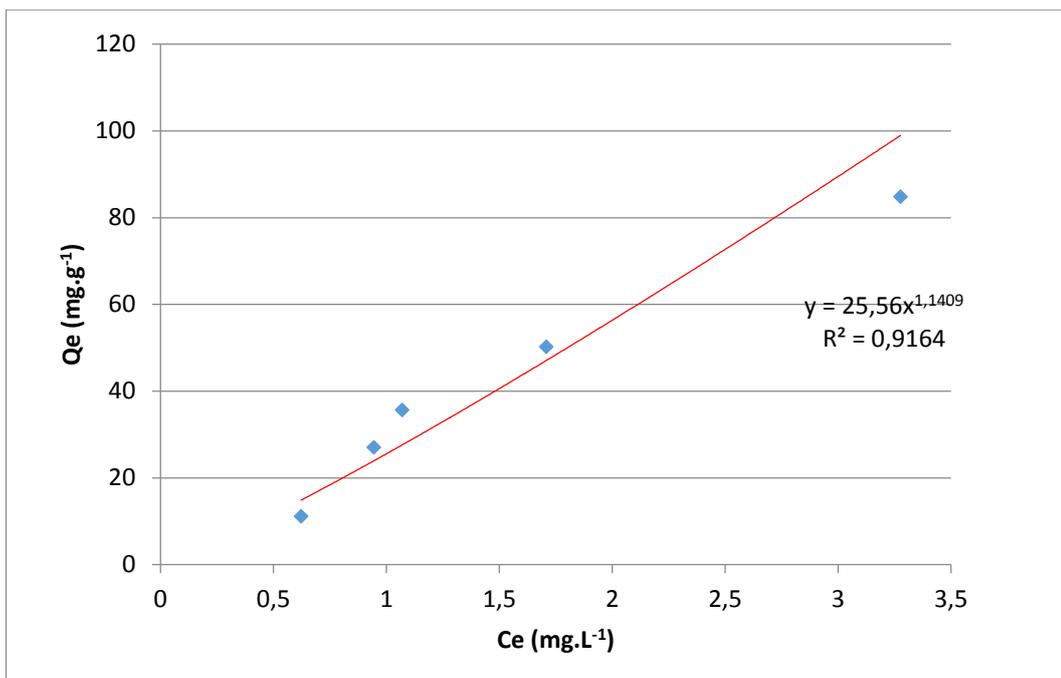


FIGURA 07. ADSORCIÓN DE CLORO RESIDUAL CON CARBÓN ACTIVADO DE LENTEJA DE AGUA EN FUNCIÓN DE 11.760 mL.L⁻¹ DE CLORO RESIDUAL Y 0.315 mm DE TAMAÑO DE PARTÍCULA MODELO FREUNDLICH

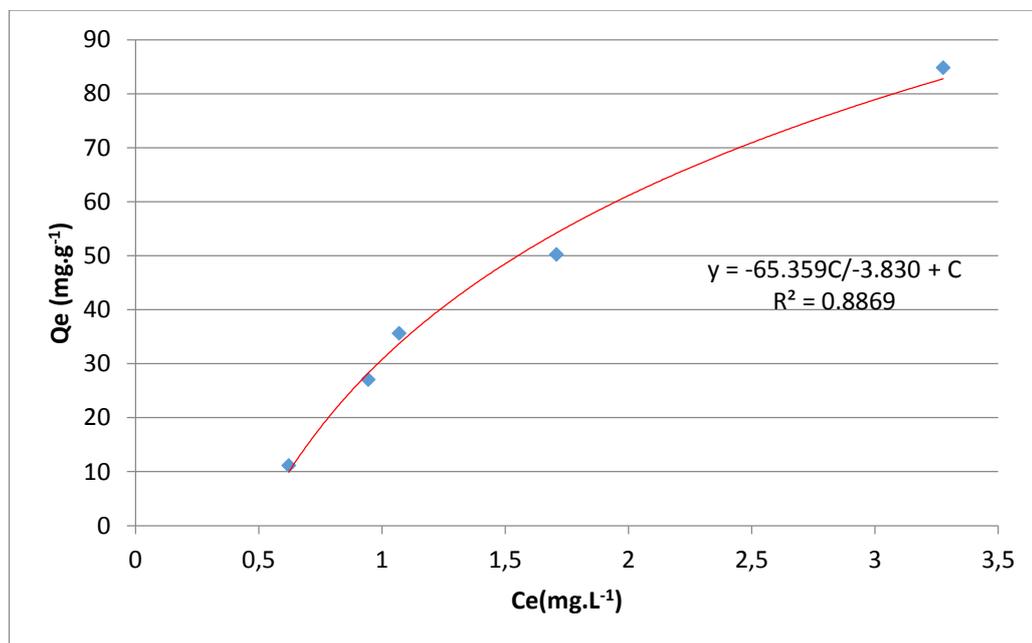


FIGURA 08. ADSORCIÓN DE CLORO RESIDUAL CON CARBÓN ACTIVADO DE LENTEJA DE AGUA EN FUNCIÓN DE 11.760 mL.L⁻¹ DE CLORO RESIDUAL Y 0.315 mm DE TAMAÑO DE PARTÍCULA MODELO LANGMUIR

CONCLUSIONES

De los resultados obtenidos en el presente trabajo de investigación se llegaron a las siguientes conclusiones:

1. Los resultados de la evaluación de las propiedades fisicoquímicas del carbón activado de lenteja de agua (*Lemna sp.*) procesado por el método químico, fue de: humedad 5.74%, cenizas 8.98%, materia volátil 10.10%, carbono fijo 81.02%, densidad aparente 0.46g/cm^3 , y pH 7.6.

2. El carbón activado elaborado con materia prima lenteja de agua (*Lemna sp.*) presenta mayor capacidad de adsorción de cloro residual con tamaño de partícula 0.070 mm, llegando a remover un 98.95% de 11.760 ml.L^{-1} de cloro residual con un peso de 0.1g de carbón activado, ajustándose mejor al modelo de Langmuir. Para los tamaños de partícula de 0.160 mm y 0.315 mm, el porcentaje de la capacidad de adsorción de cloro residual fue de 97.01% y 94.71% respectivamente, con un peso de 0.1g de carbón activado ajustándose mejor al modelo de Freundlich

RECOMENDACIONES

1. Se recomienda el uso de otros agentes activantes para evaluar el rendimiento en cuanto a costo y rentabilidad para la remoción del cloro residual.
2. Realizar estudios de carbón activado con otras materias primas disponibles para la remoción del cloro residual.
3. Se recomienda realizar estudios con diferentes temperaturas y tiempos de activación, para determinar la cinética de adsorción.
4. Difundir el uso de carbón activado elaborado a base de lenteja de agua ya que esta materia prima se alberga en nuestro medio y es una alternativa para la descontaminación del lago Titicaca.

REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

- ASTM D - 2854. (2000). *Standard Test Method for Apparent Density of Activated Carbon*. Recuperado el 05 de 05 de 2015, de ASTM Interantional :
<https://www.astm.org/>
- ASTM D - 2866. (1999). *Standard Test Method for Total Ash Content of Activated Carbon*. Recuperado el 2015 de 05 de 05, de ASTM International:
<https://www.astm.org/>
- ASTM D - 2867. (2004). *Standard Test Methods for Moisture in Activated Carbon*. Recuperado el 2015 de 05 de 04, de ASTM International: <https://www.astm.org/>
- ASTM D - 3172. (2002). *Practice for Proximate Analysis of Coal and Coke*. Recuperado el 05 de 05 de 2015, de ASTM International: <https://www.astm.org/>
- ASTM D - 3838. (1999). *Standard Test Method for pH of Activated Carbon*. Recuperado el 05 de 05 de 2015, de ASTM International: <https://www.astm.org/>
- ASTM D - 5832. (2003). *Standard Test Method for Volatile Matter Content of Activated Carbon Samples*. Recuperado el 05 de 05 de 2015, de ASTM International:
<https://www.astm.org/>
- Ayestas, J. (2006). *Obtención del Carbón Activado por el Método de Activación Química a partir de Ttola*. Puno - Peru: Universidad Nacional del Atiplano.
- Bansal R, C., Donnet, J. B., & Stoeckli, F. (1998). *Active Carbon*. New York: Marcel Dekker.
- Canales Gutierrez, A. (2010). Evaluación de la Biomasa y Manejo de Lemna Gibba (Lenteja De Agua) en la Bahía Interior del Lago Titicaca. *Ecología Aplicada*, (2) 9.

- Carbotecnia. (2016). *www.carbotecnia.info/*. Recuperado el 24 de 06 de 2017, de [www.carbotecnia.info/](https://www.carbotecnia.info/producto/carbon-activado-para-tratamiento-de-agua-mineral/): <https://www.carbotecnia.info/producto/carbon-activado-para-tratamiento-de-agua-mineral/>
- Carcacusto, J. (2008). *Determinación de Activadores Químicos y Capacidad de Adsorción de Carbón activado obtenido a partir de Lemna sp. "Lenteja de Agua" y Shoenoplectus tatora "Tatora"*. Peru. Puno-Peru: Universidad Nacional del Altiplano.
- Chavez Huaco, P. (2004). *Obtención del carbon activado por el metodo de activacion quimica a partir de la lenteja de agua (Lemna sp) de la bahia interior del lago Titicaca - Puno*. Puno: Universidad Nacional del Altiplano.
- Clarimex. (2000). *Clasificacion del carbon activado*. mexico: www.clarimex.com/drcolsi.htm.
- Ennabili, A., Mohammed, A., & Radoux, M. (1998). Biomass production and NPK Retention in Macrophytes from Wetlands of the Tingitan Península in Aquatic Botany. 45-46.
- FAO. OF Forestry Departament. (1983). *Metodos Simples para Fabricar carbon Activado Vegetal. Estudio FAO- ROMA, 60*.
- Garcia, E. (2003). Guías de gestión de calidad del líquido de diálisis (LD). *Sociedad Española de Nefrologia*, (7) 49-50.
- Geankoplis, J. (1998). *Proceso de transporte y operaciones unitarias*. Mexico: CECSA.
- Gomez, A., Rincon, S., & Wiest, W. (2004). Proceso de producción de carbón activado de cáscaras de palma de aceite en un horno rotatorio y su aplicación en la limpieza de NO. *Palmas*, 25 (2), 461-471.
- Gonzales, M., Sicial, P., Rodriguez, J., & Perez Peña, J. (2013). Preparación de carbones activados a partir de hojas de platanera mediante activación química

- con ácido fosfórico adsorción de azul de metileno. *Revista Mexicana de Ingeniería Química*, España.
- Goyzueta, G. (2007). La quema de los totorales en el manejo actual de la reserva nacional del Titicaca. *Universidad Nacional del Altiplano*, 35.
- Grosso, G. C. (1997). *EL carbon Activado Granular en el Tratamiento del Agua*. Argentina: Aconcagua.
- Guerra, F., Garza, A., & Villalobos, A. (2008). “*demanda de cloro y Cloro Residual*” *Trabajo Pre laboratorio*. Mexico: Universidad Iberoamericana.
- Gutierrez, M. (2010). *Efecto del Carbón Activado Obtenido de Lenteja de Agua Lemna sp. En Parámetros Fisicoquímicos y Bacteriológicos de las Aguas de la Bahía de Puno*. Puno-Peru: Universidad nacional del Altiplano.
- Hamdaoui, O., & Naffrechoux, E. (2007). Modeling of adsorption isotherms of phenol and chlorophenols onto granular activated carbon Part I. Two-parameter models and equations allowing determination of thermodynamic parameters. . *Journal of Hazardous materials*, 401-411.
- Hovanec, T., Spotte, S., & Adams, G. (1998). *Diferentes clases de carbones activados*. Madrid.
- Ioannidou, O., & Zabaniotou, A. (2007). Agricultural residues as precursors for activated carbon production. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*., 11 (9) 1966-2005.
- ITINTEC. (1982). *Patente n° 207.024*. Peru.
- Lillo Rodenas, M., Cazorla Amoros, D., & Linares Solano, A. (2003). “Understanding chemical reactions B.E.Tween carbons and NaOH and KOH: an insight into the chemical activation mechanism”. *Carbon*, 41 (2) 267-275.

- Manual de Carbon Activo. (2010). *Master en Ingeniería del Agua*. España: Escuela Universitaria Politécnica de Sevilla.
- Manual de la Calidad Pepsi- Cola. (1998). *Procesos de manufactura "Membranas, osmosis inversa, nanofiltración y ultrafiltración" Sección "Aguas"*. Lima, Peru.
- Mc Cabe, W., Smith, J., & Harriot, P. (2001). *Operaciones Unitarias de Ingeniería*, 6^o Edición. Nueva York - Estados Unidos: McGraw – Hill.
- Miranda, N., Hall, K., Northcote, T., & Hinojosa, A. (1989). *Effects of eutrophication on chemical conditions*. In : *Pollution in Lake Titicaca, Peru*. Northcote, Morales, Levy, Greavens., West water Research Centre. Columbia: Univ. Dril.
- Mohanty, K., Das, D., & Biswas, M. (2008). Utilization of *Arachis hypogaea* hull, an agricultural waste for the production of activated carbons to remove phenol from aqueous solutions. *Journal of Environmental Science and Health, Part B: Pesticides, Food Contaminants, and Agricultural Wastes*, 43(5), 452 - 463.
- Moreno, H., Droppelman, C., & Verdejo, M. (2006). Evaluación del carbón activado producido a partir de lodo generado en una planta de tratamiento de aguas servidas. *Inf. Tecnol.*, 17(3) 9 -14.
- Novoa, E. (2008). *"Diseño de un filtro de carbón activado para la remoción del cloro libre residual del agua potable para uso en la industria farmacéutica"*. Quito-Ecuador: Ingeniería Química.
- Ocampo., Q. (1975). *"Carbon activado de bagazo de caña. Trabajo de investigación"*. Habana, Cuba.
- Pasmíño, A. J. (2007). *Estudio de la adsorción de oro en carbón activado a diferentes condiciones, y modelado de la cinética de adsorción en función del tamaño de*

- partícula*. Quito - Ecuador: Universidad San Francisco de Quito Colegio de Ciencias e Ingeniería “El Politécnico”.
- Pepsi - Cola. (1998). *Manual de Calidad “Practicas Operacionales”* . Lima - Peru: 25 p.
- Pilamonta, M. J. (2013). *Mejoramiento del Carbón Activado Contaminado en el tratamiento del Agua Potable.Tesis de Grado para la Obtención del Título de Ingeniero Químico*. Quito, Peru.
- Quinteros, M. (2003). “Tratamiento de aguas: tratamiento mediante carbón activado”. *Universidad de Huelva, España*, 56.
- RC Cola. (1996). *Prueba de Aseguramiento de calidad. Capítulo 7*. Lima: Para Embotelladores de Royal Crown Cola.
- Reinoso, F. (2005). “Carbón activado: estructura, preparación y aplicaciones”. *Revista Uniandes*, 66-69.
- Rodriguez Reinoso, F., & Molina Sabio, M. (2004). “Role of chemical activation in the development of carbon porosity” *Colloids and Surfaces. Physicochemical and Engineering Aspects*, 15-25.
- Rodriguez, A. R. (2006). “*Recuperacion del Cadmio (II) de las aguas residuales de la ciudad de Puno por adsorción de carbón Activado a partir del serrin de pino (Pinus sylvestris)*”. PUNO: Universidad Nacional del Altiplano.
- Rodriguez, F. (2003). *Procesos de potabilización del agua influencia del tratamiento de ozonización. Ediciones Dias de Santos*, 56.
- Rojas, C. (1988). *Control de Calidad Fisicoquimico y Bacteriologico de Agua Potable*. Santiago de Cali: Universidad del Valle facultad de ingenieria Departamento de Proceso Quimicos y Bologicos Seccion de Saneamiento Ambiental.

- Solis, J., Morales, M., Ayala, R., & Duran de B., M. d. (2012). *Obtención de carbón activado a partir de residuos agroindustriales y su evaluación en la remoción de color del jugo de caña*. Mexico: Instituto de Ciencias Básicas, Universidad Veracruzana.
- Solum, M., & Col. (1995). "Evolution of carbon structure in chemically activated wood". *Carbon*, 33(9) 1247-1249.
- Sotelo, J., Ovejero, G., Martínez I, & Martínez, I. (2004). "*Eliminación de compuestos organoclorados para potabilización de aguas mediante un proceso de adsorción – regeneración en carbón activado*". España: Dpto. de Ingeniería Química Complutense de Madrid.
- Tenorio, G. (2006). *Caracterización de la bioadsorción de cromo con hueso de aceituna*. España: Dpto de Ingeniería Química.
- Varnam, A. H., & Jane, S. P. (1997). *Bebidas: tecnología, química y microbiología*. Zaragoza - España: Acribia.

ANEXO



FIGURA 01. RECOLECCION DE LA MATERIA PRIMA



FIGURA 02. CARBON ACTIVADO ELABORADO CON MATERIA PRIMA LENTEJA DE AGUA A DIFERENTES TAMAÑOS DE PARTICULA

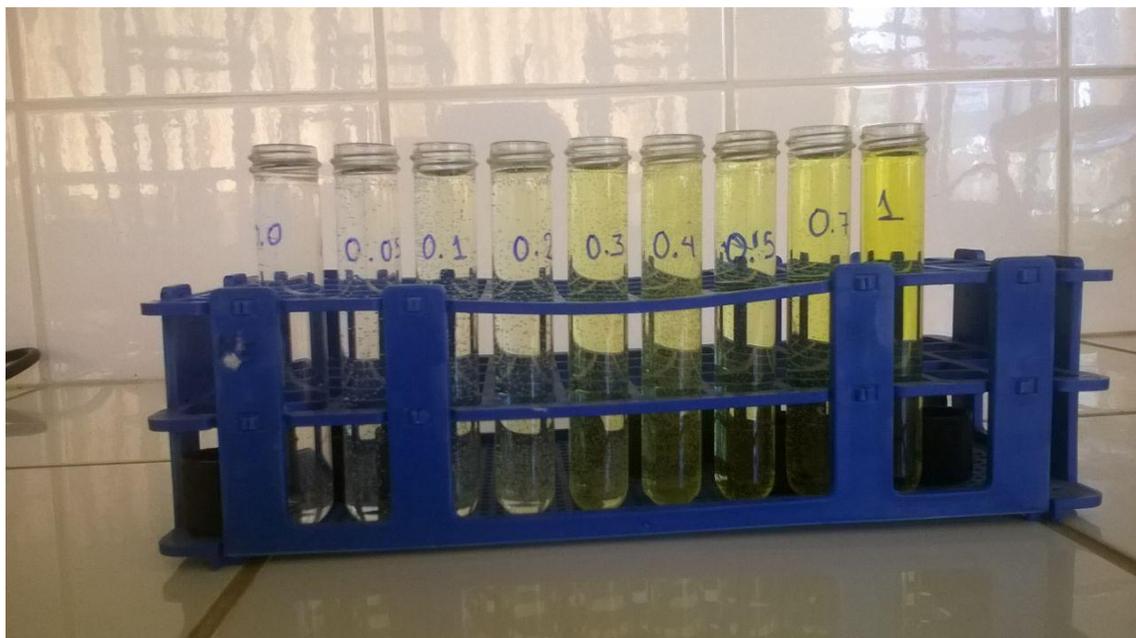


FIGURA 03. ELABORACION DE LA CURVA DE CALIBRACION PARA DETERMINAR EL CLORO RESIDUAL



FIGURA 04. LECTURA DEL ESPECTROFÓTOMÉTRICO PARA LA ELABORACIÓN DE LA CURVA DE CALIBRACIÓN



FIGURA 05. CONCENTRACIÓN DE CLORO RESIDUAL EN MATRACES AFORADOS CON LOS RESPECTIVOS PESOS DE CARBÓN Y TAMAÑO DE PARTÍCULA



FIGURA 06. LECTURA DE LA ADSORBANCIA PARA EL PROCESO DE REMOCIÓN DEL CLORO RESIDUAL

ANEXO 01. MÉTODOS ASTM PARA EL ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICO DEL CARBÓN ACTIVADO



Designation: D 2867 – 04

Standard Test Methods for Moisture in Activated Carbon¹

This standard is issued under the fixed designation D 2867; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reappraisal. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reappraisal.

This standard has been approved for use by agencies of the Department of Defense.

1. Scope

1.1 These test methods provide two procedures for the determination of the moisture content of activated carbon. The procedures may also be used to dry samples required for other tests. The oven-drying method is used when water is the only volatile material present and is in significant quantities, and the activated carbon is not heat-sensitive (some activated carbons can ignite spontaneously at temperatures as low as 150°C). The xylene-extraction method is used when a carbon is known or suspected to be heat sensitive or to contain nonwater-miscible organic compounds instead of or in addition to water. The oven-drying method described in these test methods may be used as the reference for development of instrumental techniques for moisture determination in activated carbon.

1.2 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:²

E 177 Practice for Use of the Terms Precision and Bias in ASTM Test Methods

E 691 Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method

3. Summary of Test Methods

3.1 *Oven-Drying Test Method*—A sample of carbon is put into a dry, closed capsule (of known weight) and weighed accurately. The capsule is opened and placed with the lid in a preheated oven. The sample is dried to constant weight then removed from the oven and with the capsule closed, cooled to ambient temperature. The closed capsule is weighed again

accurately. The weight loss is expressed as a percentage of the weight of the original sample.

3.2 *Xylene-Extraction Test Method*—A known, accurate weight of carbon is put into a boiling flask. A known volume of xylene is added to the flask and the flask then connected to a water trap. A hot plate is used to heat the xylene until boiling. The temperature is controlled to allow steady reflux. Reflux continues until no further water can be collected in the trap. The weight of water collected is expressed as a percentage of the weight of the original sample.

4. Significance and Use

4.1 The moisture content of activated carbon is often required to define and express its properties in relation to the net weight of the carbon.

4.2 The moisture content of activated carbon packed in typical shipping containers will usually increase during transportation and storage. Users of activated carbon in applications where low moisture content is important should be aware of this effect.

OVEN-DRYING METHOD

5. Apparatus

5.1 *Moisture Oven*—Most commercial, electrically heated, forced-circulation drying ovens capable of temperature regulation between 145 and 155°C may be used.

5.2 *Capsules with Covers*—Low-form glass weighing bottles with ground-glass stoppers or seamless metal boxes with covers may be used. They should be as shallow as possible, consistent with convenient handling.

5.3 *Desiccator*.

6. Materials

6.1 *Desiccant*—Anhydrous calcium chloride or other suitable desiccant.

¹ These test methods are under the jurisdiction of ASTM Committee D28 on Activated Carbon and are the direct responsibility of Subcommittee D28.04 on Gas Phase Evaluation Tests.

Current edition approved April 1, 2004. Published May 2004. Originally approved in 1970. Last previous edition approved in 1999 as D 2867 – 99.

² For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, www.astm.org, or contact ASTM Customer Service at service@astm.org. For *Annual Book of ASTM Standards* volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.

 D 2867 – 04
7. Procedure for Activated Carbon Passing A No. 50 Sieve

7.1 Dip out with a spoon or spatula from the sample bottle a 1 to 2-g representative sample. Put this into a predried tared capsule with lid, close and weigh at once to the nearest 0.5 mg. The depth of the carbon in the capsule must not exceed 1.25 cm.

7.2 Remove the cover and place the capsule and cover in a preheated forced circulation oven (at 145 to 155°C). Close the oven and dry to constant weight (3 h normally sufficient). Open the oven and cover the capsules quickly. Cool in a desiccator to ambient temperature and weigh.

8. Procedure for Activated Carbon Larger Than A No. 50 Sieve

8.1 Use a 5 to 10-g representative sample and weigh to the nearest 2 mg. Complete the determination as described in Section 7.

9. Calculation

9.1 Calculate the moisture content as follows:

$$\text{Moisture, weight \%} = [(C - D) / (C - B)] \times 100$$

where:

B = weight of capsule with cover, g,

C = weight of capsule with cover plus original sample, g,
and

D = weight of capsule with cover plus dried sample, g.

XYLENE-EXTRACTION METHOD**10. Apparatus**

10.1 *Boiling Flask*—A 300-mL flat-bottom Erlenmeyer flask with ground-glass joints.

10.2 *Condenser*—A 300-mm water-cooled condenser of the Allihn type with ground-glass joints.

10.3 *Drying Tube*, containing a suitable desiccant with fiber-glass filter.

10.4 *Water Trap*—A Bidwell and Sterling 10-mL or a Dean and Stark receiver with ground-glass joints. The water trap should be clean so that the shape of the meniscus at the end of the test is the same as at the beginning.

NOTE 1—The trap may be coated with a silicone resin to give a uniform meniscus. To coat the trap, first clean it with a suitable cleaner. Rinse the clean trap with a silicone resin and after draining for a few minutes, bake for 1 h at approximately 200°C.

10.5 *Hot Plate*—An electrically heated hot plate with enclosed elements and temperature control.

11. Reagent

11.1 *Xylene*—Reagent grade in accordance with the specifications of the Committee on Analytical Reagents of the American Chemical Society.³

12. Hazards

12.1 The use of hot xylene presents a continual fire hazard and suitable fire extinguishing equipment should be available.

13. Preparation of Apparatus

13.1 Clean the condenser, flask, and trap and carefully dry to ensure that it is free of water. Assemble the condenser and water trap as shown in Fig. 1.

14. Procedure

14.1 Weigh the sample bottle. Dip out with a spoon from the sample bottle 25 to 50 g of the sample. Put this into the boiling flask and reweigh the sample bottle to the nearest 0.1 g. Add 100 mL of xylene and connect the boiling flask to the water trap. For carbons having density less than 0.30 g/cm³, 200 mL of xylene should be used for a 25-g sample.

14.2 Place the hot plate under the boiling flask and heat to boiling. Adjust the temperature control so as to reflux the xylene at the rate of about 1 drop/s from the tip of the condenser. Continue to reflux until there is no further increase in the water layer in the trap over a 30-min period (from 2 to 8 h may be required).

15. Calculation

15.1 Calculate the moisture content as follows:

$$\text{Moisture, weight \%} = [V / (C - E)] \times 100$$

where:

V = water collected, mL,

C = initial weight of sample bottle, g, and

E = weight of sample bottle after removing moisture sample, g.

15.2 Calculate for the correction for moisture in carbon to determine the weight of a carbon sample on the dry basis as follows:

$$\text{Corrected weight (dry basis)} = \quad (1)$$

$$\frac{\text{Initial weight of Carbon(undried)} \times (100\% - \% \text{ moisture from 15.1})}{(100\%)}$$

³ *Reagent Chemicals, American Chemical Society Specifications*, American Chemical Society, Washington, DC. For suggestions on the testing of reagents not listed by the American Chemical Society, see *Analar Standards for Laboratory Chemicals*, BDH Ltd., Poole, Dorset, U.K., and the *United States Pharmacopeia and National Formulary*, U.S. Pharmaceutical Convention, Inc. (USPC), Rockville, MD.

ASTM D 2867 - 04

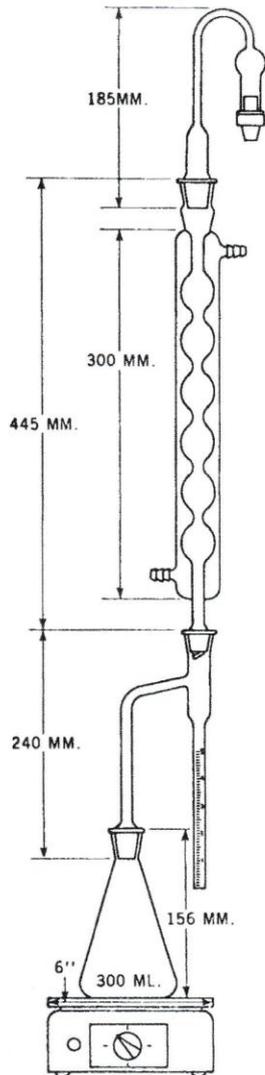


FIG. 1 Moisture Determination Apparatus

16. Precision and Bias

16.1 An interlaboratory test which included four laboratories testing in triplicate, activated carbon samples with nominal moisture levels of 1 weight %, 5 weight %, and 12 weight %, was conducted according to Practice E 691. Results of these tests yielded repeatability and reproducibility coefficients at 95 % confidence levels as listed in Table 1.

16.1.1 The high coefficients of variation for both test methods when the moisture is nominally 1 weight % suggests that values in this range be reported as "1 weight % or less." If greater precision is needed, the amount of carbon sample can be increased over that specified in Sections 7, 8, and 14.

17. Keywords

17.1 activated carbon; moisture

TABLE 1 Within- and Between-Laboratory Precision

Nominal Moisture, weight %	1	5	12
<i>Oven Drying Method</i>			
Repeatability Coefficient, CV % ^A	19	3	6
Reproducibility Coefficient, CV % _R ^A	51	13	10
<i>Xylene Extraction Method</i>			
Repeatability Coefficient, CV % ^A	51	5	6
Reproducibility Coefficient, CV % _R ^A	54	6	6

^A Defined in Practice E 177, Section 28.

ASTM International takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.

This standard is copyrighted by ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-832-9585 (phone), 610-832-9555 (fax), or service@astm.org (e-mail); or through the ASTM website (www.astm.org).



Designation: D 2866 – 94 (Reapproved 1999)

Standard Test Method for Total Ash Content of Activated Carbon¹

This standard is issued under the fixed designation D 2866; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

1. Scope

1.1 This test method describes a procedure for the determination of total ash content of activated carbon.

1.2 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

2. Referenced Documents

2.1 *ASTM Standards:*

D 2867 Test Methods for Moisture in Activated Carbon²

E 177 Practice for Use of the Terms Precision and Bias in ASTM Test Methods³

E 691 Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine Precision of a Test Method³

3. Summary of Test Method

3.1 An accurately weighed sample of dried activated carbon is placed in a controlled-temperature muffle furnace for a period of several hours. When constant weight has been achieved, the crucible is cooled to ambient temperature in a desiccator and reweighed. The weight of the ashed carbon is expressed as a percentage of the weight of the original carbon sample.

4. Significance and Use

4.1 In specific end uses, the amount and composition of the ash may influence the capabilities and certain desired properties of activated carbon.

5. Apparatus

5.1 *Muffle Furnace*, having air circulation, capable of temperature regulation of $\pm 25^\circ\text{C}$ at 650°C .

5.2 *High-Temperature Crucible*, high-form.

5.3 *Analytical Balance*, having a sensitivity of 0.1 mg.

5.4 *Desiccator*.

¹ This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D-28 on Activated Carbon and is the direct responsibility of Subcommittee D28.04 on Gas Phase Evaluation Tests.

Current edition approved Feb. 15, 1994. Published April 1994. Originally published D 2866 – 70. Last previous edition D 2866 – 83 (1988).

² *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 15.01.

³ *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 14.02.

5.5 *Oven*, forced-air circulation, capable of temperature regulation between 145 and 155°C .

6. Procedure

6.1 Ignite the crucible in the muffle furnace at $650 \pm 25^\circ\text{C}$ for 1 h. Place the crucible in the desiccator. Cool to room temperature and weigh to the nearest 0.1 mg.

6.2 Dry an adequate sample of activated carbon to constant weight at $150 \pm 5^\circ\text{C}$ (3 h is usually sufficient).

NOTE 1—Some carbons can ignite spontaneously at 150°C . In this case, moist carbon should be used with a correction for moisture (in accordance with Methods D 2867) applied in the calculations. In this case, the ashing should be started in a cold muffle furnace.

6.3 Weigh out to the nearest 0.1 mg sufficient dried activated carbon, so that the estimated amount of ash will be 0.1 g, into the ignited crucible and place the crucible in the furnace at $650 \pm 25^\circ\text{C}$. Ashing will require from 3 to 16 h, depending on the size and type of activated carbon. Ashing can be considered complete when constant weight is achieved.

6.4 Place the crucible in the desiccator and allow to cool to room temperature. After the sample has cooled in the desiccator, admit air slowly to avoid loss of ash from the crucible. Weigh to the nearest 0.1 mg.

7. Calculation

7.1 Calculate the ash content as follows:

$$\text{Total ash, \%} = [(D - B)/(C - B)] \times 100 \quad (1)$$

where:

B = weight of crucible, g,

C = weight of crucible plus original sample, g, and

D = weight of crucible plus ashed sample, g.

8. Precision and Bias⁴

8.1 *Precision:*

8.1.1 *Interlaboratory Test Program*—An interlaboratory study was run in which representative samples of three types of activated carbon (coconut-shell based (A), coal-based (B), and wood-based (C)) were tested for ash content by six laboratories with each laboratory making three observations of each activated carbon type over three days. Practice E 691 was

⁴ Supporting data have been filed at ASTM Headquarters and may be obtained by requesting RR: D 28-1004.



followed for the design and analysis of the data.

8.1.2 *Test Result*—The precision information given in

Table 1 in units of measurement (percent minus weight ash content) is for the comparison of two test results, each of which is the average of three test determinations.

TABLE 1 Precision

Material	A	B	C
Average Test Value	7.74	1.88	4.61
95 % Repeatability Limit ^A (Within Laboratory)	0.27	0.22	0.22
95 % Reproducibility Limit ^A (Between Laboratories)	0.41	0.54	0.48

^A The terms *repeatability limit* and *reproducibility limit* are used in accordance with Practice E 177. The respective standard deviations among test results may be obtained by dividing the above limit values by 2.8.

ASTM International takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.

This standard is copyrighted by ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-832-9585 (phone), 610-832-9555 (fax), or service@astm.org (e-mail); or through the ASTM website (www.astm.org).



Designation: D 5832 – 98 (Reapproved 2003)

Standard Test Method for Volatile Matter Content of Activated Carbon Samples¹

This standard is issued under the fixed designation D 5832; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

1. Scope

1.1 This test method covers the determination of the percentage of gaseous products, exclusive of moisture vapor, present in virgin and used activated carbons which are released under specific conditions of the test.

1.2 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

2. Referenced Documents

- 2.1 *ASTM Standards:*
D 2652 Terminology Relating to Activated Carbon²
D 2867 Test Method for Moisture in Activated Carbon²
D 3175 Test Method for Volatile Matter in the Analysis Sample of Coal and Coke³

3. Terminology

3.1 *Definitions*—For definitions of terms used in this test method relating to activated carbon, refer to Terminology D 2652.

4. Summary of Test Method

4.1 Volatile matter is determined by establishing the loss in mass resulting from heating an activated carbon sample under rigidly controlled conditions. The measured mass loss, corrected for moisture as determined in Test Method D 2867, establishes the volatile matter content of the activated carbon sample.

5. Significance and Use

5.1 Volatile matter, when determined as herein described, may be used as a relative measure of the extent of carbonization in an activated carbon and the extent of loading of volatile material on an activated carbon that has been used in an adsorption application.

5.2 Combined with other information, the volatile matter of an activated carbon may be useful in evaluating its performance in an adsorption application.

5.3 Other automated methods for the determination of the volatile content of solids, such as using a thermogravimetric analyzer (TGA), can be used in place of this test method with equally reliable results.

6. Apparatus

- 6.1 *Crucible and Cover*, high temperature porcelain, high form, 30 cc capacity.
6.2 *Oven*, forced-air circulation, capable of temperature regulation up to 250°C.
6.3 *Moisture Determination Apparatus*, as described in Test Method D 2867.
6.4 *Muffle Furnace*, gravity circulation, capable of temperature regulation at $950 \pm 25^\circ\text{C}$. An electric furnace similar to the one described in Test Method D 3175 is suitable for use in this test method.
6.5 *Desiccator*, glass with indicating type desiccant.
6.6 *Balance*, analytical, capable of 0.1 mg sensitivity.

7. Hazards

7.1 The furnace used in this test method should be located in a well ventilated area to eliminate exposure to possible toxic vapors that may evolve from the carbon sample during the high temperature heating.

7.2 Exercise care when working with the high temperature furnace to eliminate the possibility of burns.

8. Procedure

8.1 Determine the moisture content of an as-received representative portion of the sample using the Xylene-Extraction Test Method described in D 2867. If the as-received sample is wet, drain it of all free liquid before the representative sample is taken.

8.2 Weigh to 0.1 mg accuracy a crucible and cover that have been ignited in a muffle furnace regulated at 950°C for 30 min and cooled in a desiccator. Record the weight.

8.3 Using a spoon or spatula, dip from the sample bottle approximately 1 g of the as-received sample and place it in the pre-dried and tared crucible. Cover it with a lid and immediately weigh it to the nearest 0.1 mg.

¹ This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D28 on Activated Carbon and is the direct responsibility of Subcommittee D28.04 on Gas Phase Evaluation Tests.

Current edition approved March 10, 2003. Published July 2003. Originally approved in 1995. Last previous edition approved in 1998 as D 5832 – 98.

² *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 15.01.

³ *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 05.05.

D 5832 – 98 (2003)

8.4 Place the covered crucible in the muffle furnace regulated at $950 \pm 25^\circ\text{C}$ for $7 \text{ min} \pm 10 \text{ s}$.

8.5 Remove the covered crucible from the muffle furnace and cool to room temperature in a desiccator.

8.6 Weigh the covered crucible to the nearest 0.1 mg. Record the weight.

9. Calculation

9.1 Calculate the weight loss percent as follows:

$$\text{Weight loss, \%} = [(C - D)/(C - B)] \times 100 \quad (1)$$

where:

B = mass of crucible and cover, g,

C = mass of crucible, cover, and sample, g, and

D = mass of crucible, cover, and de-volatilized sample, g.

9.2 Calculate the volatile matter content of the sample as follows:

$$VM, \% = E - F \quad (2)$$

where:

VM = volatile matter content of as-received sample, %,

E = weight loss, % (as defined in 9.1), and

F = moisture, % (as measured in 8.1).

10. Precision and Bias

10.1 An interlaboratory study of this test method was conducted in 1996. Each of seven laboratories tested three

randomly drawn specimens from each of three different activated carbons containing volatile matter content. Carbon A was a coconut shell gas phase carbon containing gasoline vapors. Carbon B was a coal based liquid phase carbon containing organic components from gasoline. Carbon C was a coconut shell vapor phase carbon containing chlorinated organic compounds. The average volatile matter contents were 24.7 %, 9.1 % and 12.9 %, respectively. In order to determine the volatile matter content of the samples, their moisture contents were determined according to Test Method D 2867 and were found to be 3.54 %, 35.2 % and 3.87 %, respectively. Practice E 691 and E 691 computer software were used to design the study and analyze the resulting data.

10.2 95 % Limit on Repeatability (Within Laboratory), %:

Volatile Matter Content, %	Activated Carbon		
	A	B	C
	1.38	0.63	0.44

10.3 95 % Limit on Reproducibility (Between Laboratories), %:

Volatile Matter Content, %	Activated Carbon		
	A	B	C
	1.54	1.32	1.47

NOTE 1—The terms “limit on repeatability” and “limit on reproducibility” are used as specified in Practice E 177.

11. Keywords

11.1 activated carbon; volatile matter

ASTM International takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.

This standard is copyrighted by ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-832-9585 (phone), 610-832-9555 (fax), or service@astm.org (e-mail); or through the ASTM website (www.astm.org).



Designation: D 3172 – 89 (Reapproved 2002)

Standard Practice for Proximate Analysis of Coal and Coke¹

This standard is issued under the fixed designation D 3172; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ε) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

1. Scope

1.1 This practice covers the determination of moisture, volatile matter, and ash and the calculation of fixed carbon on coals and cokes sampled and prepared by prescribed methods and analyzed according to ASTM established procedures.

1.2 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:

- D 346 Practice for Collection and Preparation of Coke Samples for Laboratory Analysis²
- D 388 Classification of Coals by Rank²
- D 2013 Method of Preparing Coal Samples for Analysis²
- D 2234 Test Methods for Collection of a Gross Sample of Coal²
- D 3173 Test Method for Moisture in the Analysis Sample of Coal and Coke²
- D 3174 Test Method for Ash in the Analysis Sample of Coal and Coke from Coal²
- D 3175 Test Method for Volatile Matter in the Analysis Sample of Coal and Coke²

3. Terminology

3.1 Definition:

¹ This practice is under the jurisdiction of ASTM Committee D05 on Coal and Coke and is the direct responsibility of Subcommittee D05.21 on Methods of Analysis.

Current edition approved Sept. 29, 1989. Published February 1990. Originally published as D 3172 – 73. Last previous edition D 3172 – 73(1984)¹.

² *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 05.05.

3.1.1 *proximate analysis of coal and coke*—an assay of the moisture, ash, volatile matter, and fixed carbon as determined by prescribed methods. Other constituents such as sulfur and phosphorus are not included.

4. Significance and Use

4.1 Test methods, as herein described, can be used to establish the rank of coals, show the ratio of combustible to incombustible constituents, provide the basis for buying and selling, and evaluate for beneficiation or for other purposes.

5. Sampling

5.1 Coal sample collection shall be in accordance with Sections 5 and 6 of Classification D 388, if the proximate analysis is to be used for classification of coal by rank. In all other cases, sample collection shall be in accordance with Test Methods D 2234. Preparation shall be in accordance with Method D 2013. Coke sampling shall be in accordance with Method D 346.

6. Test Methods

6.1 *Moisture*—Test Method D 3173.

6.2 *Ash*—Test Method D 3174.

6.3 *Volatile Matter*—Test Method D 3175. If the modified procedure is required, the report should show that the modified procedure was used.

6.4 *Fixed Carbon*—The fixed carbon is a calculated value. It is the resultant of the summation of percentage moisture, ash, and volatile matter subtracted from 100. All percentages shall be on the same moisture reference base.

$$\text{Fixed carbon, \%} = 100 - (\text{moisture, \%} + \text{ash, \%} + \text{volatile matter, \%}) \quad (1)$$

 D 3172

ASTM International takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.

This standard is copyrighted by ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-832-9585 (phone), 610-832-9555 (fax), or service@astm.org (e-mail); or through the ASTM website (www.astm.org).

ASTM Designation: D 2854 – 96 (Reapproved 2000)

Standard Test Method for Apparent Density of Activated Carbon¹

This standard is issued under the fixed designation D 2854; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ε) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

This standard has been approved for use by agencies of the Department of Defense.

1. Scope

1.1 This test method covers the determination of the apparent density of granular activated carbon. For purposes of this test method, granular activated carbon is defined as a minimum of 90 % being larger than 80 mesh.

1.2 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:

D 2862 Test Method for Particle Size Distribution of Granular Activated Carbon²

D 2867 Test Method for Moisture in Activated Carbon²

E 177 Practice for Use of the Terms Precision and Bias in ASTM Test Methods³

E 300 Practice for Sampling Industrial Chemicals⁴

E 542 Practice for Calibration of Laboratory Volumetric Apparatus³

3. Summary of Test Method

3.1 Apparent density (bulk density) is determined on a granular sample by measuring the volume packed by a free fall from a vibrating feeder into an appropriately sized graduated cylinder and determining the mass of the known volume. Other packing procedures can result in different apparent densities.

4. Significance and Use

4.1 This test method provides a method for determining the packed density of a bed of granular activated carbon. Determination of the packed density is essential when designing vessels to hold the material and for ordering purposes when procuring materials to fill existing vessels.

5. Apparatus (see Fig. 1)

5.1 *Reservoir Funnel*, fabricated of glass or metal.

5.2 *Feed Funnel*, glass or metal.

5.3 *Vibratory Feeder*,⁵ such as shown in Fig. 1 or similar.

5.4 *Cylinders*, graduated 100, 250, or 500 mL, calibrated "to contain" (TC).

5.5 *Balance*, having a sensitivity of 0.1 g.

6. Procedure

6.1 Select a 100, 250, or 500 mL graduated cylinder appropriate for the particle size of the activated carbon to be tested. The inside diameter of the cylinder shall be at least 10 times the mean particle diameter (MPD) as determined by Test Method D 2862.

6.2 If desired, the graduated cylinder may be calibrated by the user in accordance with Practice E 542.

6.3 Obtain a representative sample of activated carbon in accordance with Practice E 300. Carefully place the sample of activated carbon into the reservoir funnel so that the material does not prematurely flow into the graduated cylinder. If this occurs, return the material to the reservoir funnel.

6.4 The feed funnel should have an outside diameter which just fits inside the chosen graduated cylinder. Adjust the height of the reservoir funnel above the vibrator trough so that a free flow of material is obtained. The drawing in Fig. 1 shows a typical apparatus using a 100 mL TC graduated cylinder.

6.5 Add the sample to the cylinder using the vibratory feeder through the feed funnel. Adjust the flow rate control to fill the cylinder at a uniform rate not less than 0.75 or exceeding 1.0 mL/s up to the mark corresponding to the volume chosen. The graduated cylinder shall be filled to at least 50 % of its capacity.

6.6 Transfer the contents from the cylinder to a balance pan and weigh to the nearest 0.1 g.

7. Calculation

7.1 Calculate the as-received apparent density as follows:

$$a_s = \frac{\text{mass of activated carbon in grams}}{\text{carbon volume in millilitres}} \quad (1)$$

¹ This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D-28 on Activated Carbon and is the direct responsibility of Subcommittee D28.04 on Gas Phase Evaluation Tests.

Current edition approved April 10, 1996. Published June 1996. Originally published as D 2854 – 70. Last previous edition D 2854 – 89 (1993)^ε 1.

² *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 15.01.

³ *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 14.02.

⁴ *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 15.05.

⁵ A suitable vibratory feeder is the model F-TO vibrating feeder with standard trough 1½ by 12 in. and controller. This unit is available from FMC Corporation, Material Handling Equipment Division, 57 Cooper Ave., Homer City, PA 15748. Similar equipment is available from other suppliers.

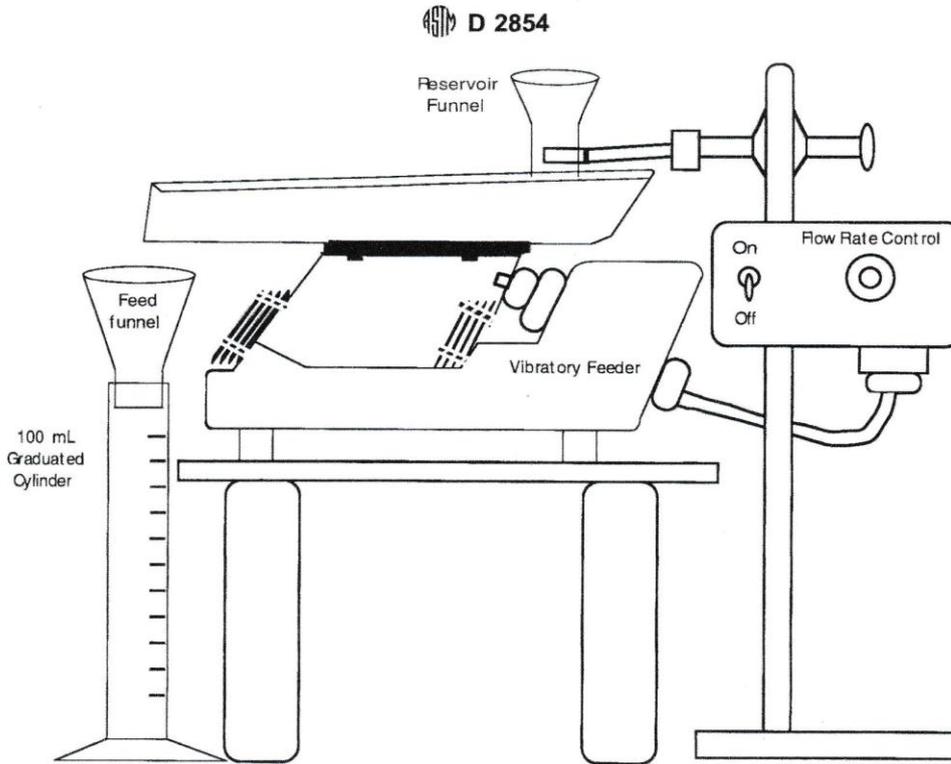


FIG. 1 Assembly of Apparatus

7.2 Calculate the apparent density on the dry basis as follows:

$$\begin{aligned} \text{dry apparent density, g/mL} &= \text{as-received apparent density} \\ &\times \left(1 - \frac{\% \text{ moisture}}{100} \right) \end{aligned} \quad (2)$$

Percent moisture is determined using Test Method D 2867.

8. Report

8.1 The report should include the following:

8.1.1 Complete identification of the sample, including source, manufacturer's lot number, and carbon type.

8.1.2 The volume of the graduated cylinder and the volume of carbon used in the test.

8.1.3 The as-received apparent density, the apparent density (dry basis), and the percent moisture.

9. Precision and Bias

9.1 An interlaboratory study was run in which samples of three types of activated carbon were tested for as-received

apparent density in each of five laboratories (the 8 by 30 mesh coal carbon was tested in six laboratories). Details of the data and analysis are given in ASTM Research Report RRD28-1005.

9.2 The precision information given in Table 1 in grams per millilitre is for the comparison of two test results, each of which is the average of three test determinations.

9.3 The terms in Table 1 (repeatability limit and reproducibility limit) are used as specified in Practice E 177. The respective standard deviations among test results may be obtained by dividing the above limit values by 2.8.

9.4 This method has no bias because apparent density of activated carbon is defined in terms of this test method.

10. Keywords

10.1 activated carbon; granular activated carbon

TABLE 1 Precision Information

	8 by 30 Coal	4 by 10 Coco	4 mm Pellet
Average apparent density	0.504 g/mL	0.500 g/mL	0.505 g/mL
95 % repeatability limit (within laboratory)	0.008 g/mL	0.007 g/mL	0.009 g/mL
95 % reproducibility limit (between laboratories)	0.014 g/mL	0.025 g/mL	0.034 g/mL

 D 2854

The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.

This standard is copyrighted by ASTM, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-832-9585 (phone), 610-832-9555 (fax), or service@astm.org (e-mail); or through the ASTM website (www.astm.org).



Designation: D 3838 – 80 (Reapproved 1999)

Standard Test Method for pH of Activated Carbon¹

This standard is issued under the fixed designation D 3838; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

1. Scope

1.1 This test method covers determination of the pH of a water extract of activated carbon.

1.2 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.* For specific hazard statements, see Section 6.

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:

- D 1193 Specification for Reagent Water²
- D 1293 Test Methods for pH of Water²
- D 2867 Test Method for Moisture in Activated Carbon³
- E 300 Practice for Sampling Industrial Chemicals⁴

3. Summary of Test Method

3.1 An activated carbon sample is boiled in reagent water using a reflux condenser to recycle water vapor. The particles of carbon are filtered out, the filtrate cooled to 50°C and the pH of the filtrate determined by electrometric measurement.

4. Significance and Use

4.1 When a fluid containing an adsorbate is passed through a bed of activated carbon, chemical reactions may take place between the activated carbon, its other noncarbonaceous constituents, and the adsorbate containing fluid. The pH of the carbon may be a significant parameter of such a reaction and therefore may be an important characteristic of the carbon.

5. Apparatus and Materials

- 5.1 Analytical Balance, capacity 100 g, precision ± 0.01 g.
- 5.2 Hot Plate.

5.3 *Glassware for Boiler-Reflux Condenser Apparatus* (Fig. 1)—Items shown are for guidance only, providing a convenient set of equipment available off-the-shelf from many laboratory supply houses. The “all-glass” elements, with standard-taper

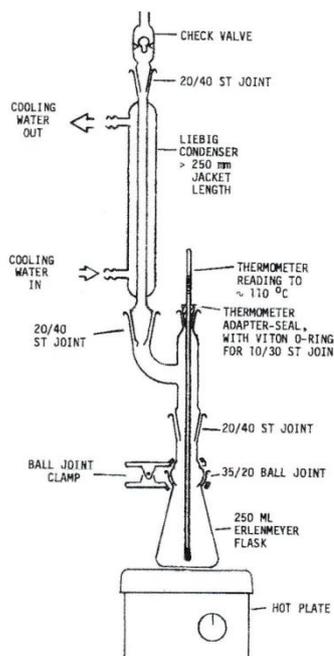


FIG. 1 Boiler-Reflux Condenser Apparatus

and ball joints, provide freedom from contamination and maintenance. A check valve in the position shown is essential to relieve pressure buildup while minimizing loss of vapor.

5.4 *Thermometer*, glass, approximately 0 to 120°C, long enough to be read at 100°C when inserted to bottom of Erlenmeyer flask in Fig. 1.

5.5 *Thermometer*, glass, approximately 20 to 55°C.

5.6 *Graduated Cylinder*, 100-mL.

5.7 *Beaker*, 200-mL.

5.8 *Filter Funnel*.

5.9 *Filter Paper*, qualitative, medium flow rate, 12.5 cm or larger in diameter.

5.10 *Timer*.

5.11 *pH Meter*, in accordance with Test Methods D 1293, Type II (automatic thermal compensation preferred).

5.12 *Reagent Water*, in accordance with Specification D 1193, Type II.

¹ This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D-28 on Activated Carbon and is the direct responsibility of Subcommittee D28.04 on Gas Phase Evaluation Tests.

Current edition approved Jan. 3, 1980. Published March 1980.

² *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 11.01.

³ *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 15.01.

⁴ *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 15.05.

ASTM D 3838

6. Hazards

6.1 The test method involves transfer of boiling water between containers; appropriate tongs or gloves should be used. In addition, the use of an electric hot plate and pH meter (if line-powered) poses a shock hazard. This equipment must be grounded and insulated in accordance with UL standards and electrical codes.

7. Sampling

7.1 Guidance in sampling activated carbon is given in Practice E 300.

8. Calibration and Standardization

8.1 Use the procedure of Test Methods D 1293 to standardize the pH meter.

9. Procedure

9.1 Determine the moisture content of the carbon in accordance with Test Method D 2867. Calculate the weight of moist carbon equivalent to 10 g on a dry basis.

9.2 Weigh out a sample of carbon equivalent to 10.00 ± 0.01 g on a dry basis. Remove boiler flask from apparatus and add carbon sample.

9.3 Bring approximately 110 mL of reagent water to a gentle boil. Measure 100.0 ± 0.1 mL in graduated cylinder while water is hot. Immediately add this water to the carbon in the flask. Reconnect joints to flask seated on hot plate.

9.4 Bring water in flask to a boil, using thermometer reading to assure that no false boiling, due to gases trapped in carbon, occurs.

9.5 Boil gently for 900 ± 10 s.

9.6 Remove the flask from the hot plate and filter its contents immediately through the filter paper premoistened with the distilled water used for the test. Catch the filtrate in a 500-mL vacuum filter flask, being careful to prevent carbon-fines from overrunning into the flask.

9.7 Cool the filtrate to $50 \pm 5^\circ\text{C}$.

9.8 Measure pH as described in Test Methods D 1293.

10. Calculation

10.1 If the pH meter is calibrated in pH units, read value from pH meter. If the meter reading is in voltage units, use the equation from the Terminology section of Test Methods D 1293.

11. Report

11.1 Report the following information:

- 11.1.1 Source of sample,
- 11.1.2 Type or designation of activated carbon,
- 11.1.3 Supplier name,
- 11.1.4 Supplier grade designation,
- 11.1.5 Supplier lot and batch number,
- 11.1.6 Moisture content in accordance with Test Method D 2867,
- 11.1.7 pH to the nearest 0.1 unit,
- 11.1.8 Temperature of measurement to the nearest 1°C ,
- 11.1.9 Date of test,
- 11.1.10 Name and signature of technician performing test, and
- 11.1.11 Name and signature of supervisor approving test.

12. Precision and Bias

12.1 An interlaboratory comparison of the pH of four types of activated carbons using essentially the above procedure was carried out by four laboratories. The results were as follows:

Sample	Number of Tests	Average pH	Standard Deviation
2N	11	3.65	0.18
11N	12	3.64	0.19
12N	11	3.56	0.14
1D	11	5.57	0.67
4D	12	5.62	0.60
9D	12	5.65	0.60
3B	11	8.82	0.38
5B	12	8.93	0.30
10B	12	8.90	0.29
6P	11	7.91	0.17
7P	12	8.07	0.41
8P	12	7.85	0.23

12.2 The measured pH values are in agreement with the activated carbon types (N, wood-base; D, lignite; B and P, bone-char). The standard deviations also appear in agreement with other work, in that they are higher for neutral conditions (near pH 7) than for strongly acidic or basic conditions. Some of the observed variation is in the samples themselves. A standard deviation of 0.6 for pH values near 7 and 0.3 for values at the ends of the pH scale appears readily achievable by this test method.

The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.

This standard is copyrighted by ASTM, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-832-9585 (phone), 610-832-9555 (fax), or service@astm.org (e-mail); or through the ASTM website (www.astm.org).