

**CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA DE LA BORRA DE CAFÉ
PROVENIENTE DE LA HACIENDA SUPRACAFÉ EN EL MUNICIPIO DE
CAJIBÍO, DEPARTAMENTO DEL CAUCA**



MÓNICA ALEJANDRA NARVÁEZ MOSQUERA.

LIZETH MARCELA VILLOTA ERAZO.

**CORPORACIÓN UNIVERSITARIA AUTÓNOMA DEL CAUCA
FACULTAD CIENCIAS AMBIENTALES Y DESARROLLO SOSTENIBLE
PROGRAMA DE INGENIERÍA AMBIENTAL Y SANITARIA.
POPAYÁN CAUCA.
NOVIEMBRE– 2018**

**CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA DE LA BORRA DE CAFÉ
PROVENIENTE DE LA HACIENDA SUPRACAFÉ EN EL MUNICIPIO DE
CAJIBÍO, DEPARTAMENTO DEL CAUCA**



MÓNICA ALEJANDRA NARVÁEZ MOSQUERA.

LIZETH MARCELA VILLOTA ERAZO.

**Trabajo de investigación para optar el título de Ingeniero ambiental y
Sanitario**

Dirigido por: Natalia Eugenia Samboní Ruiz, Qca, MSc.

**CORPORACIÓN UNIVERSITARIA AUTÓNOMA DEL CAUCA
FACULTAD CIENCIAS AMBIENTALES Y DESARROLLO SOSTENIBLE
PROGRAMA DE INGENIERÍA AMBIENTAL Y SANITARIA.
POPAYÁN CAUCA.
NOVIEMBRE– 2018**

Nota de aceptación:

El director y los jurados autorizan la realización de los trámites correspondientes para optar por el título de ingeniero ambiental y sanitario, para el trabajo de grado: Caracterización fisicoquímica de la borra de café proveniente de la hacienda supracafe en el municipio de Cajibío, departamento del Cauca.

Firma del Director

Firma del jurado 1

Firma del jurado 2

Popayán Cauca, noviembre 2018

DEDICATORIA

A Dios por permitir que culmine una etapa más de mi vida. A mis padres Aura Mosquera y Adelfo Narváez quienes son la motivación diaria para alcanzar grandes metas. A mi hermano y sobrinos quienes con su existencia me dan un motivo para continuar y ser mejor cada día.

Mónica Alejandra Narváez Mosquera

Agradezco a Dios porque me permitió culminar con éxito mi carrera profesional, a mis padres Jesús y Fabiola por ser mis motores, porque gracias a su esfuerzo estoy cumpliendo este gran sueño, a mis hermanos Diana e Isaac por ser mi motivación a ser cada día mejor, a mi abuelita Lilia por todas sus bendiciones y a mis tías paternas por todo su amor y apoyo incondicional.

Lizeth Marcela Villota Erazo.

AGRADECIMIENTOS

Para el presente estudio se contó con la colaboración de diferentes personas que directa o indirectamente se involucraron en el proceso investigativo, por tanto, expresamos nuestros agradecimientos por el apoyo brindado; A Dios, por sus bendiciones y su infinito amor, a la Corporación Universitaria Autónoma del Cauca que a través de los tutores de investigación quienes desde sus conocimientos y experiencias acompañaron asertivamente en este proceso. Finalmente, a nuestras familias por su comprensión y el tiempo sacrificado para ver hecho realidad un sueño más que se verá reflejado en el día a día como personas y profesionales.

TABLA DE CONTENIDO

INTRODUCCIÓN.....	16
1.1 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	17
1.2 JUSTIFICACIÓN	19
1.3 OBJETIVOS.....	20
CAPÍTULO II: MARCO TEÓRICO O REFERENTES CONCEPTUALES	21
2.1 ANTECEDENTES.....	21
2.2 BASES TEÓRICAS	23
2.2.1 Química del café	23
2.2.2 Borra de café	24
2.2.3 Adsorción	24
2.2.4 Caracterización química superficial	28
2.2.5 Adsorbentes Naturales	29
2.2.6 Adsorbentes Convencionales	30
2.2.7 Azul de metileno.....	31
CAPÍTULO III: METODOLOGÍA.....	32
3.1 FASE 1. Activación de la muestra	32
3.1.1 Proceso de activación con KOH.....	33
3.1.2 Descripción del proceso de activación con H ₃ PO ₄	34
3.2 FASE 2. Caracterización fisicoquímica de la muestra	35
3.2.1 Análisis proximal: humedad, cenizas, volátiles y carbono fijo.....	35
3.2.2 Determinación de sitios ácidos y básicos	36
3.2.3 Pruebas de adsorción de azul de metileno	37
3.3 FASE 3. Isotermas de Adsorción.....	38
CAPITULO V: RESULTADOS Y ANÁLISIS	39
5.1 EFECTIVIDAD DE LA ACTIVACIÓN QUÍMICA DE LA BORRA DE CAFÉ .	39
5.2 CARACTERIZACIÓN FISICOQUÍMICA DE LA MUESTRA.....	41
5.2.1 Análisis proximal	41

5.2.1 Determinación de sitios ácidos y básicos	42
5.3 CAPACIDAD DE ADSORCIÓN	44
CAPITULO VI: CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....	48
CONCLUSIONES	48
RECOMENDACIONES.....	49
ANEXOS.....	55

LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Adsorbentes naturales.....	30
Tabla 2. Residuos generados en la producción del café.....	¡Error! Marcador no definido.
Tabla 3. Parámetros de la prueba de análisis proximal.....	35
Tabla 4. Modelos de ajuste de Isotermas de adsorción.	38
Tabla 5. Lectura de azul de metileno para ácido fosfórico comercial	¡Error! Marcador no definido.
Tabla 6. Lectura de azul de metileno para hidróxido de potasio ...	¡Error! Marcador no definido.
Tabla 7. Análisis proximal para la borra de café activada químicamente	41
Tabla 8. Resumen de sitios ácidos y básicos de la borra de café	44
Tabla 9. Datos para el ajuste de isotermas de adsorción.....	45
Tabla 10. Datos de constantes de Langmuir y Freundlich	46
Tabla 11. Comparación de variables de los agentes activadores.	47
Tabla 12. Curva inicial de azul de metileno para ácido fosfórico comercial	57
Tabla 13. Datos para realizar la curva inicial de azul de metileno para hidróxido de potasio.....	57

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Adsorción física.....	25
Figura 2. Adsorción química.....	26
Figura 3. Tipos de isothermas.....	27
Figura 4. Estructura del Azul de metileno.....	31
Figura 5. Ubicación de la hacienda Supracafé.....	32
Figura 6. Activación química de la borra de café con KOH.....	33
Figura 7. Activación de la borra de café con H ₃ PO ₄	34
Figura 8. Activación de la muestra con H ₃ PO ₄	35
Figura 9. Crisoles con borra de café.....	36
Figura 10. Determinación de sitios ácidos y básicos.....	37
Figura 11. Diluciones de azul de metileno.....	38

LISTA DE GRÁFICAS

Gráfica 1. Curvas de calibración de Azul de metileno	39
Gráfica 2. Porcentaje de remoción de azul de metileno con H_3PO_4 al 50 %.....	40
Gráfica 3. Porcentaje de remoción de azul de metileno con KOH al 5 y 10 %.....	40
Gráfica 4. Curva de titulación para la determinación de sitios básicos.....	43
Gráfica 5. Curva de titulación para la determinación de sitios ácidos	43
Gráfica 6. Ajuste de isothermas	46

LISTA DE ANEXOS

Anexo 1. Calculo de la densidad	55
Anexo 2. Absorbancia con ácido fosfórico comercial	57
Anexo 3. Lecturas de azul de metileno para borra de café activada con H_3PO_4 y KOH	58
Anexo 4. Análisis proximal: humedad, cenizas.	59
Anexo 5. Datos obtenidos para la determinación de grupos ácidos y básicos.	62

RESUMEN

Uno de los principales subproductos generados en la industria cafetera mundial es la borra de café que se obtiene después de la preparación de la bebida, la cual se produce en grandes cantidades debido a la popularidad de esta. Infortunadamente, estos residuos no son aprovechados de manera correcta, generando una problemática que contribuye a la contaminación de las fuentes hídricas y el aumento de residuos sólidos.

Actualmente, una de las principales alternativas con mayor potencial para el aprovechamiento de este residuo, es utilizar la borra de café como bioadsorbente de materiales contaminantes en aguas residuales. En el presente estudio, se evaluó la capacidad de adsorción de la borra de café y se evaluaron sus propiedades fisicoquímicas para determinar la viabilidad de convertir borra de café en carbón activado.

Para potencializar su capacidad adsorptiva, la borra de café fue sometida a un proceso de activación química utilizando ácido fosfórico (H_3PO_4) al 50 % v/v y se comparó con una activación alcalina con soluciones de hidróxido de potasio (5 y 10% m/v), obteniéndose un mejor resultado de adsorción cuando la activación se realizó de forma ácida. La borra se lavó con abundante agua destilada y se secó en un horno por 24 horas; se tomaron 5 g del material y se pusieron en contacto con el ácido por 48 horas, se llevó nuevamente al horno de secado por 12 horas. Finalmente se ajustó el pH de la borra utilizando una solución de hidróxido de sodio (NaOH) de concentración 2,5 M, hasta que la lectura final estuviera entre 6,5 – 7,0 y se hizo un secado final por 4 horas en el horno de secado. Se realizaron pruebas de adsorción de azul de metileno a soluciones con concentraciones de 1 y 3 mg L⁻¹, las cuales arrojaron porcentaje de remoción del 80 % y 77 %, respectivamente.

La caracterización del material, que se realizó por medio de análisis proximal (humedad, cenizas, material volátil, carbono fijo) y determinación de sitios activos ácidos y básicos, sugiere que estos son aptos para ser utilizados en la preparación

de carbón activado. En cuanto a las pruebas de adsorción, se utilizó azul de metileno como adsorbato y el modelo que mejor ajustó a los datos experimentales fue la isoterma de Freundlich, arrojando una isoterma tipo II que sugiere que la naturaleza energética de los sitios de adsorción es de carácter heterogéneo, lo que conlleva a la categorización de estos sitios como débiles para la adsorción en medio acuoso.

Palabras clave: Borra de café, activación química, adsorción.

ABSTRACT

One of the main byproducts generated in the world coffee industry is the coffee residues that are obtained after the preparation of the beverage, which are produced in large quantities due to the popularity of it. Unfortunately, these wastes are not properly exploited, generating a problem that contributes to the pollution of water sources and the increase of solid wastes.

Currently, one of the main alternatives with the greatest potential for taking advantage of this waste is to use coffee grounds as bioadsorbent of polluting materials in wastewater. In the present study, the adsorption capacity of the coffee grounds was evaluated, and its physicochemical properties were evaluated to determine the viability of this material as bioadsorbent.

To potentiate its adsorptive capacity, the coffee ground was subjected to a chemical activation process using phosphoric acid (H_3PO_4) at 50% v/v and was compared with an alkaline activation with potassium hydroxide solutions (5 and 10% m/V), obtaining a better result of adsorption when it was performed in an acidic way. The coffee ground was washed with abundant distilled water and dried in an oven for 24 hours; 5 g of the material was taken and put into contact with the acid for 48 hours and taken back to the oven for 12 hours. Finally, the pH was adjusted using sodium hydroxide solutions (NaOH) with a concentration 2,5 M, until the final reading was between 6,5 -7,0; and a final drying was performed during 4 hours in the oven. Methylene Blue adsorption tests were performed to solutions with concentrations of 1 and 3 mg L⁻¹, which yielded a removal percentage of 80% and 77%, respectively.

The characterization of the material, by proximal analysis and determination of acid and basic active sites, suggests that it is suitable for using it in the preparation of activated carbon. For the adsorption tests, methylene blue was used as adsorbate and the model that best fitted to the experimental data was the Freundlich isotherm, resulting in a type II isotherm that suggests that the energetic nature of the

adsorption sites is of a heterogeneous character, which leads to the categorization of these sites as weak for adsorption in aqueous medium.

Key words: Coffee grounds, chemical activation, adsorption.

INTRODUCCIÓN

Los procesos de adsorción son de amplia popularidad en el tratamiento de aguas, puesto que son uno de los métodos más eficientes para la eliminación de color, olor, aceites y contaminantes orgánicos de los efluentes industriales y domésticos [1]. Existen dos tipos de adsorbentes, los convencionales y los naturales. Dentro de los convencionales se encuentra el carbón activado que constituye un material adsorbente de gran interés industrial, académico e investigativo, debido a que su superficie activa, su elevado y variado grado de porosidad mejoran los procesos de adsorción [1], [2].

En estudios recientes, materiales de origen natural han sido evaluados para su uso como adsorbentes naturales de metales pesados y colorantes, proponiendo una alternativa económica y ambientalmente amigable, donde se evalúa detenidamente su capacidad de retención tanto en su forma modificada por algún tratamiento químico, como en su estado natural [3].

Dadas las amplias aplicaciones que en la actualidad tienen los carbones activados, su producción ha aumentado de manera considerable, por lo que se ha generado una creciente demanda de estos adsorbentes y también la búsqueda de nuevas fuentes de materias primas para satisfacer esta necesidad [4]. Debido a lo anteriormente mencionado, en la actualidad se han realizado una gran cantidad de investigaciones encaminadas a la producción de adsorbentes naturales, basados en el aprovechamiento de residuos provenientes del arroz, nueces, coco, entre otros [4], [5].

De la elaboración de café como bebida, se obtienen grandes volúmenes de cuncho o borra de café, los cuales son desperdiciados a diario. Por lo tanto y en pro de dar un buen aprovechamiento a estos residuos sólidos, en la presente investigación se utilizó borra de café como materia prima para la producción de carbón activado, utilizando una serie de activaciones químicas con ácido fosfórico (H_3PO_4) e hidróxido de potasio (KOH) para potencializar la borra como material adsorbente [4].

CAPÍTULO I: PROBLEMA

1.1 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

El café es una de las bebidas más consumidas a nivel mundial, por lo tanto, su producción y comercialización han incrementado considerablemente en los últimos años; según la organización internacional del café en el año 2016 y 2017 se obtuvieron 157,4 millones de sacos de 60 kg, siendo Brasil, Vietnam y Colombia los principales países productores [1]. Por cada 1 kg de granos de café que son sometidos al proceso de beneficio se obtienen 104 g de borra, es decir que aproximadamente el 10% de la cantidad del café inicial es transformado finalmente en este material después de la preparación de la bebida [2].

En Colombia, el departamento del Cauca es líder en producción de café, con 32 municipios dedicados a la caficultura y alrededor de 90897 caficultores, lo que hace de este cultivo un aporte primordial a la economía departamental [4]. Contribuyendo al desarrollo tecnológico de este mercado, la empresa española Supracafé ubicada en la vereda la Venta del municipio de Cajibío; es pionera en producción de café de alta calidad por medio de un proceso de beneficio húmedo, obteniendo de 1000 a 2000 kg de café mensuales, aunque en los meses de mayo y junio se cosechan entre 15000 y 20000 kg de café cereza [4], [6].

Este proceso de beneficio genera una gran cantidad subproductos como pulpa fresca, mucílago, cascarilla, además de la borra de café que se obtiene después de la preparación de la bebida [5]. Ninguno de estos subproductos es aprovechado de manera correcta, lo que ocasiona un aumento de cargas contaminantes en las fuentes hídricas, ocasionando acidificación del medio, aumento en la carga orgánica y disminución de la concentración de oxígeno disuelto, provocando así condiciones sépticas y la eutrofización del agua [3].

Ante esta problemática se han planteado diferentes alternativas para el aprovechamiento de estos residuos, dentro de la que destaca la utilización de borra de café para la producción de carbón activado, debido a que este material ha

demostrado ser un adsorbente muy versátil gracias a su tamaño, distribución de poros y área superficial [7]. Además, este material puede ser modificado mediante tratamientos físicos o químicos los cuales logran incrementar su porosidad de manera que pueden adsorber mejor las sustancias, teniendo en cuenta factores como la materia prima a partir de la cual fue fabricado y del tipo de proceso de activación [8].

Debido a las propiedades como adsorbente del carbón activado, en los últimos años se han propuesto procesos de fabricación a partir de materiales naturales como cáscara de coco, cascarilla de arroz, cáscara de semilla de algodón, cáscara de nueces, cascarilla de café, pulpa de café y la borra de café; que puede ser utilizado como una alternativa a los tratamientos biológicos y químicos tradicionales para la remoción de diferentes metales y contaminantes en el agua [7], [8].

En el presente proyecto de investigación se evaluó la capacidad de adsorción carbón activado preparado a partir de borra de café, activada químicamente con H_3PO_4 y KOH y se realizaron caracterizaciones fisicoquímicas al material adsorbente (análisis proximal y determinación de sitios ácidos y básicos) con el fin de determinar la naturaleza de este.

1.2 JUSTIFICACIÓN

Colombia es uno de los países más biodiverso por kilómetro cuadrado y debido a su ubicación geográfica cuenta con grandes extensiones de tierra ricas en nutrientes que permiten el desarrollo de una agricultura variada a gran escala, donde uno de los cultivos más representativos es el café. La gran mayoría de cultivos se encuentran ubicados sobre las laderas de las tres cordilleras de los andes, debido a que estas regiones se caracterizan por tener condiciones atmosféricas óptimas para el crecimiento de los cafetales, lo que permite cosechar café durante todo el año [4].

A pesar de ser un gran país productor, también es un gran consumidor de este producto, lo que ocasiona que esta actividad genere una gran cantidad de desechos después de su consumo como bebida. La borra de café o cuncho de café es desechada por todos los consumidores, desde los hogares hasta las grandes empresas generando un gran volumen de este subproducto. La borra, como desecho, no recibe ninguna clase de tratamiento, solo es llevada a rellenos sanitarios para su disposición final, que a lo único que contribuye es al aumento de malos olores y la reproducción de vectores como moscas y otras plagas [6].

La borra de café es un residuo orgánico que ha sido utilizado tradicionalmente en la elaboración de compostaje, además posee marcadas propiedades adsorbtivas que la hacen apta para la fabricación de carbón activado capaz de ser utilizado en el tratamiento de aguas residuales. El uso de este carbón traería un gran beneficio para las comunidades cafeteras en general debido a que impactaría directamente en su economía y su salud, ya que al implementar este material se contrarrestarían dos impactos negativos al ambiente, la problemática de residuos sólidos y las aguas residuales [9].

1.3 OBJETIVOS

1.3.1 Objetivo General

- Realizar la caracterización fisicoquímica del gránulo de la borra de café proveniente de la hacienda Supracafé de la vereda la Venta en el municipio de Cajibío-Cauca.

1.3.2 Objetivos Específicos

- Generar carbón activado a partir de la borra de café mediante la adición de agentes químicos.
- Comparar las características fisicoquímicas antes y después de la activación de la borra de café.
- Evaluar la capacidad de adsorción de la borra antes y después de la activación a través de ensayos con azul de metileno.

CAPÍTULO II: MARCO TEÓRICO O REFERENTES CONCEPTUALES

2.1 ANTECEDENTES

En la última década, han incrementado el impacto ambiental generado por el vertimiento de efluentes industriales debido a la presencia de metales pesados como cromo, níquel, cadmio y plomo en estas corrientes de desecho. Estas sustancias son extremadamente tóxicas y tienden a persistir indefinidamente en el medio ambiente, comprometiendo el bienestar y equilibrio no solo de la fauna y flora sino también la salud de las personas [10].

El impacto ambiental que ocasionan estas sustancias ha incentivado a los investigadores a desarrollar distintos métodos para el tratamiento de estos efluentes contaminados [10]. Una alternativa que llama la atención es la adsorción de iones de metales pesados en los efluentes industriales, utilizando adsorbentes producidos a partir de materiales orgánicos de origen natural (bioadsorbentes) [11].

Investigaciones recientes, demuestran la capacidad de adsorción de diferentes biomásas residuales como la corteza del árbol del pirul, cáscara de plátano, cáscara de limón, cáscara de naranja, hoja de café, cáscara de maní, desechos de tallo de uva, bagazo de la caña, cáscara de coco, cascarilla de arroz, cáscara de café, pulpa de café, borra de café, entre otros. Estos materiales presentan propiedades muy versátiles que les permite funcionar como adsorbentes, además con el uso de diferentes métodos de activación se puede generar carbón activado a partir de ellos, obteniendo mejores resultados debido a que la distribución de sus poros en la estructura y el área superficial, potencializan su capacidad de adsorción [11], [12].

Quintana et al (2008) estudiaron la adsorción de Ni (II) en carbón activado de cascarilla de café, el cual fue activado químicamente con ácido fosfórico para influenciar la formación de mesoporos. Por medio de análisis BET (Brunauer-Emmett-Teller), se estableció que el área superficial del carbón fue de $1263 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$, lo que sugiere que este carbón tiene un gran potencial como adsorbente,

presentando características físicas y de adsorción mejores que las obtenidas con este mismo residuo por otros medios de activación y alcanzando una remoción de Ni (II) del 98% en aguas residuales [13].

Ramos (2010) realizó un estudio de biosorción de colorantes sobre borra utilizando un método discontinuo (Batch) y cuyas variables estudiadas fueron el efecto del tamaño de partícula y cantidad de biosorbente. Como conclusión se obtuvo que la borra de café es un buen biosorbente para la remoción de colorantes catiónicos, comparado con otros residuos agrícolas evaluados como las cáscaras de trigo, huevo, residuos de jengibre; además se determinó que la difusión intraparticular contribuye al proceso de remoción [14].

En un estudio realizado por Castellar et al (2013) sobre el equilibrio de adsorción del colorante azul de metileno sobre carbón activado, evaluaron la influencia de la concentración de H_3PO_4 en el proceso de activación. Utilizaron distintas concentraciones de H_3PO_4 (20, 40 y 60% m/v) al momento de activar la borra; arrojando como resultado un carbón con una mayor capacidad de adsorción ($25,8 \text{ mg g}^{-1}$) cuando se activó con solución de fosfórico al 20%, probablemente debido a una mayor porosidad y mayor distribución de tamaño de poros [7].

2.2 BASES TEÓRICAS

2.2.1 Química del café

El café químicamente se encuentra compuesto por agua y materia seca, la cual está constituida por minerales y sustancias orgánicas como carbohidratos, lípidos, proteínas, alcaloides entre otros, estos a su vez se identifican en los granitos de café donde pueden reaccionar e interactuar en las diferentes etapas del procesamiento del café. De igual manera los compuestos pueden ser extraídos o destruidos durante el proceso de tostado [6].

Existen varias especies de café, entre ellos Café arábigo y canéfora robusta, las cuales tienen una composición química diferente, y algunos constituyentes como (Cafeína, Trigonelina, Aminoácidos totales, Aminoácidos libres, Ácidos, alifáticos, lípidos, Glicósidos, Minerales, Ácidos clorogénico, Proteínas, Carbohidratos). Sin embargo, la mayoría de estos constituyentes son transformados durante el proceso de tostado y otra parte destruidos, originando nuevos compuestos presentes en las infusiones preparadas a partir del producto final [6].

Dentro de las características estas especies del café resaltan las siguientes:

Café Arábigo: Es una de las especies más antiguas, crece en las zonas intertropicales montañosas de Latinoamérica, América central y especialmente en los países de África. Además de ser una planta frágil, es propensa a enfermedades de roya de café. Esta especie se desarrolla en temperaturas entre los 17 y 23 °C, y representa $\frac{3}{4}$ de la producción mundial, debido a su calidad y sabor, generando sabores delicados y aromas intensos [8].

Café robusto: Esta especie descubierta en el Congo belga a finales del siglo XIX, hoy en día se cultiva en diferentes países como India, Indonesia, Madagascar, Brasil, Filipinas y sobre todo en África. Además, crece en planicies y con mayor rapidez que la especie de Arábigo; se desarrolla en climas tropicales húmedos, es más resistente a enfermedades, su rendimiento es mayor y suele ser empleado en la mezcla con especies de café [8].

2.2.2 Borra de café

La borra o cuncho de café es el residuo que queda después de la torrefacción del grano de café y también de la preparación de la bebida, el cual es utilizado como componente de sustrato en cultivos; además su composición contiene grandes cantidades ácidos grasos, proteínas, ácidos clorogénicos, carbohidratos y en menor cantidad cafeína y elementos traza (ver Tabla 1) [10].

Tabla 1. Principales constituyentes del grano de café (% materia seca) [11].

Constituyente	Arábigo %	Robusta %
Cafeína	1,2	2,2
Trigonelina	1	0,7
Ácidos Alifáticos	1,7	1,6
Lípidos	16	10
Glucósidos	0,2	trazas
Minerales	4,2	4,4
Ácidos clorogénicos	2,7	3,1
Proteínas	10	11
Carbohidratos	39	45,5

2.2.3 Adsorción

Es el proceso de concentración de uno más componentes de un gas o un líquido sobre la superficie de un sólido debido a fuerzas de atracción físicas o químicas entre el adsorbente (sustancia que atrae) y el adsorbato (sustancia atraída). El sólido se denomina adsorbente y las moléculas adsorbidas en la superficie del sólido, con mayor concentración que en la fase fluida, se conocen como adsorbato. La adsorción se establece debido a las fuerzas de atracción entre las moléculas de fluidos y la superficie sólida [12].

Existen dos tipos de adsorción:

Adsorción Física: es la fijación del adsorbato sobre la superficie del adsorbente debido a la atracción por medio de fuerzas electrostáticas o de Van der Waals. Se

conoce también como fisisorción [13]. Debido a este tipo de atracciones, la fisisorción presenta interacciones débiles entre adsorbato y adsorbente.

La fisisorción, como todos los procesos de adsorción, es de carácter exotérmico en el cual se libera energía que es adsorbida en forma de vibración por la red del sólido, aumentando así la temperatura de los alrededores. La energía liberada en forma de calor se conoce como entalpía de adsorción o calor isostérico (ΔH°_{ads}). La energía liberada es insuficiente para romper enlaces químicos, lo que provoca que la molécula fisisorbida mantenga su identidad [12].

El proceso de fisisorción se da a través de una capa de adsorbato fisisorbida la cual puede adsorberse otra, donde la primera capa se forma por medio de las fuerzas entre adsorbente (M) y adsorbato (A) y la formación de las capas subsiguientes depende de las interacciones Adsorbato- Adsorbato (ver Figura 1), produciéndose un fenómeno de condensación multicapas [14].

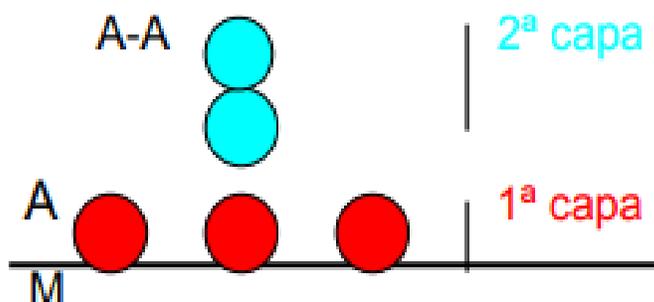


Figura 1. Adsorción física
Fuente: [12]

Adsorción química: En este tipo de adsorción, el adsorbato forma enlaces químicos con los centros activos del adsorbente, ocasionando que la especie adsorbida se transforme en una especie distinta, en la cual se forman nuevos

enlaces por lo que la molécula quimisorbida no mantiene la misma estructura que tenía inicialmente como se observa en la Figura 2 [14].

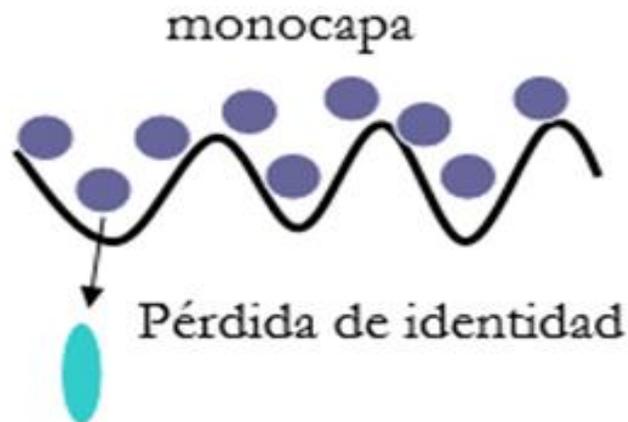


Figura 2. Adsorción química
Fuente: [14]

Las entalpías de quimisorción son mucho mayores que las de fisisorción y del orden de las entalpías de reacciones químicas, pero siempre de signo negativo, sugiriendo que este proceso es de carácter exotérmico.

La formación de enlaces entre el adsorbato y el adsorbente cesa tras la formación de una monocapa superficial. Aunque sólo una capa puede estar quimisorbida puede producirse adsorción física de nuevas capas de adsorbato sobre la primera, como se muestra en la Figura 2 [14].

Isotermas de adsorción: Una isoterma de adsorción, es la entre la cantidad de adsorbato adsorbido por un sólido, a temperatura constante como función de la concentración [15]. En la Figura 3 se presenta la clasificación de isotermas según Brunauer, Emmet y Teller.

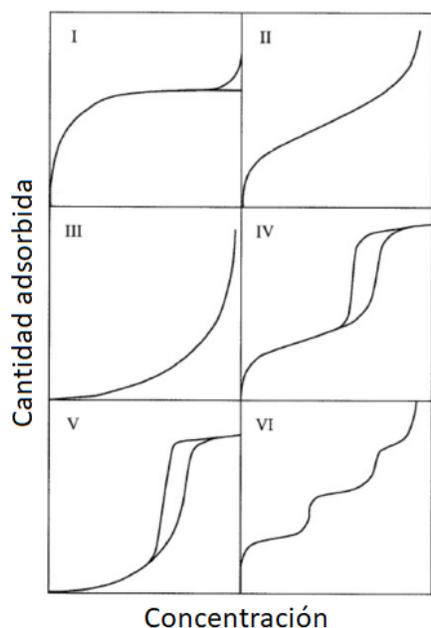


Figura 3. Tipos de isothermas
Fuente: [16]

En la Tabla 2 se describen las características de cada tipo de isoterma y el tipo de porosidad asociada [16].

Tabla 2. Descripción de los tipos de isothermas de adsorción de gases

Tipo de Isotherma	Descripción
I	Alta adsorción a bajas presiones relativas Microporosidad
II	Adsorción multicapa Sólido no poroso Mesoporosidad
III	Adsorción débil
IV	Condensación capilar Mesoporosidad
V	Adsorción débil
VI	Adsorción multicapa

2.2.4 Caracterización química superficial

Aunque la adsorción sobre carbón activado se debe principalmente a interacciones de tipo dispersivas, la química superficial juega un papel importante en el establecimiento de interacciones específicas. Además, varios de los procesos químicos que ocurren en la superficie de sólidos como los carbones activados se deben a su naturaleza anfotérica, es decir en su superficie coexisten grupos de carácter ácido y básico que determinan en gran parte el comportamiento en cada sistema y permite especificar, predecir y maximizar su rendimiento en diferentes aplicaciones. Los diferentes tipos de sitios activos en la superficie del carbón activado se clasifican en [17]:

- **Grupos funcionales oxigenados con propiedades ácidas:** en ellos ocurren reacciones de sustitución capaces de acomplejar un catión
- **Grupos funcionales oxigenados con propiedades básicas:** estos reaccionan directamente con cationes por reacciones de adición y también pueden interactuar con aniones al protonarse.
- **Sitios de ácidos de Lewis:** tienden a reaccionar con aniones y moléculas nucleófilas en solución.
- **Sitios básicos de Lewis:** reaccionan con cationes u otras sustancias electrofílicas.
- **Grupos funcionales con propiedades reductoras:** son capaces de llevar a cabo reacciones Redox con sustancias electrofílicas.

Una de las técnicas más utilizadas para la determinación de sitios ácidos y básicos son las titulaciones Boehm. Este método cuantifica únicamente cerca del 50% del contenido total de grupos con oxígeno en materiales carbonosos y se encuentra limitado a los grupos, fenol, lactonas y carboxílicos.

Las titulaciones Boehm se fundamentan en la neutralización de los grupos ácidos presentes en la superficie mediante el uso soluciones básicas de etóxido de sodio, hidróxido de sodio, carbonato de sodio y bicarbonato de sodio. Se emplean

soluciones de diferente fuerza, debido a que los grupos ácidos sobre la superficie tienen diferentes valores de pKa, el cual depende de su localización con respecto a la localización de grupos no ácidos, que pueden ejercer un efecto inductivo sobre los otros [17].

Otro parámetro importante en la caracterización de un sólido adsorbente es la porosidad, puesto que este parámetro limita los procesos de transporte y adsorción interior del material, dependiendo del tamaño del poro [18]. Cabe mencionar que la clasificación de los poros está dada de acuerdo con su dimensión transversal. Los macroporos poseen diámetros mayores a 500 Å, los mesoporos son los que tienen diámetros comprendidos entre los 20 Å y 500 Å y los microporos los que son menores de 20 Å [19].

2.2.5 Adsorbentes Naturales

Son materiales provenientes de la industria agrícola, como lo son la cascarilla de arroz, cáscara de coco, cáscara de naranja, cascarilla de café, pulpa de café, borra de café y residuos, que pueden ser utilizados directamente como adsorbentes de contaminantes, o después de algún proceso de acondicionamiento [20].

Este tipo de materiales son extremadamente económicos debido a que se encuentran en abundancia en la naturaleza, y son normalmente considerados productos de desechos; sin embargo, su utilización está supeditada en la mayoría de los casos a algún pretratamiento químico antes de utilizarlos [20].

Diversos materiales de origen natural han sido utilizados como adsorbentes, evaluando sus propiedades frente a la remoción de azul de metileno. En la Tabla 3 se muestran algunos estudios realizados y las eficiencias alcanzadas [21].

Tabla 3. Adsorbentes naturales

Biomasa	Contaminante	Tipo de Contaminante	Agente Activante	Ref.	% Rem
Cascarilla de arroz	Cr	Química	NaOH H ₃ PO ₄	[20]	72,8 54,5
Borra de Café	Colorantes	Química	KOH	[9]	---
Bagazo	N ₂	Química	Vapor (750-840°C)	[21]	---
Coco molido	Pb(II) Hg(II) Cu (II)	Química	KOH H ₃ PO ₄	[22]	92,7 78,4 73,6
Fibra de coco	As (III)	Química	HNO ₃	[23]	96
Biomasa Phoenix	Hg	---	H ₂ SO ₄	[12]	92

2.2.6 Adsorbentes Convencionales

Dentro de este grupo podemos destacar el carbón activado, el cual proviene a partir de materiales orgánicos y está constituido por microcristales y compuestos de estructuras bidimensionales formadas por átomos de carbono acomodados en estructuras de capas con espacios intersticiales que conforman la porosidad [10].

El carbón activado es uno de los adsorbentes más utilizados y efectivo en la remoción de contaminantes dado su alto desarrollo de porosidad, área superficial, química superficial. Infortunadamente este material resulta costoso para operaciones a pequeña y media escala, lo que resulta en la búsqueda de materiales alternativos que puedan servir de materia prima para producirlo, tales como los residuos agroindustriales [22].

La activación es un proceso fisicoquímico que consiste en hacer reaccionar al agente activante con los átomos de carbono del sólido que está siendo activado; de forma que se produzca un “quemado selectivo” realizando una perforación dentro del sólido, aumentando así su porosidad hasta transformarlo en un carbón activado [23].

2.2.7 Azul de metileno

También es llamado (cloruro de tetrametilitionina), este es un colorante de la tiazina usado principalmente como un colorante para teñir la seda y el almidón, también utilizado como agente antiséptico [21]. En la *Figura 4* se observa la estructura química de la molécula de azul de metileno:

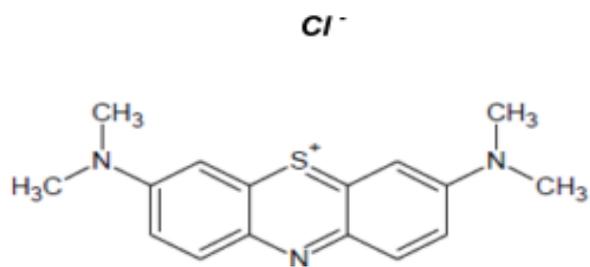


Figura 4. Estructura del azul de metileno
Fuente: [24]

Además, es utilizada para determinar la capacidad de adsorción que tienen algunas sustancias, con el fin de retener el material contaminante por consiguiente lograr la eficiencia o clasificación de los poros activados por un tipo de reactivo [18].

CAPÍTULO III: METODOLOGÍA

La investigación se desarrolló en 3 fases o etapas:

3.1 FASE 1. Activación de la muestra

La borra seleccionada, suministrada en un 50% por la hacienda Supracafé provino en su mayoría del tipo de café Arábigo y el otro restante fue recolectado en cafeterías de alta calidad de la ciudad de Popayán.

En la *Figura 5* se muestra la ubicación de la hacienda Supracafé ubicada en el Municipio de Cajibío, de departamento del Cauca, a 20 minutos de la ciudad de Popayán ($2^{\circ}37'24''$ N, $76^{\circ}34'23''$ O) [25].



Figura 6. Ubicación de la hacienda Supracafé.
Fuente: Adaptado de Google Maps

Se realizó una mezcla homogénea de las muestras de borra para el proceso de activación. La borra fue sometida a un pretratamiento que consistió en realizar varios ciclos de lavado con agua destilada, hasta obtener una solución incolora y se finalizó con un lavado con formaldehído al 2 %. Posteriormente se secó en un horno a $120\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 24 horas, para luego almacenarlo a temperatura ambiente en bolsas Ziploc® para su posterior activación química (con KOH o H_3PO_4).

3.1.1 Proceso de activación con KOH

En la Figura 7 se describe el diagrama del proceso de activación química con KOH.

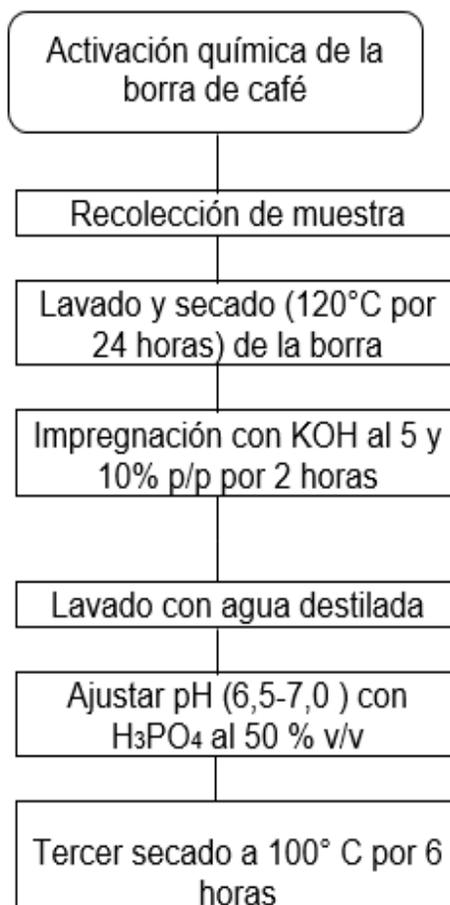


Figura 7. Activación química de la borra de café con KOH
Fuente: Elaboración propia

La activación química se realizó con una relación 3:1 de KOH y borra de café respectivamente, con una agitación de 100 rpm por 2 h. Este proceso se realizó utilizando dos concentraciones de la base al 5 y 10% m/v. La activación química se finalizó con un tratamiento térmico de la muestra a 100 °C por 2 h, el material se lavó con varios ciclos de agua destilada, se ajustó el pH en un rango de 6,5 a 7,0 y por último se secó a 100 °C por 6 horas.

3.1.2 Descripción del proceso de activación con H_3PO_4

En la Figura 8 se describe el diagrama del proceso de activación química con el H_3PO_4 .

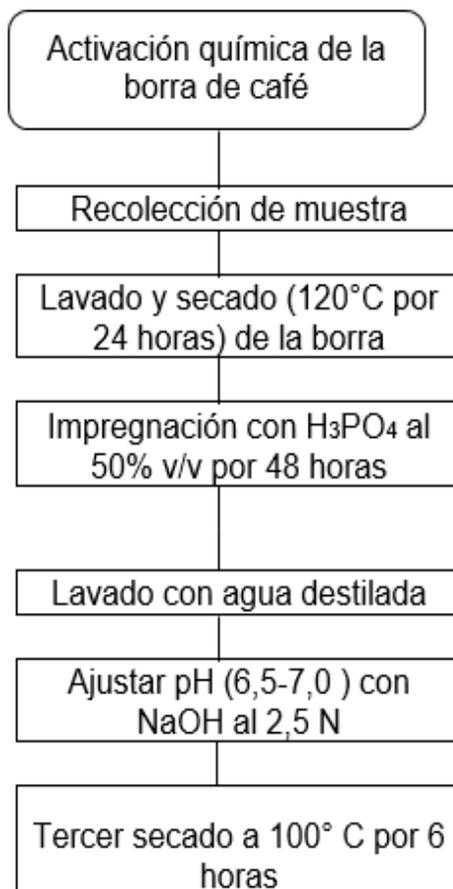


Figura 8. Activación de la borra de café con H_3PO_4
Fuente: Elaboración propia

La activación química se realizó con una relación 3:1 de H_3PO_4 y borra de café respectivamente, con una agitación de 100 rpm por 48 horas (ver Figura 9). Este proceso se realizó utilizando H_3PO_4 al 50% v/v. La muestra se llevó al horno por 24 horas a 100 °C, posteriormente se lavó con varios ciclos de agua destilada, se ajustó el pH en un rango de 6,5 a 7,0 y por último se secó a 100 °C por 4 horas.

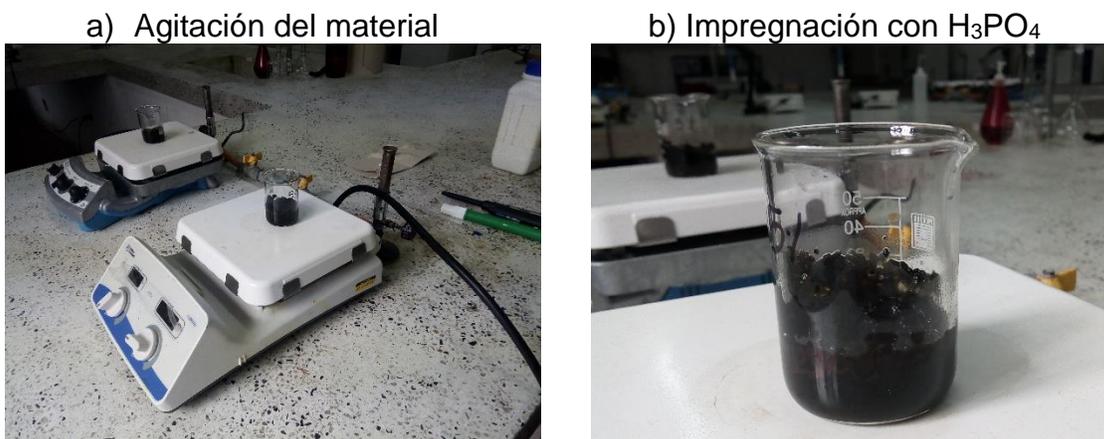


Figura 9. Activación de la muestra con H_3PO_4 .
Fuente: Elaboración propia

3.2 FASE 2. Caracterización fisicoquímica de la muestra

Se realizaron pruebas de análisis proximal, determinación de los sitios ácidos y básicos y azul de metileno en el laboratorio de la Corporación Universitaria Autónoma del Cauca.

3.2.1 Análisis proximal: humedad, cenizas, volátiles y carbono fijo

El procedimiento utilizado es el establecido en la norma ASTM D3172-13 que incluye los análisis descritos en la Tabla 4. Todas las pruebas fueron realizadas a la borra de café activada con KOH, H_3PO_4 y sin activar [26].

Tabla 4. Análisis de la prueba de análisis proximal.

Parámetro	Formula	Unidad
Humedad (H)	$\%H = \frac{\text{peso perdido}}{\text{peso muestra}} \times 100$	%
Ceniza (C)	$\%C = \frac{\text{peso ceniza}}{\text{peso muestra}} \times 100$	%
Volátiles (V)	$\%V = \frac{\text{peso muestra}(\text{peso ceniza} - \text{peso recipiente})}{\text{peso muestra}} \times 100$	%
Carbono Fijo (CF)	$\%CF = 100\% - \%H - \%C - \%MV$	%

Humedad: se pesó 1 g de borra en cada crisol, se llevó por una hora al horno de secado, utilizando una temperatura de 110 °C, luego pasaron al desecador por media hora. Se repitió el procedimiento 3 veces hasta llegar a un peso constante de las muestras [27].

Cenizas: se llevó a cabo en una mufla, en la cual se sometieron los crisoles con 1 g de la muestra seca, la mufla se calentó hasta llegar a una temperatura de 750 °C y se dejó la muestra durante una hora. Posteriormente, se dejó enfriar la muestra por 3 horas y finalmente se llevó a un desecador por media hora más hasta que la muestra se enfrió por completo. Para poder obtener un peso constante, este procedimiento se realizó 3 veces. El análisis estadístico de los datos se realizó en base al promedio de las lecturas, por tanto, se incluyó la determinación de la media y la desviación estándar de los resultados obtenidos, con un límite de confianza del 95% [27].

Para encontrar los porcentajes de volátiles y carbono fijo se tuvieron en cuenta los resultados de humedad y ceniza solamente.

En la Figura 10 se observa el proceso de las pruebas de análisis proximal realizado a la borra de café activada y sin activar.

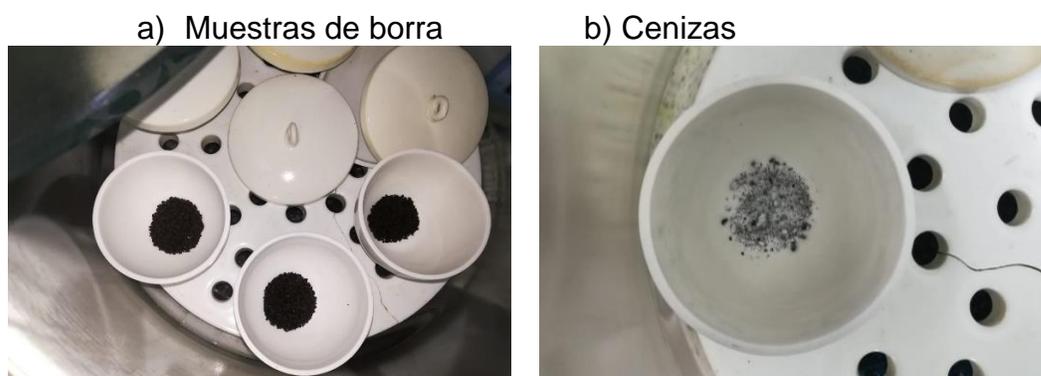


Figura 10. Crisoles con borra de café.

3.2.2 Determinación de sitios ácidos y básicos

Para determinar la cantidad de sitios ácidos y básicos de los carbones activados se siguió el método propuesto por Boehm [28]. Se pesaron muestras de 1,0 g de borra

de café activada y se suspendieron en 50 mL de soluciones de NaOH o HCl a una concentración 0,1 N. Las soluciones se mantuvieron a una temperatura ambiente de 25 °C, con agitación manual constante, durante cinco días. Se titularon alícuotas de 10 mL de cada una de las soluciones al 0,1 N en contacto con el carbón activado, con las soluciones ácidas o básicas correspondientes [29].

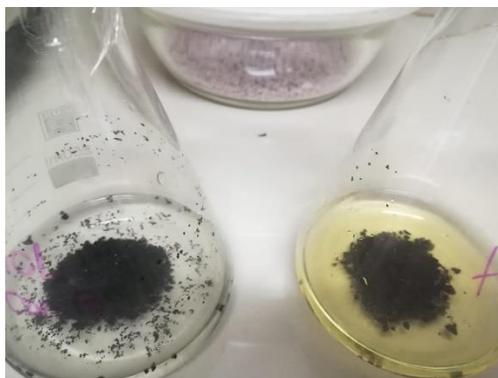


Figura 11. Soluciones para sitios ácidos y básicos con borra de café.
Fuente: Propia

3.2.3 Pruebas de adsorción de azul de metileno

Para complementar la caracterización fisicoquímica de la muestra se determinó la capacidad de adsorción y la efectividad de la activación química por medio de la prueba de adsorción de azul de metileno [11].

A partir de una solución de concentración inicial de 50 mg L⁻¹ de azul de metileno se construyó una curva de calibración en un rango de 0,1 a 3,0 mg L⁻¹ para ser leída a una longitud de onda de 645 nm, en un espectrofotómetro Machery-Nagel UV/vis II.

Para poder establecer la adsorción de este colorante, para estas pruebas se tomaron concentraciones de 1,0 y 3,0 mg L⁻¹ de azul de metileno, Figura 12. Se agregaron 15 mL de azul de metileno de cada solución y 0,01 g del material absorbente activado con la base y el ácido y se agitaron a 100 rpm por 24 h. Al finalizar, se midió la absorbancia, se realizaron correcciones a estas lecturas con

lecturas de blancos que consistían en realizar la misma prueba, pero sin material adsorbente.

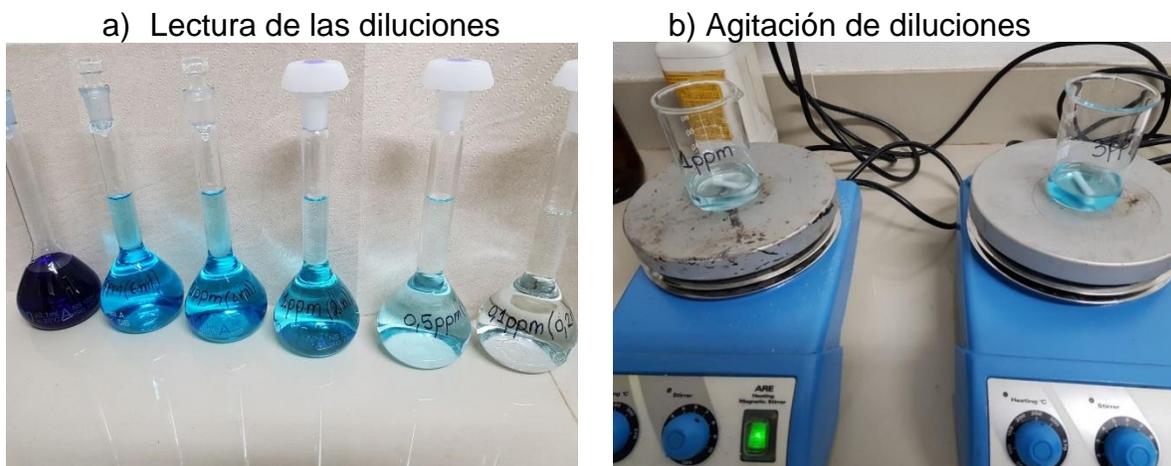


Figura 12. Diluciones de azul de metileno
Fuente: Propia

3.3 FASE 3. Isotermas de Adsorción

En esta última fase se realizaron las isotermas de adsorción, donde fueron evaluados dos modelos de ajuste: Freundlich y Langmuir, Tabla 5.

Tabla 5. Modelos de ajuste de Isotermas de adsorción.

Modelo	Formula	Referencia
Freundlich	$q=KCe^{\frac{1}{n}}$	[30]
Langmuir	$q=\frac{q_{max} b Ce}{1+b Ce}$	[30]

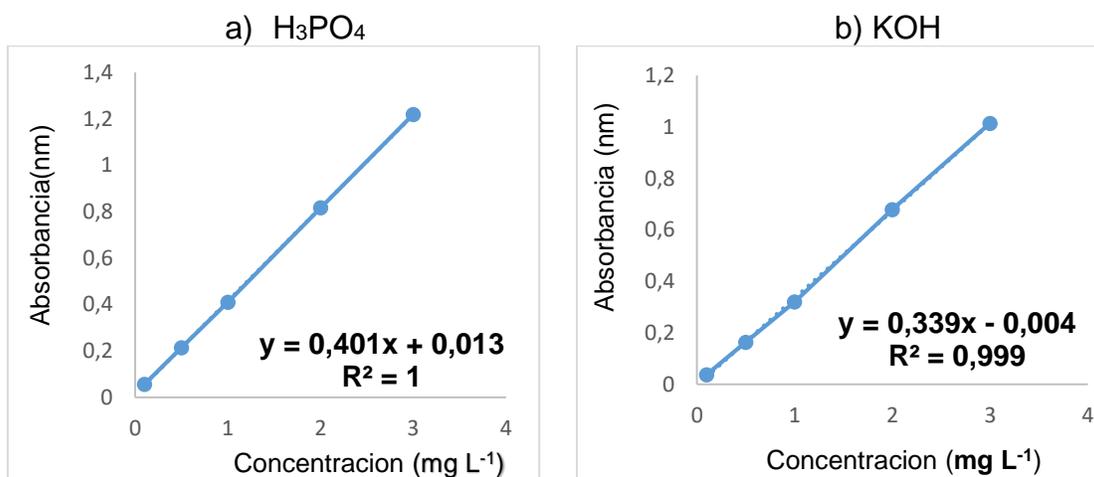
Para obtener los datos y poder hacer un buen ajuste de las isotermas, se preparó una solución patrón de azul de metileno a 50 mg L^{-1} , de la cual se hicieron 10 diluciones (entre $0,1\text{-}10 \text{ mg L}^{-1}$). De cada una de las diluciones se tomaron 15 mL los cuales se agitaron constantemente con 0.01 g de borra activada. Se tomó lectura de absorbancia y concentración cada hora con ayuda del espectrofotómetro Machery-Nagel UV/vis II, con una longitud de onda de 645 nm y para el caso de 0,1 y $0,5 \text{ mg L}^{-1}$, se realizó cada media hora puesto que son las concentraciones más bajas.

CAPITULO V: RESULTADOS Y ANÁLISIS

A continuación, se presentan los resultados obtenidos:

5.1 EFECTIVIDAD DE LA ACTIVACIÓN QUÍMICA DE LA BORRA DE CAFÉ

Para determinar la efectividad de la activación química de la borra de café, se tuvieron en cuenta los resultados de la prueba de absorbancia con azul de metileno (ver Anexo 2), donde se compararon los resultados del material activado con H_3PO_4 y KOH. Las curvas utilizadas para la evaluación de cada activación se muestran a continuación:



Gráfica 1. Curvas de calibración de Azul de metileno

Se observa que la relación entre la absorbancia y la concentración es directamente proporcional y que las gráficas obtenidas cumplen con la ley de Beer-Lambert que especifica que la intensidad de un rayo de luz disminuye exponencialmente a medida que incrementa la concentración de la solución [31].

Para evaluar la eficiencia de remoción de azul de metileno, se utilizó la siguiente fórmula:

$$\text{Ecuación 1} \quad \% \text{ Remoción} = \frac{C_{fb} - C_f}{C_i} \times 100$$

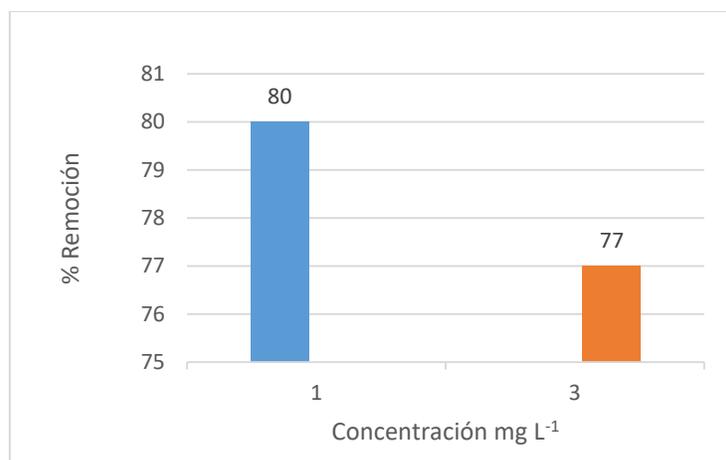
Donde;

C_{fb} : concentración final de la muestra en blanco (mg L⁻¹)

C_f : concentración final de la muestra con borra de café (mg L^{-1})

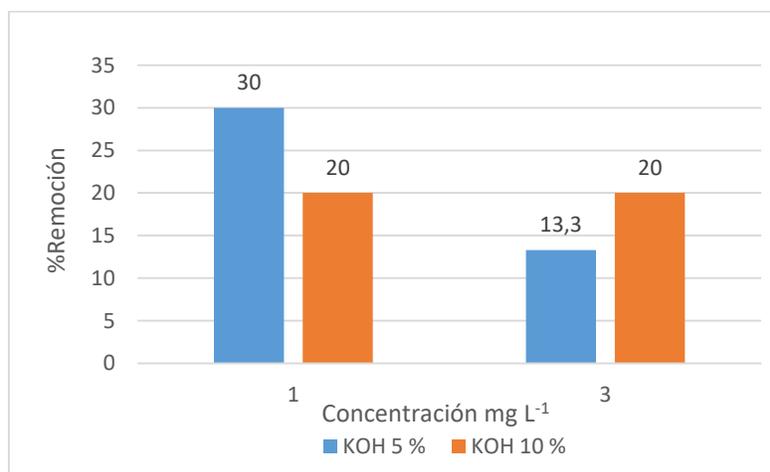
C_i : concentración inicial (mg L^{-1})

En la **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.** se observan los porcentajes de remoción con azul de metileno utilizando borra de café activada con H_3PO_4 .



Gráfica 2. Porcentaje de remoción de azul de metileno con H_3PO_4 al 50 %.

En la **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.** se observan los porcentajes de remoción de azul de metileno, utilizando borra de café activada con KOH.



Gráfica 3. Porcentaje de remoción de azul de metileno con KOH al 5 y 10 %.

La capacidad de adsorción en todos los casos fue relativamente aceptable, al comparar la **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.** y **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.** se evidencia un mejor porcentaje de remoción al utilizar la borra de café activada con H_3PO_4 . Sin embargo, la remoción de azul de metileno por H_3PO_4 y KOH a una concentración de un 1 mg L^{-1} tiene mejores resultados que a concentraciones de 3 mg L^{-1} . El anterior comportamiento se debe a que hubo una disponibilidad relativamente buena de sitios activos de adsorción a bajas concentraciones, por esa razón, gran parte de las moléculas de azul de metileno fueron removidas de la disolución. En consecuencia, la disminución del porcentaje de remoción se dio porque a medida que la concentración inicial aumenta, más moléculas de azul de metileno compiten por los sitios disponibles y aun después de alcanzado el equilibrio, quedan moléculas en la disolución [30].

5.2 CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA DE LA MUESTRA

A continuación, se presentan los resultados de las pruebas realizadas con los dos agentes activadores.

5.2.1 Análisis proximal

En la Tabla 6 se muestran los resultados del análisis proximal para los dos materiales activados y para la borra de café sin activar (ver

Anexo 4).

Tabla 6. Análisis proximal para la borra de café

Activante	Humedad %	Cenizas %	Volátiles %	Carbono Fijo %
H ₃ PO ₄	11,51 +/-0,27	10,8	75,8	1,89
KOH 5%	10,83 +/-0,08	5,30	86,1	0
KOH 10%	10,51+/- 0,75	9,4	85,3	0
Sin activar	95,8 +/-1,93	37,3	62,6	0

En cuanto a la materia prima como precursor, se realizó esta prueba de análisis proximal con el carbón activado donde resalta ciertos factores; por ejemplo, un bajo contenido en material inorgánico (ceniza), suficiente contenido de materia volátil, alta disponibilidad, bajo costo, entre otros. Por lo tanto, la borra de café se considera como una alternativa interesante para la producción de carbón activado con diferentes agentes activadores, tomando en cuenta las características antes mencionadas [32].

La materia volátil contiene un alto contenido en oxígeno, por lo tanto, los enlaces de carbono que quedan libres al desprenderse del oxígeno podrían reaccionar mejor en los procesos de adsorción [17]. Los altos porcentajes de materia volátil se deben a que se trabajó con carbones que fueron sometidos a temperaturas altas, esto puede deberse a un posible efecto de los agentes activadores durante el proceso de la borra [33].

Es beneficioso que el material presente bajos contenidos de cenizas, es decir que tienen buenas características que favorecieron en la fase de activación. A diferencia de los materiales activados, se resalta que el material sin activar presenta un elevado porcentaje de cenizas, lo que causa una dificultad para la generación de un carbonizado poroso.

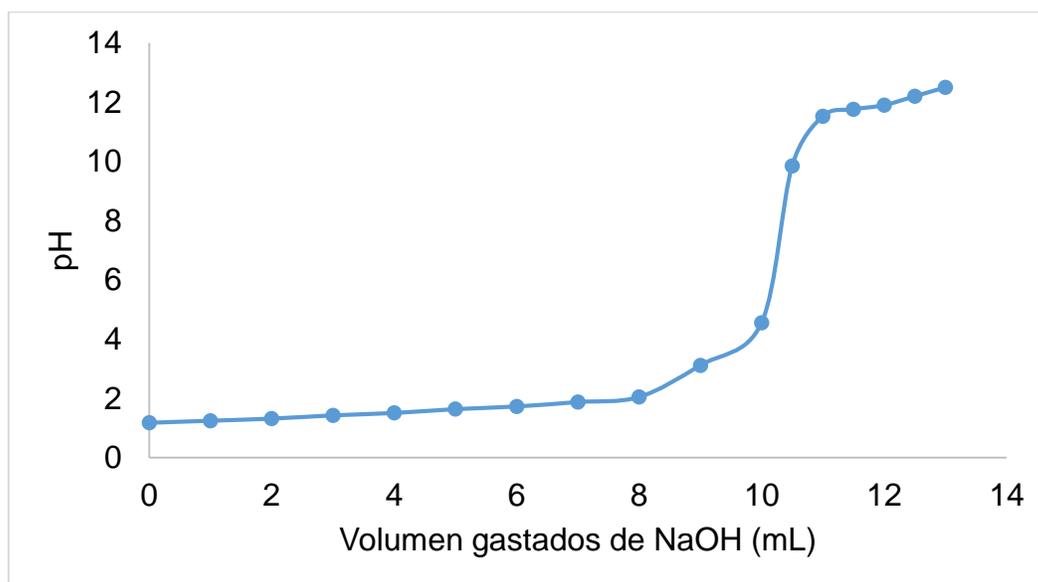
En la Tabla 6 se observa que no todos los materiales presentaron contenido de carbono fijo, sin embargo, el material activado por H₃PO₄ al 50 % v/v, presentó un

porcentaje de 1,89%, lo que resulta conveniente y apropiado para ser un buen precursor de carbón activado.

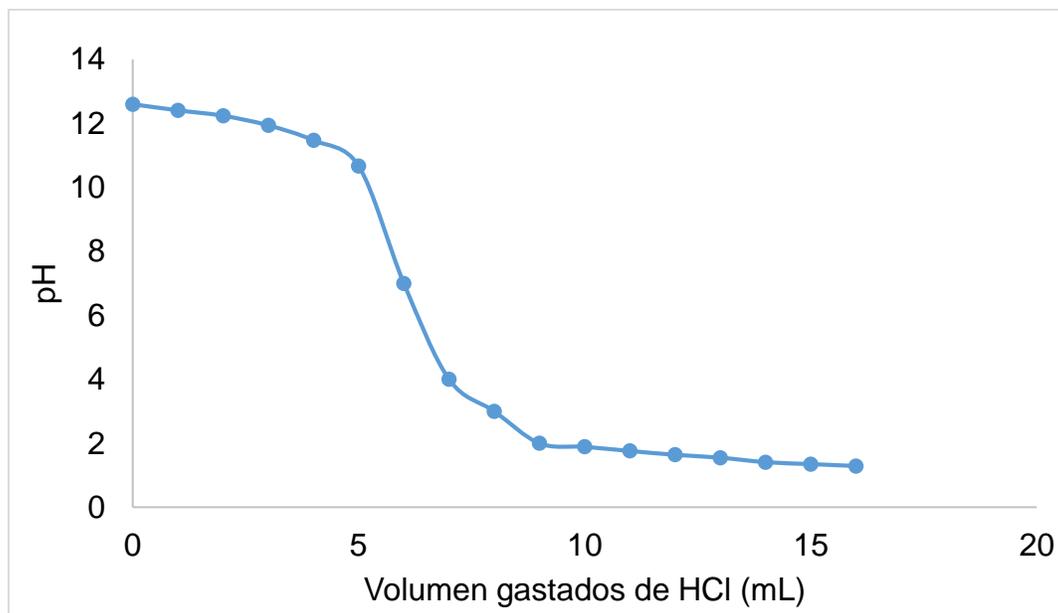
5.2.1 Determinación de sitios ácidos y básicos

De acuerdo con los resultados obtenidos en las pruebas de análisis proximal, se definió que el material que presenta mejores características fisicoquímicas es el activado por H_3PO_4 al 50 % v/v, así que se decidió continuar trabajando con este para las pruebas restantes.

Para la determinación de los sitios activos ácidos o bases en el material activado con H_3PO_4 , se realizaron titulaciones con ácido y base (ver Anexo 5). En las Gráfica 3Gráfica 4 se observan las curvas de titulación para la determinación de sitios ácidos y básicos de la borra de café.



Gráfica 4. Curva de titulación para la determinación de sitios básicos



Gráfica 5. Curva de titulación para la determinación de sitios ácidos

Las curvas de sitios ácidos y básicos, dejaron evidenciar el punto en que se ha adicionado el volumen de ácido o base, para que se provoque la reacción estequiométrica con los grupos funcionales ácidos o básicos presentes en la borra de café. Este punto, es el punto de equivalencia e indica el valor del pH en donde ocurre la protonación y la desprotonación de los grupos ácidos en la superficie del material [34].

Además, la aplicación de la técnica del método Boehm es de gran importancia para la caracterización de materiales heterogéneos, como en este caso, ya que es el método fisicoquímico usado para estudiar las propiedades acido-base de los sólidos. La determinación de estos sitios se logra mediante una caracterización de la química superficial del biosorbente (borra de café), que depende en una buena parte, de su contenido de heteroátomos y estos a su vez determinan la carga de la superficie, su hidrofobicidad, acidez y basicidad total, tales factores intervienen en la capacidad de la adsorción del material [28].

En la Tabla 7 se reporta el total de sitios ácidos y básicos, obtenido por titulación de Boehm.

Tabla 7. Resumen de sitios ácidos y básicos de la borra de café.

Determinación de sitios Ácidos (mEq)	Determinación de sitios Básicos (mEq)
0,06	0,1

Estos resultados permiten establecer que en el material predominan los grupos básicos, por este motivo la borra de café presenta mayor afinidad para intercambiar o enlazar cationes debido a la mayoritaria presencia de iones OH^- en la superficie del sólido [24], [11].

5.3 CAPACIDAD DE ADSORCIÓN

Para determinar la capacidad de adsorción, se realizaron pruebas de adsorción de azul de metileno, los cuales se ajustaron a dos modelos de Isotermas; Langmuir y Freundlich.

En la Tabla 8 se muestran los datos de adsorción experimentales y calculados por los modelos de isotermas utilizados.

Tabla 8. Datos para el ajuste de isotermas de adsorción

Datos Experimentales		Langmuir		Freundlich	
		Datos Calculados		Datos Calculados	
C_{eq} [mg L ⁻¹]	q_e [mg/g]	q_e calculado	% Error	q_e calculado	% Error
0,3	0,15	0,66	0,26	0,07	0,00
0,5	0,45	1,10	0,42	0,22	0,05
0,9	0,9	1,98	1,16	0,77	0,01
1,5	3,75	3,29	0,21	2,26	2,20
1,8	1,8	3,95	4,63	3,33	2,35
2,3	5,1	5,04	0,01	5,60	0,25
2,5	7,35	5,48	3,49	6,69	0,44
Σ			10,18		5,32

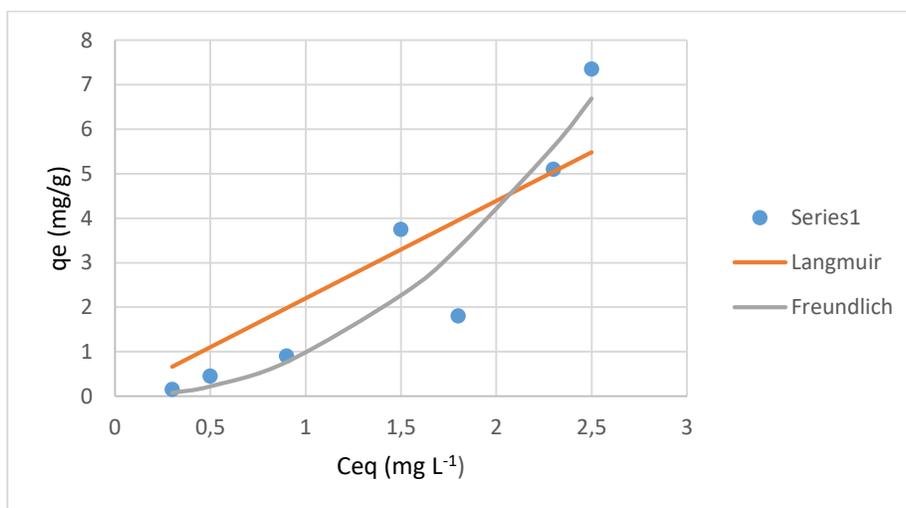
Donde;

C_{eq} : Concentración de equilibrio del adsorbato correspondiente a q ($mg L^{-1}$)

q_e : Capacidad del adsorbato ($mg g^{-1}$)

% Error: porcentaje de error

El modelo de Isoterma de Freundlich se ajusta mejor al proceso de adsorción ya que su ecuación; los valores de los coeficientes K y $1/n$ son más útiles y precisos en soluciones de rangos medios y bajos de concentración, como se evidencia en la **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.**, en el cual se muestra como el modelo de Freundlich se ajusta a los datos experimentales [35].



Gráfica 6. Ajuste de isoterma

En la Tabla 9 se reportan las constantes de coeficiente de correlación de R^2 de los modelos de isoterma de Langmuir y Freundlich.

Tabla 9. Datos de constantes de Langmuir y Freundlich

pH	Constantes de Langmuir			Constantes de Freundlich		
	Coefficiente de correlación R^2	q_{max} ($mg g^{-1}$)	b ($dm^3 mg^{-1}$)	Coefficiente de correlación R^2	k ($mg g^{-1}$) ($dm^3 mg^{-1}$) $^{1/n}$	$1/n$
6,5-7	0,77	1304,0	0,0017	0,88	0,96	2,12

Se compararon los coeficientes de correlación (R^2) para determinar qué modelo de isoterma se ajusta mejor, para la isoterma de Langmuir se encontró un R^2 de 0,77 y para Freundlich 0,88 a pH entre 6,5 -7,0 demostrando que la isoterma de Freundlich se ajusta mejor al proceso de adsorción.

Las constantes de Langmuir; q_{max} y b representan la capacidad máxima de adsorción de la fase sólida ($mg\ g^{-1}$), y la constante de energía relacionada con el calor de adsorción, respectivamente ($dm^3\ mg^{-1}$), es decir que describe la afinidad que hay entre la borra de café con el azul de metileno [36].

El ajuste de isotermas indica que es de tipo III, lo que indica que es preferente la adsorción multicapas, debido a una alta afinidad entre las propias moléculas del adsorbato, mayor que la afinidad entre adsorbente y el adsorbato. Esto conlleva a clasificar a los sitios de adsorción como débiles [17].

El exponente (1/n) es 2,12 denominado también factor de heterogeneidad denota la intensidad de adsorción, en este caso como el valor de (1/n) es mayor a 1 indica una adsorción favorable [37]. Además, la naturaleza energética de los sitios de adsorción es de carácter homogéneo, lo que conlleva a la categorización de estos sitios como débiles para la adsorción en medio acuoso [35].

En la Tabla 10 se establece una comparación de la borra de café activada con ambos agentes activadores para considerar su uso en el proceso de caracterización y adsorción, de acuerdo con las diferentes variables que se mencionan.

Tabla 10. Comparación de variables de los agentes activadores.

Agente Activante	Tiempo (horas)	Prueba Azul de Metileno	Análisis proximal	
		(% remoción)	Cenizas	Carbono fijo
H ₃ PO ₄	4	80	10,8	1,89
KOH 5%	6	30	5,3	0
KOH 10%	6	20	9,4	0

De acuerdo a las variables mencionadas en la *Tabla 10*, es importante mencionar que el carbón activado no solo depende del tipo de materia prima sino de los agentes activadores y la duración del proceso de activación, por lo tanto las mejores condiciones para la formación del carbón activado fueron al utilizar H_3PO_4 al 50% v/v, el cual indicó ser el más favorable para procesos de caracterización y adsorción ya que si se tiene mejor rendimiento del carbón activado y mejor porosidad presenta mejores propiedades del mismo.

CAPITULO VI: CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

CONCLUSIONES

La borra de café es un gran adsorbente natural, que al ser potencializado con activaciones químicas utilizando KOH y H_3PO_4 contribuyen a que el material bioadsorbente aumente su capacidad de adsorción. Cabe resaltar que las activaciones realizadas con ácido fosfórico fueron más eficientes.

La impregnación realizada con ambos agentes activadores a concentraciones de 3 y 1 mg L⁻¹ arrojaron una buena adsorción, sin embargo, el ácido fosfórico se caracterizó por lograr porcentajes altos de remoción de 77 y 80 % respectivamente.

Las pruebas de cenizas, humedad, volátiles y carbono fijo son de gran apoyo para la caracterización de la biomasa. En este estudio se corroboró que la borra de café tiene altos porcentajes de materia orgánica, por lo cual su tiempo de vida útil es corto debido a su naturaleza biodegradable.

Las isotermas experimentales se ajustaron con el modelo de Freundlich, de tipo III, es decir una adsorción en multicapas sobre el material y sus sitios de adsorción fueron carácter homogéneo. En conclusión, a las condiciones empleadas, la

adsorción se puede considerar como reversible, por ende, es posible reutilizar el adsorbente.

Los resultados indican que es una alternativa viable y de bajo costo para la fabricación de carbón activado, debido a que sus propiedades fisicoquímicas son favorables.

RECOMENDACIONES

Se recomienda para próximos estudios realizar un análisis proximal completo para tener una mejor caracterización de la borra de café.

Realizar diferentes ensayos con el fin de evaluar el proceso de adsorción empleando otros colorantes.

Desarrollar una metodología para el proceso de desorción con el fin de reutilizar el adsorbente.

Se recomienda evaluar otros residuos generados en la producción del café como alternativas de material adsorbente.

Realizar estudios que determine o aproximen el tiempo de vida útil de la borra de café o de subproductos generados del café.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] C. N. Cafetalero, «Análisis de mercado mundial del Café,» de XLVI Congreso Nacional Cafetero Ordinario, Colombia, 2017.
- [2] N. R. V. y. D. A. Zambrano, «Los subproductos del cafe: fuente de energia renovable,» Calidad y manejo ambiental , Chinchina, Caldas, Colombia 2010.
- [3] R. Cardenas y J. Ortiz, Manejo integrado del recurso agua, en el proceso de beneficio húmedo del café, para la asociación de productores de café especial “acafeto” en el municipio de fresno departamento del Tolima, Manizales, Caldas, 2014.
- [4] Supracafé, «Colombia sabe a Café y Madrid toma café de Colombia,» 25 04 2016. [En línea]. Available: <http://www.supracafe.com/press-releases/la-ocde-selecciona-a-supracafe-como-proveedor-oficial-de-cafe-para-el-foro-2016-en-paris/>.
- [5] R. Rathinavelu y G. Graziosi, Posibles Usos Alternativos de los Residuos y Subproductos del Cafe, Universidad de Trieste, 2005.
- [6] G. Roa, J. Oliveros, J. Álvarez, J. Ramírez, J. Sanz, D. Zambrano, G. Puerta y N. Rodriguez , «Beneficio Ecológico del Café,» Chinchiná, 1999.

- [7] F. Colpas, A. Taron y R. Gonzales , «surface area of actived and modified charcoals obtained from agricultural resources Sachatum Officinarum,» Revista de ciencias agricolas , vol. 34 , nº 2, pp. 62-72, 2017.
- [8] J. Solís, «Obtención de carón activado a partir de residuos agroindustriales y su evaluacion en la remoción de color del jugo de caña,» Multiciencias, vol. 27, nº 1, Enero-Junio 2012.
- [9] G. Castellar, M. Cely, B. Cardozo y C. Rosales, «Aprovechamiento de la Borra de Café para la produccion de carbón activado y su evaluacion en la adsorción del colorante azul marino directo,» Barranquilla, Colombia, 2017.
- [10] A. Urribarri, A. Zabala, J. Sánchez, E. Arenas , C. Chandler, M. Rincón y E. González, «Evaluación del potencial de la borra de café como materia prima para la produccion de biodiesel,» Multiciencias, vol. 14, nº 2, pp. 129-139, 2014.
- [11] F. Angarita, «BORRA DE CAFÉ COMO MATERIAL ADSORBENTE PARA LA REMOCIÓN DE CROMO (II),» Bogota, Colombia , 2013.
- [12] «Superficies sólidas: adsorción y catálisis heterogénea,» Química Fisica Avanzada, Tema 7. 1ra Ediccion.
- [13] C. O. A. & J. L. Tovar, «Adsorción de metales pesados en aguas residuales usando materiales de origen biológico,» Tecno Lógicas, vol. 18, nº 34, pp. 109-123, 2014.
- [14] L. Sanez, Fisico Química de Alimentos, Ingeniería Química: Universidad Nacional de Callao, 2010, pp. 62-70.
- [15] J. Viades , «Adsorción de agua en alimentos. Isotherma de adsorción de Guggenheim, Anderson y de Boer (GAB),» Mexico, 2008.
- [16] R. Cornell y Schwertmann, The iron oxides: Structure, propertics, reactions, occurences and uses., Weinheim, Germany: Wiley-VCH GmbH y Co, 2nd ed, 2003.
- [17] J. Rodriguez , «Modificación y Caracterización Calorimétrica de Carbón Activado Granular, para la Remoción de Cd (II) y Ni (II) en Adsorción Simple y Competitiva,» Facultad de Ciencias, Departamento de Química, Universidad Nacional , Bogota, Colombia , 2011.

- [18] R. Lopez, «Caracterización de Medios Porosos,» Tesis para optar al grado de Doctor en Física, San Luis, Argentina , 2004.
- [19] P. J. & B. A. Rodriguez, «Adsorción en carbón activo,» 2015.
- [20] S. E.-H. B. & S. S. Abdel, «Adsorption characteristics of activated carbons obtained from corncobs,» Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, pp. 209-221, 2001.
- [21] E. Patenele, A. Winkler y E. Gómez , «Adsorption of Cd(II) and Pb(II) onto functionalized formic lignin from sugar cane bagasse,» ELSEVIER, vol. 68, pp. 95-100, 01 04 1999.
- [22] J. Vargas, L. Giraldo y J. Moreno, «Obtención y caracterización de carbones activados a partir de semillas de Mucuna sp,» Revista Colombiana de Química, vol. 1, nº 37, pp. 67-77, 2008.
- [23] R. Juang, F. Wu y R. Tseng, «Characterization and use of activated carbons prepared from bagasses for liquid-phase adsorption.,» Colloids and surfaces, pp. 191-199, 2002.
- [24] J. Ramos, «Estudio del proceso de Biosorción de Colorantes,» Línea de Investigación de Termodinámica, Bogotá, D.C., 2010.
- [25] «PLAN BÁSICO DE ORDENAMIENTO TERRITORIAL MUNICIPIO DE CAJIBIO,» Cajibío, Cauca., 2002.
- [26] ASTM - American Society for Testing and Materials, American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, vol. 01.08, Anual Book of ASTM, 2004, p. 713p.
- [27] I. R. Zuñiga, «Manual de prácticas Química industrial,» facultad de ciencias naturales, exactas y de la educación , Popayán-Cauca, 2006.
- [28] H. Boehm, «Surface oxides on carbon and their analysis: a critical assessment,» Carbon , vol. 40, pp. 145-149, 2002.
- [29] P. Estupiñán, L. Giraldo y J. Pirajan, «Surface chemistry activated carbons modification. Effect of oxidation with HNO₃ and H₂O₂ solutions on the elimination of cadmium (II) in aqueous solution,» AFINIDAD LXXI, pp. 49-56, 2013.

- [30] G. Castellar , E. Angulo, A. Zambrano y D. Charris, «Adsorption equilibrium of methylene blue dye on activated carbon,» Rev U.D.C.A. , vol. (16), nº 1, pp. 263-271, 2013.
- [31] K. Hidalgo y s. Rivera, «Obtencion de carbon activado apartir del bagazo del cafe como una propuesta de utilizacion del residuo de una industria cafetera,» Guayaquil-Ecuador , 2017.
- [32] C. Sepulveda, «PRODUCCIÓN DE CARBÓN ACTIVADO A PARTIR DE LA CÁSCARA DE FRIJOL DE SOYA PARA SU APLICACIÓN COMO ADSORBENTE EN EL TRATAMIENTO DE AGUAS RESIDUALES CONTAMINADAS CON COLORANTE VERDE DE MALAQUITA,» Nuevo Leon, 2014.
- [33] A. Alvis , A. López y M. Romero, «Removal of methylene blue from aqueous solutions using cassava peel (Manihot esculenta) modified with phosphoric acid,» Prospectiva, vol. 12, nº 2, pp. 60-73, 2017.
- [34] J. Mahecha , «ESTUDIO DE LA BIOADSORCIÓN DE FENOLES TOTALES PROVENIENTES DE AGUAS RESIDUALES DEL BENEFICIO HÚMEDO DEL CAFÉ SOBRE LUFFA CYLINDRICA PARA LA DISMINUCIÓN DE LA DQO,» Bogotá, 2016.
- [35] E. Worch, Adsorption Technology In Water Treatment, Germany: Walter de Gruyter GmbH & Co, 2012.
- [36] A. Moreno, «ESTUDIO DE DIFERENTES BIOADSORBENTES COMO POSIBLE RETENEDORES DE FOSFATOS EN AGUAS,» Bogotá, Colombia, 2013.
- [37] M. Medina, E. Cutiño, F. Calzadilla y D. Tort, «Nickel and cobalt adsorption on activated coal of coconut shell,» Tecnologia Quimica , vol. 35, nº 1, pp. 110-124, 2014.
- [38] O. Cobos, L. Garcia y J. Londoño , «Estudio de la biosorción de cromo con hoja de café,» Ing. e Investigacion, vol. 29, nº 2, pp. 59-64, 2009.
- [39] N. Rajamohan , M. Rajasimman y M. Dilipkumar, «Parametric and kinetic studies on biosorption of mercury using modified Phoenix Dactylifera biomass,» Journal of the Larwan Institute of Chemical Engineers, vol. 1, pp. 2622-2527, 2014.

- [40] G. Quintana, J. Velásquez, C. Gómez y Y. Echavarría, «Adsorción de Ni (II) en Carbón Activado de Cascarilla de Café,» *Investigaciones Aplicadas*, nº 3, pp. 1-6, Mayo 2008.
- [41] R. Villanueva, «Biosorción de metales pesados mediante el uso de biomasa microbiana,» *Revista Latinoamericana de Microbiología*, vol. 2, nº 42, pp. 131-143, 2000.
- [42] A. Marengo, «Estudio de diferentes bioadsorbentes como posibles retenedores de fosfatos en aguas,» 2013.
- [43] C. Xunjun , «Modeling of Experimental Adsorption Isotherm Data,» *open access information* , vol. 6, pp. 14-22, 2015.
- [44] Y. Rodriguez, L. Salinas, C. Ríos y L. Vargas, «Adsorbentes a base de cascarilla de arroz en la retención de cromo de efluentes de la industria de curtiembres,» *Bioteología en el Sector Agropecuario y Agroindustrial*, vol. 10, nº 1, pp. 146-156, Enero-Junio 2012.
- [45] R. W. F. & T. R. Juang, «Characterization and use of activated carbons prepared from bagasses for liquid-phase adsorption.,» *Colloids and surfaces*, pp. 191-199, 2002.
- [46] T. Anirudhan y S. Sreejumari, «Adsorption removal of heavy metal ions from industrial effluents using activated carbon derived from waste coconut buttons,» *Journal of Environmental Sciences*, vol. 12, nº 23, 2011.
- [47] A. Nashine y A. Tembhurkar, «Equilibrium kinetic and thermodynamic studies for adsorption of As (III) on Coconout (Cocos Nucifera L.) fiber,» *Journal of Environmental Chemical Engineering*, pp. 3267-3273, 2016.
- [48] J. Velásquez, L. Mejía, F. Carrasquilla, R. Lopez y B. Garcés, «Obtención de Carbon Activado a partir de cascara de coco pretratada con vapor,» *Investigaciones Aplicadas*, nº 1, pp. 1-5, 29 06 2007.
- [49] K. Lagos , «Bioadsorción de cromo con borra de café en efluentes de una industria curtiembre local,» Lima, Perú, 2016.
- [50] J. M. L. G. J. Vargas, «Obtención y caracterización de carbones activados a partir de semillas de Mucuna sp,» *Revista Colombiana de Química*, vol. 1, nº 37, pp. 67-77, 2008.
- [51] C. Saka, «BET, TG-DTG, FT-IR, SEM, análisis del número de yodo y preparación de carbono activado de la cáscara de bellota por activación

química con Cloruro de Zinc,» Journal of Analytical and Applied Pyrolysis, pp. 21-24, 2012.

[52] F. Angarita , «BORRA DE CAFÉ COMO MATERIAL ADSORBENTE PARA LA REMOCIÓN DE CROMO (II),» Bogotá, 2013.

ANEXOS

Anexo 1. Calculo de la densidad

Ecuación 2

$$d = \frac{m}{v}$$

Dónde: d: densidad de la base

m: masa de la base

v: volumen del recipiente

$$d = \frac{36,478 \text{ g}}{25 \text{ mL}}$$

$$d = 1,459 \text{ g/mL}$$

Despejar V, teniendo una relación 3:1

Ecuación 3

$$V = \frac{m}{d}$$

Dónde: d: densidad de la base
m: masa de la base
v: volumen del recipiente

$$V = \frac{30 \text{ g}}{\text{g/mL}}$$

$$V = \text{mL KOH}$$

Relación 3:1;

$$= 5 \text{ mL KOH} \times 3$$

$$= 15 \text{ mL KOH}$$

Para impregnar 5 g de borra de café por 2 horas, donde se utilizaron 15 mL de hidróxido de potasio; se secó nuevamente a 100 °C por 2 h y se lavó con agua destilada para ajustar el pH con ácido fosfórico (aprox. > 1 mL al 10%), hasta alcanzar un valor promedio entre 6,5 y 7,0 para llevar a un tercer secado final por 6 horas.

Segundo se calculó la densidad del ácido fosfórico con la *Ecuación 2* :

$$d = \frac{m}{v}$$

Dónde: d: densidad del ácido
m: masa del ácido
v: volumen del recipiente

$$d = \frac{43,906 \text{ g}}{25 \text{ mL}}$$

$$d = 1.76 \text{ g/mL}$$

Una vez obtenida la densidad del ácido se procedió a calcular el volumen necesario para la impregnación del total de la borra con la *Ecuación 3* teniendo en cuenta que debe llevar una relación 3:1.

$$V = \frac{m}{d}$$

$$V = \frac{15 \text{ g}}{1.76 \text{ g/mL}}$$

$$V = 8.5 \text{ mL } H_3PO_4$$

Relación 3:1;

$$= 8.5 \text{ mL } H_3PO_4 \times 2$$

$$= 17 \text{ mL } H_3PO_4$$

Para impregnar 5 g de borra de café por 48 horas se utilizaron 17 mL de ácido fosfórico; se secó nuevamente a 100 °C por 24 h y se lavó con agua destilada para ajustar el pH con hidróxido de sodio (aprox. 1 mL al 10%), hasta alcanzar un valor promedio entre 6,5 y 7,0 para llevar a un tercer secado final por 4 horas.

Anexo 2. Absorbancia con ácido fosfórico comercial

Tabla 11. Curva inicial de azul de metileno para ácido fosfórico comercial

Concentración (mg L ⁻¹)	Absorbancia 645 nm
0,1	0,056
0,5	0,214

1	0,410
2	0,817
3	1,219

Absorbancia con hidróxido de potasio

Tabla 12. Datos para realizar la curva inicial de azul de metileno para hidróxido de potasio

Concentración (mg L ⁻¹)	Absorbancia 645 nm
0,1	0,038
0,5	0,164
1	0,32
2	0,679
3	1,014

Anexo 3. Lecturas de azul de metileno para borra de café activada con H₃PO₄ y KOH

Tabla 13. Lectura de azul de metileno para borra activada con H₃PO₄

Concentración (mg L ⁻¹)	Absorbancia (nm)	Concentración final (mg L ⁻¹)	Remoción %
3 Inicial	0,950	3,0	
3 Blanco	0,094	2,3	77
3 Borra	0,066	0,1	
1 Inicial	0,337	1,0	
1 Blanco	0,412	0,9	80
1 Borra	0,008	0,1	

Tabla 14. Lectura de azul de metileno para borra de café con KOH

Concentración (mg L ⁻¹)	Absorbancia (nm)	Concentración final (mg L ⁻¹)	Remoción %
3 Inicial	0,872	3,0	

	Blanco	0,149	0,9	
	Borra 5%	0,180	0,5	13,3
	borra 10%	0,083	0,3	20
	Inicial	0,294	1,0	
1	Blanco	0,246	0,4	
	Borra 5%	0,046	0,1	30
	borra 10%	0,062	0,2	20

Anexo 4. Análisis proximal: humedad, cenizas.

Ácido Fosfórico al 50%

CRISOL 1						
Pesos Iniciales			Peso Humedad	%	% Humedad	Desviacion
M1	28,9513		29,8363	88,48	11,52	0,30
M1	28,9516		29,8324	88,09	11,91	
M1	28,9513		29,8303	87,88	12,12	
Xi	28,9514	Xi	29,8330	Prom	11,85	
Borra	1,0001			Max	12,15	
				Min	11,85	

Pesos Iniciales		% de Cenizas	% de Volatiles	h- c = Volatiles
M1	29,0531	10,0	78,5	0,7847333
M1	29,0459			
M1	29,0458			
Xi	29,0483			
Borra	1,0001			

CRISOL 2						
Pesos Iniciales			Peso Humedad	%	% Humedad	Desviacion
M2	31,2385		32,1293	89,09	10,91	0,24
M2	31,2384		32,1266	88,82	11,18	
M2	31,2381		32,1245	88,61	11,39	
Xi	31,2383	Xi	32,1268	Prom	11,16	
Borra	1,0001			Max	11,40	
				Min	11,16	

Pesos Iniciales		% de Cenizas	% de Volatiles
M2	31,3840	11,6	77,59
M2	31,3368		
M2	31,3317		
Xi	31,350833		
Borra	1,0001		

CRISOL 3						
Pesos Iniciales			Peso Humedad	%	% Humedad	Desviacion
M3	31,9924		32,9032	90,91	9,09	0,11
M3	31,9949		32,9035	90,94	9,06	
M3	31,9946		32,9053	91,12	8,88	
Xi	31,993967	Xi	32,904	Prom	9,01	
Borra	1,0001			Max	9,12	
				Min	9,01	

Pesos Iniciales		% Cenizas	% Volatiles
M3	32,4137	20,0	71,35
M3	32,1114		
M3	32,0462		
Xi	32,1904		
Borra	1,0001		

Hidróxido de potasio al 5%

CRISOL #1						
Pesos Iniciales			Peso Humedad	%	% Humedad	Desviacion
M1	31,2443		32,1364	89,07	10,93	0,04
M1	31,2443		32,1356	88,99	11,01	
M1	31,2443		32,1357	89,00	11,00	
Xi	31,2443	Xi	32,1359	Prom	10,98	
Borra	1,0016			Max	11,03	
				Min	10,98	

Pesos Iniciales	% de Cenizas	% volatiles	h-c
M1	8,1	86,0	0,86
M1			
M1			
Xi			
Borra			

CRISOL #2						
Pesos Iniciales			Peso Humedad	%	% Humedad	Desviacion
M2	28,9549		29,8496	89,33	10,67	0,10
M2	28,9549		29,8493	89,30	10,70	
M2	28,9549		29,8511	89,48	10,52	
Xi	28,9549	Xi	29,8500	Prom	10,63	
Borra	1,0016			Max	10,73	
				Min	10,63	

Pesos Iniciales	% de Cenizas	% volatiles	h-c
M2	7,8	86,2	
M2			
M2			
Xi			28,9863667
Borra			1,0016

Hidróxido de potasio 10%

CRISOL #2						
Pesos Iniciales			Peso Humedad	%	% Humedad	Desviacion
M2	36,1548		37,0599	90,35	9,65	0,75
M2	36,1548		37,0474	89,11	10,89	
M2	36,1541		37,0465	89,02	10,98	
Xi	36,15457	Xi	37,0513	Prom	10,51	
Borra	1,002			Max	11,26	
				Min	10,51	

BORRA SIN ACTIVAR						
Pesos Iniciales			Peso Humedad	%	% Humedad	Desviacion
M1	28,4035		29,9922	0,52	99,48	0,46
M1	28,403		29,9916	-0,19	100,19	
M1	28,403		29,9915	-0,33	100,33	
Xi	28,4032	Xi	29,9918	Prom	100,00	
Borra	1			Max	100,46	
	1,0013			Min	100,00	

Pesos Iniciales		% de Cenizas	% de Volatiles	h-c
M2	36,1985	11,4	85,3	0,85506667
M2	36,1954			
M2	36,1947			
Xi	36,1962			
Borra	1,002			85,3359947

Anexo 5. Datos obtenidos para la determinación de grupos ácidos y básicos.

Volumen de NaOH (ml)	pH	Volumen de HCl (ml)	pH
0	1,18	0	12,6
1	1,25	1	12,41
2	1,32	2	12,24
3	1,43	3	11,94
4	1,51	4	11,47
5	1,64	5	10,67
6	1,73	6	7
7	1,88	7	4
8	2,05	8	3
9	3,12	9	2

10	4,55	10	1,89
10,5	9,85	11	1,76
11	11,53	12	1,64
11,5	11,76	13	1,55
12	11,9	14	1,41
12,5	12,2	15	1,35
13	12,5	16	1,29

Titulación con HCl:

$$C_2 = \frac{0,09724 \text{ mol} * 7 \text{ mL}}{10 \text{ mL}}$$

$$C_2 = 0,06 \text{ mol}$$

Reemplazo para la titulación con NaOH:

$$C_2 = \frac{0,092 \text{ mol} * 10,5 \text{ mL}}{10 \text{ mL}}$$

$$C_2 = 0,10 \text{ mol}$$

0.1mg L-1				
Tiempo	Blanco 0.1mg L-1	con borra 0.1 mg L-1	A	T %
inicial	0,1		0,056	87,9
30 min	0,1(mg/L)		0,031	93,1
		0,1(mg/L)	0,026	94,2
1 Hora	0,1(mg/L)		0,025	94,4
		0,1(mg/L)	0,026	94,2

0.1mg L-1 repetición				
Tiempo	Blanco 0.1mg L-1	con borra 0.1 mg L-1	A	T %
inicial	0,1		0,056	87,9
30 min	0,1(mg/L)		0,03	93,3
		0,1(mg/L)	0,023	94,8
1 Hora	0,1(mg/L)		0,035	92,3
		0,1(mg/L)	0,027	94

0.5mg L-1				
Tiempo	Blanco 0.5mg L-1	con borra 0.5 mg L-1	A	T %
inicial	0,4		0,168	67,9
1 Hora	0,3		0,113	77,1
		0,3	0,105	78,5
1 Hr 30min	0,3		0,104	78,7
		0,2	0,088	81,7
2 Hrs	0,3		0,100	79,4
		0,2	0,074	83,4

0.5mg L-1 repetición				
Tiempo	Blanco 0.5mg L-1	con borra 0.5 mg L-1	A	T %
inicial	0,4		0,168	67,9
30 min	0,3		0,098	80
		0,3	0,100	79
1 Hr 30min	0,2		0,091	81,1
		0,2	0,080	83
2 Hrs	0,2		0,086	82
		0,2	0,071	84,9

1mg L-1				
Tiempo	Blanco 1mg L-1	con borra 1mg L-1	A	T
Inicial	0,8		0,304	49,7
1 hora	0,6		0,232	58,6
		0,3	0,135	73,3
3 horas	0,5		0,193	64,1
		0,2	0,072	84,7
4 horas	0,5		0,189	64,7
		0,2	0,079	83,4

1mg L-1 repetición				
Tiempo	Blanco 1mg L-1	con borra 1mg L-1	A	T
Inicial	0,8		0,304	49,7
1 hora	0,4		0,142	72,1
		0,5	0,213	61,2
3 horas	0,3		0,115	76,7
		0,3	0,124	75,2
4 horas	0,3		0,107	78,2
		0,3	0,105	78,5

2mg L⁻¹				
Tiempo	Blanco 2mg L-1	Con borra 2mg L-1	A	T%
inicial	1,5		0,600	25,1
1 hora	1.1		0,437	36,6
		0,7	0,269	53,8
3 horas	1.0		0,386	41,1

		0,4	0,163	68,7
4 horas	0.9		0,363	43,4
		0,3	0,111	77,4
5 horas	0.9		0,348	44,9
		0,2	0,092	80,9
6 horas	0.8		0,336	46,1
		0,2	0,088	81,7

2mg L-1 repetición				
Tiempo	Blanco 2mg L-1	Con borra2mg L-1	A	T%
inicial	1,5		0,600	25,1
1 hora	1.5		0,583	26,1
		1,1	0,440	36,3
3 horas	1,3		0,536	29,1
		0,4	0,144	71,8
4 horas	1,3		0,525	29,9
		0,3	0,103	78,9
5 horas	1,3		0,502	31,5
		0,2	0,070	85,1
6 horas	1,2		0,487	32,6
		0,1	0,059	87,3

3mg L-1				
Tiempo	Blanco 3mg L-1	Con borra3mg L-1	A	T %
Inicial	3,0		1,219	6
3 horas	2,6		1,033	9,3
		1,5	0,587	25,9
6 horas	1,7		0,672	21,3
		0,7	0,294	50,8
21 horas	1,5		0,591	25,6
		0,2	0,068	85,5
22 horas	1,4		0,580	26,3
		0,2	0,06	87,1

3mg L-1 repetición				
Tiempo	Blanco 3mg L-1	Con borra3mg L-1	A	T %
Inicial	3,0		1,219	6
3 horas	2,6		1,033	9,3

		1,5	0,587	25,9
6 horas	1,7		0,672	21,3
		0,7	0,294	50,8
21 horas	1,5		0,591	25,6
		0,2	0,068	85,5
22 horas	1,4		0,580	26,3
		0,2	0,06	87,1

4mg L-1				
Tiempo	Blanco 4mg L-1	Con borra4mg L-1	A	T %
Inicial	4,0		1,663	2,2
4horas	3,3		1,312	4,9
		1,3	0,511	30,8
7 horas	3,1		1,262	5,5
		0,7	0,286	51,8
8 horas	3,1		1,236	5,8
		0,6	0,256	55,5

4mg L-1 repetición				
Tiempo	Blanco 4mg L-1	Con borra4mg L-1	A	T %
Inicial	4,0		1,663	2,2
4horas	2,8		1,142	7,2
		1,2	0,478	33,3
7 horas	2,8		1,104	7,9
		0,6	0,253	55,8
8 horas	2,7		1,067	8,6
		0,6	0,227	59,3

5 mg L-1				
Tiempo	Blanco 5mg L-1	Con borra5mg L-1	A	T %
Inicial	4,2		1,704	49,7
3horas	3,6		1,499	3,6
		1,3	0,511	30,8
6 horas	3,4		1,370	4,8
		0,6	0,252	56
7 horas	3,4		1,358	4,4
		0,5	0,212	61,4

21 horas	3,2		1,274	5,3
		0,2	0,076	83,9
22horas	3,2		1,248	5,6
		0,2	0,085	82,2

5 mg L-1 repetición				
Tiempo	Blanco 5mg L-1	Con borra 5 mg L-1	A	T %
Inicial	4,2		1,704	49,7
3horas	3,5		1,395	4
		1,3	0,541	28,8
6 horas	3,3		1,34	4,6
		0,7	0,273	53,3
7horas	3,3		1,316	4,8
		0,6	0,243	57,1
21 horas	3,1		1,224	6
		0,4	0,177	68,5
22horas	3,1		1,201	6,3
		0,4	0,147	71,3

6 mg L⁻¹				
Tiempo	Blanco 6mg L-1	Con borra 6mg L ⁻¹	A	T %
Inicial	5,7		2,305	0,5
3horas	5		2,021	1
		2,7	1,069	8,5
6 horas	4,9		1,984	1
		1	0,387	41
8 horas	4,1		1,664	2,2
		1,1	0,43	37,2
24 horas	4,7		1,895	1,3
		0,4	0,148	71,1
25horas	3,8		1,516	3
		0,4	0,153	70,3

6 mg L⁻¹ repetición				
Tiempo	Blanco 6mg L-1	Con borra6mg L ⁻¹	A	T %
Inicial	5,7		2,305	0,5

3horas	4,5		1,811	1,5
		3	1,185	6,5
6 horas	4,3		1,716	1,9
		1,5	0,62	24
8 horas	4,9		1,961	1,1
		0,8	0,319	48
24 horas	3,8		1,534	2,9
		0,3	0,107	78,2
25horas	3,9		1,545	2,9
		0,3	0,13	74,1

8 mg L⁻¹				
Tiempo	Blanco 8mg L-1	Con borra8mg L ⁻¹	A	T %
Inicial	7,4		2,958	0,1
3horas	6,1		2,45	0,4
		2,1	0,851	14,1
6 horas	5,9		2,351	0,4
		0,8	0,338	45,9
8 horas	5,7		2,277	0,5
		0,6	0,239	57,7
24 horas	5,2		2,075	0,8
		0,2	0,082	82,8
25horas	5,1		2,046	0,9
		0,2	0,085	82,2

8 mg L⁻¹ repetición				
Tiempo	Blanco 8mg L-1	Con borra8mg L ⁻¹	A	T %
Inicial	7,4		2,958	0,1
3horas	6,5		2,767	0,2
		3,7	1,485	3,3
6 horas	6,8		2,708	0,2
		1,4	0,575	26,6
8 horas	6,7		2,677	0,2
		1	0,411	38,8
24 horas	6,5		2,616	0,2
		0,6	0,243	57,1
25horas	6,5		2,606	0,2

		0,6	0,249	56,4
--	--	-----	-------	------

10 mg L⁻¹				
Tiempo	Blanco 10mg L-1	Con borra10mg L-1	A	T %
Inicial	9,8		3,207	0,1
21horas	6		2,418	0,4
		5,8	2,308	0,5
22 horas	6,1		2,438	0,4
		5,6	2,244	0,6
24 horas	5,8		2,335	0,5
		5,2	2,104	0,8
39 horas	5,4		2,157	0,7
		4,8	1,917	1,2
40horas	5,3		2,144	0,7
		4,8	1,911	1,2

10 mg L⁻¹ repetición				
Tiempo	Blanco 10mg L-1	Con borra10mg L-1	A	T %
Inicial	9,8		3,207	0,1
21horas	6,8		2,735	0,2
		7,7	3,068	0,1
22 horas	6,7		2,687	0,2
		7,6	3,061	0,1
24 horas	6,5		2,616	0,2
		7,5	3,006	0,1
39 horas	6,2		2,468	0,3
		7,2	2,866	0,1
40horas	6		2,41	0,4
		7,1	2,853	0,1