



**UNIVERSIDAD DE CONCEPCIÓN**  
**FACULTAD DE INGENIERÍA**  
**DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA**

**DE RESIDUO A RECURSO: CARBONOS POROSOS A PARTIR DE  
CORTEZA DE EUCALIPTO PARA LA REMEDIACIÓN DE AGUA  
CONTAMINADA CON FENOL.**

POR:

**Javier Jesús Ruiz Ortega**

Memoria de Título presentada a la Facultad de Ingeniería de la Universidad de  
Concepción para optar al título profesional de Ingeniero Civil Químico

Profesores Guía:

Ximena García Carmona

Juan Matos Lale

Profesional Supervisor:

Po Shan Poon

Septiembre 2025

Concepción, Chile

© 2025 Javier Jesús Ruiz Ortega

© 2025 Javier Jesús Ruiz Ortega

Ninguna parte de esta tesis puede reproducirse o transmitirse bajo ninguna forma o por ningún medio o procedimiento, sin permiso por escrito del autor y los tutores.

## **Agradecimientos**

Se agradece profundamente el apoyo de las instituciones que hicieron posible el desarrollo de esta memoria de título, en particular a la Universidad de Concepción y a la Unidad de Desarrollo Tecnológico. Asimismo, se reconoce el financiamiento otorgado por los proyectos ANID-FONDECYT 1220228 y ANID-FONDECYT 1240641, fundamentales para la realización de este trabajo.

De igual manera, expreso mi gratitud a quienes fueron parte de este proceso: el Dr. Juan Matos de la Universidad Autónoma de Chile, la Dra. Ximena García de la Universidad de Concepción, la Dra. Po Shan de la Unidad de Desarrollo Tecnológico de la Universidad de Concepción, los químicos analistas del equipo de laboratorio Hyb & Carb, Polett Parada y Thomas Fonseca.

Finalmente, a mi familia, cuyo apoyo incondicional ha sido esencial para culminar con éxito esta etapa.

## Resumen

La contaminación del agua por compuestos orgánicos, como el fenol y/o sus derivados, representa un grave problema ambiental y sanitario debido a su toxicidad, persistencia y baja biodegradabilidad. Frente a esta problemática, el uso de carbonos activados como materiales adsorbentes se presenta como una alternativa eficiente y sostenible. En esta memoria se estudió la viabilidad de producir carbonos porosos a partir de corteza de eucalipto, un residuo lignocelulósico abundante, para su aplicación en la remoción de fenol desde soluciones acuosas, para luego evaluar la regeneración de los carbonos saturados con fenol.

El trabajo se centró en la síntesis de biocarbonos mediante tres metodologías: hidrotermal clásico, hidrotermal asistido por microondas y activación química con ácido fosfórico seguida de pirólisis. Los materiales obtenidos fueron caracterizados mediante análisis de área superficial BET, distribución de tamaño de poros, pH superficial, microscopía SEM e isothermas de adsorción de N<sub>2</sub> a 77 K. Posteriormente, se evaluó su desempeño en ensayos de adsorción de fenol utilizando HPLC para la determinación de concentraciones residuales y se estudió la regeneración de los carbonos saturados mediante microondas.

Los resultados mostraron que los biocarbonos activados químicamente a 550 °C alcanzaron áreas superficiales entre 600 y 987 m<sup>2</sup>/g, comparables o superiores al carbón comercial, con predominio de microporosidad. En cuanto a la eficiencia de remoción, los carbonos activados con relación de impregnación 1:1 lograron hasta un 88 % de adsorción de fenol en 180 minutos, mostrando cinéticas rápidas y alta afinidad. Por su parte, los tratamientos hidrotermales sin activación presentaron bajos rendimientos (<4 %), lo que confirma la necesidad de la activación química y térmica. Además, la regeneración por microondas permitió recuperar parcialmente la capacidad adsorbente, evidenciando el potencial de reuso del material.

En conclusión, los biocarbonos derivados de corteza de eucalipto constituyen una alternativa eficiente, económica y sustentable para el tratamiento de aguas contaminadas con fenol, contribuyendo a la valorización de residuos forestales y al desarrollo de tecnologías de remediación ambiental más sostenibles.

## **Abstract**

Water pollution by organic compounds, such as phenol and its derivatives, represents a serious environmental and health problem due to their toxicity, persistence, and low biodegradability. In response to this issue, the use of activated carbons as adsorbent materials emerges as an efficient and sustainable alternative. This study investigated the feasibility of producing porous carbons from eucalyptus bark, an abundant lignocellulosic residue, for application in the removal of phenol from aqueous solutions, followed by the evaluation of the regeneration of phenol-saturated carbons.

The work focused on the synthesis of biochars using three methodologies: conventional hydrothermal treatment, microwave-assisted hydrothermal treatment, and chemical activation with phosphoric acid followed by pyrolysis. The resulting materials were characterized through BET surface area analysis, pore size distribution, surface pH, SEM microscopy, and N<sub>2</sub> adsorption isotherms at 77 K. Subsequently, their performance in phenol adsorption tests was evaluated using HPLC to determine residual concentrations, and the regeneration of saturated carbons was studied using microwave treatment.

The results showed that chemically activated biochars at 550 °C achieved surface areas between 600 and 987 m<sup>2</sup>/g, comparable to or higher than commercial carbon, with a predominance of microporosity. Regarding removal efficiency, carbons activated with a 1:1 impregnation ratio reached up to 88% phenol adsorption within 180 minutes, showing rapid kinetics and high affinity. In contrast, hydrothermal treatments without activation yielded low efficiencies (<4%), confirming the need for chemical and thermal activation. Moreover, microwave regeneration partially restored the adsorbent capacity, highlighting the potential for material reuse.

In conclusion, biochars derived from eucalyptus bark constitute an efficient, economical, and sustainable alternative for treating water contaminated with phenol, contributing to the valorization of forestry residues and the development of more sustainable environmental remediation technologies.

# Índice

1. Introducción .....	8
1.1. El problema del fenol a nivel mundial .....	9
1.2. La presencia del fenol en Chile .....	10
2. Objetivos .....	11
2.1. Objetivo general .....	11
2.2. Objetivos específicos.....	11
3. Marco teórico .....	12
3.1. Carbón activado.....	12
3.1.1. ¿Cómo funciona el carbón activado? .....	13
3.1.2. Tamaño de poros .....	14
3.1.3. Efecto de la temperatura en la obtención de carbón activado .....	14
3.1.4. Efecto del tamaño de partícula en la obtención de carbón activado .....	15
3.1.5. Efecto de la composición de la biomasa en la obtención del carbón activado.....	16
3.1.6. Procesos de activación del carbón.....	16
3.1.7. Principales aplicaciones .....	17
3.2. Precursores para el carbón activado .....	18
3.2.1. Propiedades de un precursor .....	18
3.2.2. Corteza de eucalipto .....	19
3.3. Proceso de adsorción.....	19
3.3.1. Isotermas de adsorción .....	20
3.4. Reactivación y/o Regeneración de Carbonos Porosos .....	21
3.5. Resultados de adsorción de fenol en diferentes carbonos porosos.....	23
4. Materiales y métodos .....	24
4.1. Síntesis y caracterización de los carbonos activados .....	24

4.1.1.	Balanza .....	24
4.1.2.	Síntesis de carbón activado por método hidrotermal clásico .....	24
4.1.3.	Síntesis de carbón activado por método hidrotermal asistido por microondas .....	25
4.1.4.	Síntesis de carbonos activados por método químico utilizando $H_3PO_4$ .....	25
4.1.5.	Área superficial BET y porosidad .....	27
4.1.6.	pH superficial .....	27
4.1.7.	Microscopía SEM.....	27
4.1.8.	Isotermas de adsorción en oscuridad de fenol.....	28
4.2.	Ensayos de adsorción .....	29
4.2.1.	HPLC.....	29
4.3.	Regeneración.....	30
5.	Resultados y Discusión .....	31
5.1.	Síntesis y caracterización de los carbonos activados .....	31
5.1.1.	Síntesis de los carbonos activados. ....	31
5.1.2.	Isotermas de adsorción de $N_2$ a 77 K.....	31
5.1.3.	pH superficial .....	33
5.1.4.	Microscopías SEM .....	34
5.1.5.	Cinética de adsorción en oscuridad de fenol.....	37
5.2.	Ensayos de adsorción .....	39
5.3.	Regeneración del biocarbono .....	42
6.	Conclusiones .....	44
7.	Referencias.....	45
8.	Anexos .....	48
8.1.	Anexo A .....	48
8.2.	Anexo B.....	49
8.2.1.	Resultados de los biocarbonos producidos.....	49

8.3.	Anexo C.....	52
8.3.1.	Calibración del HPLC para fenol .....	52
8.4.	Anexo D .....	53
8.4.1.	Resultados Ensayos de adsorción.....	53
8.5.	Anexo E.....	60
8.5.1.	Curvas de estabilización de pH .....	60
8.5.2.	pH en el punto de carga cero (pHPZC) .....	61
8.6.	Anexo F .....	64
8.6.1.	Espectroscopía FTIR-ATR.....	64
8.7.	Anexo G .....	70
8.7.1.	Área superficial BET.....	70
8.7.2.	Volumen de microporos (Dubinin-Radushkevich) .....	72
8.7.3.	Volumen total de poros .....	74
8.8.	Anexo H .....	75
8.8.1.	Resultados regeneración.....	75
8.9.	Anexo I.....	78
8.9.1.	Fotografías equipos .....	78
8.10.	Anexo J.....	82
8.11.	Cromatogramas prueba adsorción.....	82
8.12.	Anexo K .....	86
8.12.1	Microscopía SEM.....	86
8.12.2	EDX.....	86
8.13.	Anexo L.....	88
8.13.1.	Referencias adicionales .....	88
9.	Resumen FI .....	89

## 1. Introducción

El agua es un recurso fundamental para la vida y un pilar estratégico para el desarrollo sostenible de las sociedades. Su importancia es tal que se considera un elemento multifuncional, indispensable no sólo para el consumo humano, sino también para actividades productivas, agrícolas e industriales. No obstante, este recurso enfrenta una creciente escasez, tanto en cantidad como en calidad, lo que constituye uno de los principales desafíos para los países.

La Asamblea General de las Naciones Unidas ha reconocido el acceso a agua potable segura como un derecho humano esencial (Naciones Unidas, 2010). A pesar de ello, amplios sectores de la población, especialmente en zonas rurales de Iberoamérica, aún carecen de dicho acceso y están expuestos a enfermedades de origen hídrico. Según cifras expuestas en la XVII Cumbre Iberoamericana de Jefes de Estado, celebrada en Chile en 2007, cerca de 58 millones de personas no cuentan con suministro seguro de agua potable, lo que representa aproximadamente el 10 % de la población Iberoamericana (González, 2017).

En este contexto, uno de los principales factores que agrava la crisis hídrica es la contaminación del agua por compuestos orgánicos, entre los cuales los fenoles constituyen una categoría particularmente preocupante. Los fenoles son compuestos aromáticos que contienen un grupo hidroxilo (-OH) unido a un anillo bencénico. Se encuentran en una amplia gama de productos naturales e industriales, lo que ha facilitado su dispersión en el medio ambiente (Carbotecnia, 2023).

Estos compuestos pueden originarse de manera natural, por ejemplo, a través de la descomposición de materia orgánica vegetal y animal, pero su presencia en cuerpos de agua se debe principalmente a actividades antropogénicas, como la producción industrial de resinas, plásticos, pesticidas, cosméticos, fármacos y productos petroquímicos. La liberación de fenoles a cuerpos de agua, muchas veces sin tratamiento adecuado, representa un riesgo serio para la salud pública y la biodiversidad acuática (Hanafi & Sapawe, 2020).

Desde el punto de vista biológico, los fenoles también están presentes de forma natural en plantas, donde actúan como metabolitos secundarios con funciones antioxidantes y protectoras. Estos pueden clasificarse en dos grandes grupos: taninos hidrolizables, compuestos por ácido gálico o elágico unidos a una molécula de tipo sacárido (principalmente glucosa), y taninos condensados, formados por polímeros a base de flavonoides. Estos últimos representan más del 90% de los taninos comerciales a nivel mundial (Atanu Kumar Das, 2020). En contraste, el fenol sintético es ampliamente

utilizado en productos de uso cotidiano como antisépticos, perfumes y pastas dentales, lo que genera una vía de exposición directa al ser humano. Aun cuando las concentraciones en estos productos están reguladas, su disposición final mediante aguas residuales contribuye significativamente a la contaminación ambiental (Hanafi & Sapawe, 2020).

Los fenoles presentan baja biodegradabilidad, lo cual dificulta su eliminación mediante tecnologías convencionales de tratamiento de aguas. Asimismo, diversos estudios han evidenciado su capacidad mutagénica, genotóxica y carcinogénica. A nivel fisiológico, la exposición prolongada puede provocar daños en órganos como el hígado, los riñones, la piel y el sistema nervioso. La ingestión de tan sólo 1 g puede resultar fatal, generando efectos sistémicos severos como arritmias, edema pulmonar y necrosis cutánea (Millipore, 2023).

Fisicoquímicamente, el fenol ( $C_6H_6O$ ) se presenta como un sólido cristalino blanco, con un intervalo de fusión de 38-43°C, un punto inicial de ebullición de 181,8 °C y una solubilidad en agua de hasta 87 g/L a 20 °C. Es volátil, inflamable, y emite vapores tóxicos con un característico olor a creosota. No se disuelve con facilidad en grasas u aceites debido a su estructura molecular (Carbotecnia, 2023; Millipore, 2023).

Por estas razones, los fenoles han sido clasificados como contaminantes prioritarios, cuya presencia en el ambiente debe ser rigurosamente controlada. En respuesta, se han desarrollado tecnologías avanzadas para su remoción, entre las que destacan la adsorción con carbón activado, la fotocatalisis, la oxidación y el uso de resinas de intercambio iónico (Hanafi & Sapawe, 2020). De las cuales, la adsorción de fenol con carbón activado será la tecnología que se estudiará en el presente informe.

## **1.1. El problema del fenol a nivel mundial**

Los compuestos fenólicos son contaminantes orgánicos emergentes de gran preocupación ambiental, debido a su alta toxicidad, persistencia en el medio ambiente y efectos adversos sobre la salud humana. Estos compuestos se encuentran comúnmente en fuentes de agua superficial y subterránea de todo el mundo.

Según la revisión realizada por Ramos et al. (2024), que consideró publicaciones científicas entre los años 2000 y 2023, se han identificado más de 60 tipos diferentes de fenoles en matrices de agua, en un rango de concentración que va desde  $6,5 \times 10^{-8}$  ppm hasta 179 ppm. La concentración más alta reportada corresponde al fenol en el río Ganges y el humedal de Sunderban (India), lo que pone en

evidencia la magnitud del problema en ciertas regiones con alta actividad industrial y escasa eficiencia en el tratamiento de aguas residuales. Entre los compuestos más estudiados se encuentra el pentaclorofenol y el 2,4-dinitrofenol, los cuales han sido clasificados por la Agencia Internacional de Investigación sobre el Cáncer (IARC) como moléculas sospechosas de ser carcinógenas. La tabla resumen con las concentraciones máximas reportadas de fenol en aguas por país se encuentra en el Anexo A.

## **1.2. La presencia del fenol en Chile**

La ciudad de Santiago ha sido objeto de investigaciones que revelan la presencia de compuestos fenólicos en la atmósfera, particularmente en el rocío. El estudio desarrollado por Fuentes (Fuentes, N., 2012) identificó la presencia de fenol y diversos nitrofenoles en 22 muestras de agua de rocío recolectadas en la zona centro de Santiago. Se observó que las concentraciones de fenol y 2,6-dinitrofenol son las mayores. El fenol y el 2,6-dinitrofenol están presentes en el 95% y el 41% de las muestras respectivamente. A pesar de que las concentraciones determinadas no resultaron tóxicas en bioensayos con *Daphnia magna*, sí representan un riesgo potencial debido a su acumulación y transformación en el medio ambiente.

A nivel normativo, el Decreto Supremo N°90 del Ministerio Secretaría General de la Presidencia establece un límite de descarga para fenoles totales entre 0,5 y 1 mg/L, dependiendo del cuerpo receptor (agua dulce o marina) (Ministerio Secretaría General de la Presidencia, 2001).

La evidencia nacional señala que el fenol está presente tanto en cuerpos de agua como en la atmósfera urbana chilena, especialmente en zonas industrializadas. Si bien en algunos casos los niveles no superan los valores normativos, la persistencia y la bioacumulación del fenol justifican la necesidad de monitoreo constante. Asimismo, se requiere mayor inversión en tecnologías de tratamiento que permitan su remoción eficaz en aguas residuales y subterráneas, especialmente considerando la vulnerabilidad hídrica de diversas regiones del país

## **2. Objetivos**

### **2.1. Objetivo general**

Emplear diferentes metodologías para la preparación de carbonos nanoporosos a partir de corteza de eucalipto y evaluar su eficiencia en el tratamiento de aguas contaminadas con fenol.

### **2.2. Objetivos específicos**

- i. Evaluar efecto del método de síntesis sobre propiedades superficiales y/o sobre capacidad de adsorción de los carbonos porosos producidos.
- ii. Determinar características de las propiedades físicas y químicas de los carbonos preparados.
- iii. Evaluar la eficiencia de los carbonos en la adsorción de fenol en fase acuosa.
- iv. Evaluar la regeneración de los carbonos saturados con fenol.

### **3. Marco teórico**

#### **3.1. Carbón activado**

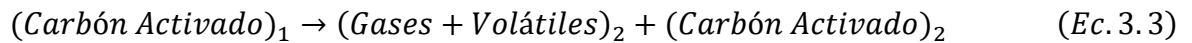
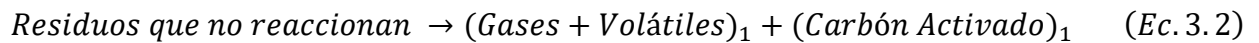
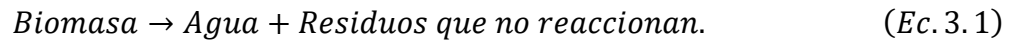
El carbón activado hoy llamado también carbón nanoporoso es un material constituido principalmente por carbono que puede contener también cantidades variables de otros elementos como hidrógeno, oxígeno, nitrógeno, azufre y minerales inorgánicos. Este material se caracteriza por poseer una estructura heterogénea de poros que le permite una amplia variedad de aplicaciones industriales y medioambientales. Esta estructura es el resultado de la formación de micro, meso y macroporos de distintos tamaños y formas, los cuales atrapan compuestos orgánicos, presentes en fase gas o líquida (Bravo, 2017). Lo hace con tal efectividad, que es el purificante más utilizado por el ser humano.

El carbón activado es un adsorbente de naturaleza química principalmente covalente, lo que significa que tiene afinidad para adsorber moléculas con características similares, principalmente moléculas orgánicas. Este material poroso está compuesto por placas grafiticas, formadas por átomos de carbono dispuestos de manera relativamente desordenada en comparación del grafito natural. Debido a esta estructura, el carbón activado es más estable y menos reactivo en comparación con otros tipos de carbonos amorfos (Carbotecnia, 2024).

La producción de carbón activado se obtiene a partir de la pirólisis de biomasa en presencia de agentes químicos responsables del fenómeno de activación que corresponde a la creación de su estructura porosa. Este proceso térmico, realizado en ausencia o con muy baja presencia de oxígeno, permite convertir residuos agrícolas y otros tipos de biomasa en un producto carbonoso poroso.

Los precursores para la producción de carbón activado deben ser fuentes con alto contenido de carbono, como madera, lignito, turba, carbón mineral o subproductos agrícolas y/o forestales de bajo costo y amplia disponibilidad. De hecho, el desarrollo de carbonos activados a partir de desechos carbonosos agrícolas no sólo es una opción viable, sino que también representa una solución sostenible y beneficiosa frente a los problemas ambientales asociados a la gestión de residuos orgánicos y la contaminación del agua (Demirbas, 2004).

Los mecanismos de reacción de la pirólisis de la biomasa son complejos, pero se pueden definir en tres pasos principales, donde se produce el carbón activado, bio-oil, y bio-gas:



En el primer paso, la biomasa sufre una pérdida inicial de humedad y de algunos compuestos volátiles, lo que representa una etapa de deshidratación y preactivación térmica (Ec.3.1). En el segundo paso, se lleva a cabo una rápida desvolatilización de los compuestos orgánicos, lo que da lugar a la formación de un carbón activado primario o biocarbono con porosidad incipiente (Ec.3.2). Finalmente, en el tercer paso, este carbón primario experimenta una lenta descomposición acompañada de una reorganización química interna, generando un residuo sólido rico en carbono fijo y alta porosidad (Ec.3.3) (Muñoz et al., 2017).

### 3.1.1. ¿Cómo funciona el carbón activado?

El carbón activado es un medio de adsorción, su función es adsorber moléculas orgánicas en sus microporos. Se activa mediante proceso térmicos o químicos para ampliar su capacidad de adsorción.

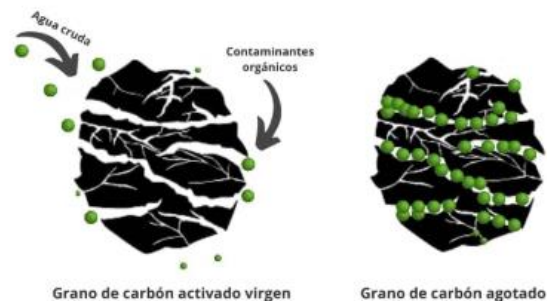


Figura N°3.1: Ilustración de proceso de adsorción en carbón activado (Carbotecnia, 2025).

El proceso de adsorción del carbón activado se fundamenta en las fuerzas de Van der Waals, específicamente en las denominadas "fuerzas de London" (Carbotecnia, 2025). Estas fuerzas se manifiestan entre un adsorbente y un adsorbato covalente, lo que da lugar a un fenómeno conocido como adsorción física.

La interacción conocida como "fuerza de London", constituye uno de los siete tipos de fuerzas de Van der Waals. Se trata de un enlace cuya intensidad es suficiente para retener el material adsorbente en la

superficie, pero no tan fuerte como para ser considerado un enlace químico irreversible que altere la estructura molecular. Por consiguiente, este tipo de adsorción es reversible, lo que permite que el carbón activado sea reciclado y reutilizado en diversos procesos (Carbotecnia, 2025).

### 3.1.2. Tamaño de poros

El carbón activado presenta una amplia gama de tamaños de poros, los cuales pueden clasificarse tanto por su dimensión como por su función. En cuanto a su tamaño, se distinguen microporos, mesoporos y macroporos; mientras que funcionalmente se agrupan en poros de adsorción y poros de transporte. De acuerdo con la nomenclatura establecida por la Unión Internacional de Química Pura y Aplicada (IUPAC), esta clasificación se basa en el diámetro de los poros, tomando como referencia la entrada o abertura del poro (González, 2017).

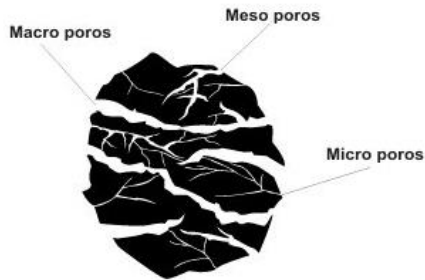


Figura N°3.2: Tipos de poros (Carbotecnia, 2025).

Tabla N°3.1: clasificación de poros.

Clasificación del poro	Diámetro de poro (Å)
Microporos	< 20
Mesoporos	20 - 50
Macroporos	> 50

### 3.1.3. Efecto de la temperatura en la obtención de carbón activado

La temperatura es un factor relevante en la elaboración de materiales carbonosos, donde se pueden distinguir 4 etapas principales para la pirólisis de la madera, las cuales tiene relación con la generación de carbón activado, bio-oil y biogas (García, 1993; Muñoz et al., 2017).

- i. **T < 220°C:** Corresponde a la etapa de secado.

- ii. **220°C < T < 300°C:** Ocurre el tostado de la madera donde adquiere su característico color marrón oscuro, además es donde el residuo sólido es predominante.
- iii. **330°C < T < 450°C:** Se da lugar a la obtención del verdadero carbón, aproximadamente un 50% de bio-oil y un rendimiento pobre de biogás.
- iv. **T > 550°C:** Corresponde a la etapa de gasificación.

A medida que aumenta la temperatura durante la pirólisis, se favorece la ruptura de moléculas complejas presentes en la biomasa, generando compuestos más simples. Este fenómeno está asociado al incremento en la formación de gases, ya que la descomposición térmica libera una mayor proporción de productos volátiles. Sin embargo, este mismo aumento de temperatura conlleva una disminución en los rendimientos de biocarbonos activados, debido a la mayor conversión del material sólido en fases gaseosas. Cabe destacar que la lignina, por su estructura más resistente al calor, tiende a producir mayores rendimientos de carbón vegetal en comparación con otros componentes como la celulosa o las hemicelulosas (Demirbas, 2004).

#### **3.1.4. Efecto del tamaño de partícula en la obtención de carbón activado**

El proceso de obtención de carbón activado a partir de biomasa lignocelulósica mediante pirólisis se ve fuertemente influenciado por diversos factores operacionales, entre los cuales el tamaño de partícula desempeña un rol determinante. La literatura especializada señala que la transferencia de calor en partículas de mayor tamaño presenta gradientes térmicos significativos entre el núcleo y la superficie, lo que reduce la velocidad de descomposición y propicia la retención de material carbonoso. Este fenómeno se traduce en un aumento del rendimiento de sólidos, a expensas de una menor generación de líquidos y gases. En contraste, partículas de menor tamaño se calientan con mayor rapidez, lo que puede provocar su sobrecalentamiento, arrastre por el flujo de gas y, por ende, una disminución del rendimiento de carbón (Muñoz et al., 2017).

Estudios experimentales con paja de trigo han revelado que, si bien el patrón de pirólisis permanece relativamente constante en sus primeras etapas para diferentes tamaños de partícula, se observan variaciones notables en la tercera etapa de descomposición térmica, en particular, las partículas menores a 250 µm. A medida que el tamaño de partícula aumentó de 250 a 475 µm, el rendimiento de carbón aumentó (Mani, 2010). Confirmando que una transferencia de calor más lenta favorece la carbonización. Este comportamiento ha sido corroborado en otras biomásas, como el hollejo de

aceituna y la mazorca de maíz, donde el aumento del tamaño de partícula condujo a incrementos sustanciales en los residuos sólidos obtenidos (Demirbas, 2004).

### **3.1.5. Efecto de la composición de la biomasa en la obtención del carbón activado**

La madera está conformada por tres polímeros naturales principales: hemicelulosa, celulosa y lignina. La proporción en que estos se encuentren dentro de la biomasa condiciona el rendimiento del carbón activo producido.

La hemicelulosa, a diferencia de la celulosa, es un polímero amorfo con bajo grado de polimerización. Esto la hace más sensible a la temperatura, comenzando su descomposición térmica en el rango de 200 a 300 °C. Su degradación ocurre típicamente en dos etapas: primero, una fragmentación del polímero en agua y compuestos solubles, seguida por la conversión de los monómeros en volátiles. En comparación con la celulosa, la hemicelulosa genera mayor cantidad de gases, menos alquitrán pesado y una cantidad similar de destilado acuoso (García, 1993).

La celulosa, compuesta por largas cadenas de  $\beta$  glucosa unidas por enlaces  $\beta$ -1,4 glucosídicos, presenta una estructura más ordenada que la hemicelulosa. Su pirólisis se produce a temperaturas más elevadas, generalmente entre 300 y 400 °C. La reacción térmica implica una secuencia de descomposición compleja, en la cual predominan productos volátiles como anhídros de azúcar, junto con gases ligeros. Debido a su alto grado de polimerización y cristalinidad, la celulosa muestra un patrón de degradación térmica relativamente uniforme (García, 1993).

La lignina es el componente más resistente de la biomasa. Su estructura altamente aromática y tridimensional, rica en unidades de fenilpropano, le confiere un amplio rango de descomposición, desde 200 hasta 500 °C. Durante su pirólisis, la lignina genera una elevada proporción de residuo sólido (carbón), junto con productos líquidos ricos en compuestos fenólicos y una cantidad moderada de gases (García, 1993).

### **3.1.6. Procesos de activación del carbón**

El carbón puede activarse mediante procesos físicos o químicos. Los procesos físicos consisten en utilizar altas temperaturas y agentes gaseosos para desarrollar porosidad, esta técnica se divide en dos: en primer lugar, la carbonización, que consiste en calentar el material en ausencia de oxígeno para generar carbón, luego el carbón se expone a agentes activantes (gasificación parcial controlada del

precursor a alta temperatura con agentes activantes), como, por ejemplo: dióxido de carbono, vapor de agua, aire a altas temperaturas (700-1200 °C). Para desarrollar una buena estructura de carbón, es necesario eliminar gran cantidad de masa del carbón interno (Bravo, 2017).

En segundo lugar, los procesos químicos para la obtención de carbón activado comienzan a partir de la materia prima antes de su carbonización. En estos, se emplean agentes químicos que actúan sobre las cadenas de celulosa, rompiendo las uniones que las mantienen ligadas. Posteriormente, el material es sometido a un proceso de carbonización a temperaturas inferiores a las utilizadas en la activación física, aproximadamente 500 °C. Una vez finalizada esta etapa, es necesario realizar un lavado para eliminar los residuos de los reactivos utilizados (Bravo, 2017).

### **3.1.7. Principales aplicaciones**

El carbón activado es ampliamente reconocido como un método eficiente y rentable para la purificación de líquidos y gases, gracias a sus propiedades químicas, alta área superficial y elevada porosidad. Estas características le permiten adsorber una amplia gama de compuestos químicos.

En la fase gaseosa, se utiliza para la recuperación de solventes orgánicos, la purificación de dióxido de carbono en procesos de fermentación, la eliminación de metales pesados y dioxinas durante la incineración de residuos, el tratamiento de emisiones industriales y la eliminación de olores en cámaras de refrigeración. En la fase líquida, es empleado en la potabilización de agua, eliminando plaguicidas, grasas, detergentes, toxinas y colorantes; en la refinación de azúcar, reteniendo proteínas que evitan la fermentación; en la decoloración de aceites vegetales y bebidas alcohólicas; y en la industria farmacéutica, para la purificación y separación de antibióticos, vitaminas y hormonas. Además, se usa como antídoto universal en tratamientos de intoxicación aguda en hospitales (Carbotecnia, 2025).

En menor escala, el carbón activado también se utiliza como soporte catalítico, desarrollando propiedades específicas para optimizar reacciones como hidrogenación, hidrotratamiento (hidrodesulfuración, hidrodesnitrogenación) y en la síntesis o descomposición de amoníaco (Serp & Figueiredo, 2009). Su versatilidad radica en la capacidad de ajustar su área superficial, distribución de poros y carácter ácido-base, maximizando el rendimiento en aplicaciones industriales (Bravo, 2017).

## 3.2. Precursores para el carbón activado

La elección de un buen precursor es fundamental para la obtención de carbón activado de alta calidad. Idealmente, la materia prima debe presentar un alto contenido de carbono, ya que esto favorece la formación de una matriz porosa estable, lo que mejora la resistencia térmica del material y maximiza su capacidad de adsorción. Un mayor contenido de carbono suele implicar una menor presencia de impurezas y una mayor área superficial activa.

Las biomásas lignocelulósicas, como la madera y la corteza, son precursores comúnmente utilizados debido a su alto contenido de carbono. Sin embargo, también es importante considerar el contenido de cenizas, ya que niveles elevados reducen el área superficial y el número de sitios activos disponibles para la adsorción, como también pueden representar una fuente de contaminación adicional si esta corresponde a metales peligrosos. No obstante, las cenizas pueden contener compuestos como la sílice, los cuales pueden tener aplicaciones útiles en otros procesos, como la rehabilitación de suelos o la catálisis.

### 3.2.1. Propiedades de un precursor

Para evaluar la calidad de un precursor lignocelulósico, se deben analizar parámetros como el contenido de humedad, volátiles, cenizas y carbono fijo:

- i. **Humedad:** cantidad de agua naturalmente presente en el material.
- ii. **Volátiles:** fracción de compuestos orgánicos que a partir de la degradación térmica de la hemicelulosa, celulosa y lignina se liberan como gases al calentar el material.
- iii. **Cenizas:** representan la fracción inorgánica del material.
- iv. **Carbono fijo:** componente que permanece tras eliminar la humedad y los volátiles, y que conforma la base del carbón activado.

Se ha observado que las materias primas óptimas para el desarrollo de carbón activado están compuestas aproximadamente por un 45% de carbono fijo, entre un 40 y 60% de volátiles y poseen entre un 0,3 y 15% de cenizas (González, 2017).

**Tabla N°3.2: Contenido de carbón fijo, volátiles y cenizas en maderas suaves y duras.**

<b>Precursor</b>	<b>Carbono fijo (% p/p)</b>	<b>Volátiles (% p/p)</b>	<b>Cenizas (%p/p)</b>
Maderas blandas	20 – 30	55 – 70	0,3 – 2,0
Maderas duras	30 – 40	40 – 60	0,3 – 1,2

Existe una relación inversa entre el contenido de cenizas y la capacidad de adsorción: cuanto menor sea el contenido de cenizas (en torno al 3–5,5%), mejor será el desempeño del carbón activado (González, 2017).

Desde el punto de vista botánico, las maderas duras (angiospermas) provienen de árboles de hoja caduca y con flores, como el roble, nogal, haya, castaño o eucalipto. Por otro lado, las maderas blandas (gimnospermas) derivan de árboles de hoja perenne y sin flores, como el pino, abeto, cedro o ciprés. Esta clasificación no se basa en la densidad o dureza del material, ya que estas propiedades pueden superponerse entre ambos tipos (Instituto Nacional de Seguridad y Salud en el Trabajo, 2023)

### **3.2.2. Corteza de eucalipto**

Estudios recientes han demostrado que la corteza de eucalipto es un excelente precursor para la producción de carbón activado debido a su elevado contenido de carbono fijo y niveles moderados a bajos de ceniza:

**Tabla N°3.3: Contenido de carbón fijo y cenizas de la corteza de eucalipto.**

<b>Biomasa</b>	<b>Carbono fijo [%]</b>	<b>Cenizas [%]</b>	<b>Referencias</b>
<b>Tocones de Eucaliptus Globulus Labill</b>	18,3	0,6	(Gominho et al., 2012)
<b>Corteza de Eucaliptus Globulus</b>	17,1	5	(Neiva et al., 2018)
<b>Corteza de Eucaliptus Globulus</b>	21,8	9	(Arteaga-Pérez et al., 2015)
<b>Corteza de Eucaliptus Nintens</b>	23,2	6,7	(Arteaga-Pérez et al., 2015)

Estos valores indican que la corteza de eucalipto posee una estructura lignocelulósica adecuada para la formación de una matriz porosa efectiva, lo que la convierte en una materia prima sostenible y eficiente para la producción de carbón activado. Además, el aprovechamiento de residuos como la corteza promueve un enfoque de economía circular y valorización de desechos forestales.

### **3.3. Proceso de adsorción**

Las isotermas de adsorción corresponden al estudio de la adsorción física de gases o solutos en fase líquida sobre la superficie de un sólido. Usualmente, se grafican como la cantidad adsorbida en

función de la presión relativa (para gases) o la concentración (para solutos) del adsorbato en equilibrio a temperatura constante. Este análisis se utiliza, entre otras cosas, para caracterizar la estructura porosa de los sólidos; en este contexto, en fase gas el nitrógeno a 77 K es uno de los adsorbatos más comunes (Bravo, 2017). Esta herramienta resulta fundamental para predecir la capacidad de adsorción de un material.

A partir de la forma de la isoterma es posible obtener información valiosa sobre la textura del sólido, como el tamaño de poro y el tipo de interacción adsorbato-adsorbente. Según la IUPAC, las isotermas se clasifican en seis tipos básicos, basándose en su forma característica (Bravo, 2017).

### 3.3.1. Isotermas de adsorción

Las isotermas de adsorción se clasifican en seis tipos fundamentales, representados en la Figura N°3.3, cada una de las cuales refleja un comportamiento diferente del sistema adsorbente-adsorbato (Rosas García, 1999).

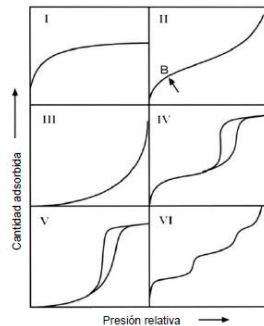


Figura N°3.3: Clasificación de las isotermas de adsorción según su forma (Bravo, 2017).

- **Tipo I:** Representa la formación de una monocapa de adsorbato sobre una superficie homogénea del adsorbente. El proceso se detiene una vez completada la monocapa. Se describe mediante la isoterma de Langmuir (Rosas García, 1999). Además, esta isoterma es característica de sólidos microporosos, mientras más estrecha es la concavidad inicial, más pequeño es el tamaño de los microporos (Bravo, 2017).
- **Tipo II:** Describe la formación sucesiva de monocapa y luego multicapas. Es característica de la adsorción física sobre superficies con afinidades moderadas. Este tipo de isoterma se ajusta a la ecuación BET (Brunauer-Emmett-Teller) (Rosas García, 1999). además, estas son típicas

de sólidos no porosos o macroporosos, donde puede ocurrir adsorción en multicapa (Bravo, 2017).

- **Tipo III:** Corresponde a casos donde el adsorbato tiene una mayor afinidad por sí mismo que por el adsorbente. Esto genera una cobertura desigual, con coexistencia de superficies limpias, monocapas y multicapas. Puede ajustarse también con la ecuación BET (Rosas García, 1999).
- **Tipo IV:** Similar a la tipo II, pero con la presencia de un límite de adsorción en multicapa debido a la condensación capilar en poros. Se observa típicamente en materiales mesoporosos (Rosas García, 1999).
- **Tipo V:** Isoterma similar a la del tipo III, que refleja la ausencia de microporosidad, pero si la presencia de estructura mesoporosa.
- **Tipo VI:** Representa la formación de multicapas en sistemas con baja afinidad adsorbato-adsorbente, pero donde las interacciones entre moléculas adsorbidas permiten la acumulación progresiva. También se atribuye a condensación capilar en poros, como en la tipo IV, aunque en materiales con interacciones más débiles (Rosas García, 1999).

### 3.4. Reactivación y/o Regeneración de Carbonos Porosos

Las técnicas de regeneración del carbón activado se clasifican en: regeneración térmica, química, microbiológica, y al vacío (Larasati et al., 2021; Matus, 2022), y más recientemente empleando microondas (Huang, Liu, Cheng, & Li, 2024).

Entre todos los métodos disponibles, la regeneración térmica convencional es la técnica más común a nivel industrial. Esta consiste en someter este material a un tratamiento térmico a altas temperaturas, generalmente entre 600 y 900 °C, en atmósferas controladas con baja presencia de oxígeno. El objetivo es eliminar los compuestos adsorbidos en la superficie del carbón y restaurar su capacidad adsorbente, permitiendo que recupere gran parte de su eficiencia inicial (Carbotecnia, 2024). El proceso consta de varias etapas:

- i. **Deshidratación:** Se alcanzan porcentajes de humedad de aprox. 40-50%.
- ii. **Secado:** Se elimina el agua adicional, el proceso se encuentra a temperaturas de entre 100-105°C.

- iii. Pirólisis: El carbón saturado se expone a un entorno de gas inerte, por lo que los compuestos volátiles adsorbidos se eliminan del carbón activado saturado a temperaturas medias (650-850°C). El resto de los contaminantes orgánicos no volátiles se carbonizan.
- iv. Oxidación.
- v. Reactivación y enfriamiento.

Si bien es efectiva, este método posee un alto consumo energético y presenta pérdidas de carbono en el proceso, de alrededor del 5-15% debido a la oxidación y el desgaste (Matus, 2022).

Por otra parte, la regeneración química se basa en modificar la naturaleza de los compuestos adsorbidos mediante reacciones ácido-base o redox. A través del uso de agentes químicos específicos, se altera el equilibrio de adsorción o incluso la composición química de los contaminantes retenidos (Larasati et al., 2021).

La bioregeneración, en cambio, se basa en el uso de microorganismos que degradan los compuestos adsorbidos mediante procesos metabólicos. Este enfoque es ambientalmente atractivo y de bajo costo, pero presenta limitaciones relacionadas con la velocidad del proceso, la necesidad de contaminantes biodegradables y la posibilidad de formación de subproductos no deseados (Larasati et al., 2021; Matus, 2022).

En cuanto a la regeneración al vacío, esta ha demostrado ser efectiva para la recuperación de compuestos volátiles en aplicaciones en fase gaseosa. Este proceso reduce la presión atmosférica en los lechos de carbón, facilitando la desorción del adsorbato. Al utilizar gases inertes como el nitrógeno, también se elimina la necesidad de una etapa de secado posterior. (Larasati et al., 2021).

Una alternativa prometedora dentro de los métodos térmicos es la regeneración mediante microondas. Esta técnica permite un calentamiento más uniforme y rápido, con menor pérdida estructural del material. Si bien, el método de microondas también requiere temperaturas elevadas similares al método térmico tradicional, el tiempo de exposición del carbón saturado para ser regenerado es menor, por lo que el proceso es menos costoso en términos energéticos (Matus, 2022). Estudios han demostrado que el uso de reactores de microondas en atmósfera de CO<sub>2</sub> permite conservar la estructura porosa del carbón activado, incluso mejorando su microporosidad y mesoporosidad, lo que se refleja en una recuperación significativa de su capacidad de adsorción. Bajo condiciones óptimas (600 °C

durante 2 horas), se ha logrado restaurar un 83 % de la capacidad de adsorción de yodo y un 90 % para azul de metileno, comparándolo con el carbón activado fresco (Oladejo et al., 2020).

La reactivación del carbón activado ofrece diversos beneficios tanto económicos como ambientales. En primer lugar, este proceso permite minimizar la generación de residuos al reciclar el carbón ya utilizado, evitando la necesidad de producir nuevos materiales. Además, al reducir la demanda de materias primas para su fabricación, se contribuye a preservar los recursos naturales, promoviendo una gestión más sostenible.

Desde el punto de vista económico, reactivar el carbón activado resulta significativamente más rentable que producirlo desde cero, lo que representa un ahorro importante para las industrias que lo utilizan. Asimismo, la reactivación restaura la capacidad adsorbente del carbón, asegurando que opere de manera eficiente y mantenga su rendimiento óptimo.

Por último, este proceso también tiene un impacto positivo en el medio ambiente, ya que disminuye la huella de carbono asociada a la fabricación de nuevos materiales, apoyando prácticas más responsables y sostenibles. En conjunto, estos beneficios hacen de la reactivación del carbón activado una alternativa altamente valiosa y eficiente (Carbotecnia, 2024).

### 3.5. Resultados de adsorción de fenol en diferentes carbonos porosos

Diversos estudios han evaluado la eficiencia de adsorción de fenol biocarbonos con diferentes áreas superficiales y métodos de activación.

Tabla N°3.4: Propiedades texturales y capacidad de adsorción de fenol en diferentes biocarbonos.

Biocarbono	Concentración inicial [ppm]	% de adsorción de fenol	Área superficial [m <sup>2</sup> /g]	Referencia
<b>Carbón comercial PAC 1000</b>	300	71	1025	(Xie et al., 2020)
<b>Carbón comercial PAC 800</b>	300	59	542	(Xie et al., 2020)
<b>Carbón comercial PAC 950</b>	300	57	700	(Xie et al., 2020)
<b>Carbón de cascaras de almendra modificado con EDTA-4NA y KOH</b>	400	90	1050	(Chen et al., 2025)
<b>Carbón de residuos de café activado con H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub></b>	20	57	1030	(Palanisami et al., 2021)

## **4. Materiales y métodos**

### **4.1. Síntesis y caracterización de los carbonos activados**

En esta sección se describen los procedimientos experimentales utilizados para la síntesis de los diferentes carbonos activados a partir de corteza de eucalipto, así como las técnicas empleadas para su caracterización.

#### **4.1.1. Balanza**

Para la preparación de los carbonos activados, para el peso de los materiales empleados en los ensayos de adsorción y en la medición de pH, se utilizó una balanza analítica de alta precisión marca Radwag, modelo AS 82/220.R2. Esta balanza permite una lectura con una resolución de 0,01 mg y una capacidad máxima de 220 g. Figura en Anexo I.

#### **4.1.2. Síntesis de carbón activado por método hidrotermal clásico**

El carbón activado, denominado EB-180-16-HT, fue preparado mediante un proceso hidrotermal clásico (Matos et al., 2019). Para ello, se utilizaron reactores de acero inoxidable recubiertos con teflón, con una capacidad de 10 mL. En primer lugar, para homogenizar la biomasa, esta fue sometida a una agitación de 700 rpm en el agitador magnético con placa calefactora DIAB MS-H280-Pro. Posteriormente, la muestra fue calentada a 180 °C durante 16 horas, obteniéndose un precursor hidrotermal, el cual corresponde a una biomasa con poros incipientes y una menor cantidad de taninos puesto que estos volatilizan a los 181,8°C, temperatura similar a la del proceso de síntesis.



**Figura N°4.1: Reactor de acero inoxidable recubierto con teflón.**

### 4.1.3. Síntesis de carbón activado por método hidrotermal asistido por microondas

Para la obtención del carbón EB-180-1-MWHT se utilizó la técnica de carbonización hidrotermal asistida por el microondas Monowave 400 de Anton Paar. Este equipo monomodal cuenta con una cámara integrada para el monitoreo visual del proceso, suministro continuo de energía microondas de hasta 850 W y un sistema de agitación magnética. El carbón se sintetizó en un recipiente de reacción de carburo de silicio tipo C30 Wide Neck, con un volumen operativo de 30 mL y a una agitación constante de 600 rpm.



Figura N°4.2: Microondas Monowave 400  
Anton Paar.

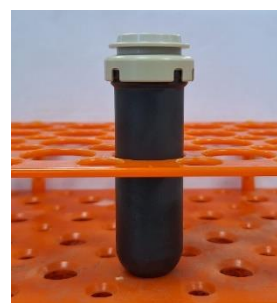


Figura N°4.3: Vial de carburo de silicio  
tipo C30 Wide Neck.

### 4.1.4. Síntesis de carbonos activados por método químico utilizando $H_3PO_4$

La síntesis de los carbonos activados por activación química se realizó mediante un proceso de pirólisis utilizando un horno tubular Nabertherm, el cual alcanza una temperatura máxima de 1300 °C y cuenta con un tubo interior de 45 cm de longitud.



Figura N°4.4: Horno tubular Nabertherm.

Se sintetizaron 5 carbonos empleando esta metodología, denominados:

- i. **EB-550-N<sub>2</sub>-PA:** Se utilizó biomasa de corteza de eucalipto como precursor, la cual fue impregnada con ácido fosfórico en una relación 1:1 (masa corteza de eucalipto: masa ácido fosfórico). Posteriormente, la muestra fue sometida a tratamiento térmico en un horno tubular a 550 °C durante 2 horas, bajo un flujo continuo de N<sub>2</sub> de alta pureza.
- ii. **EB-180-16-HT-550-N<sub>2</sub>-PA (1:1):** Como precursor se empleó el carbón obtenido mediante el proceso hidrotermal clásico (EB-180-16-HT). Este fue activado químicamente con ácido fosfórico en una proporción 1:1, y luego tratado térmicamente en horno tubular a 550 °C por 2 horas bajo flujo continuo de N<sub>2</sub> de alta pureza.
- iii. **EB-180-16-HT-550-N<sub>2</sub>-PA (1:2):** Para este caso se tomó el carbón obtenido mediante el proceso hidrotermal clásico y se activó con ácido fosfórico en una relación 1:2, para luego pirolizarlo en el horno tubular a 550°C por 2 horas bajo flujo continuo de N<sub>2</sub> de alta pureza.
- iv. **EB-180-1-MWHT-550-N<sub>2</sub>-PA (1:1):** Se utilizó como materia prima el carbón producido por el proceso hidrotermal asistido por microondas (EB-180-1-MWHT). Este fue activado con ácido fosfórico en proporción 1:1 y posteriormente tratado térmicamente a 550 °C durante 2 horas en un horno tubular bajo flujo continuo de N<sub>2</sub> de alta pureza.
- v. **EB-180-1-MWHT-550-N<sub>2</sub>-PA (1:2):** Se uso el carbón obtenido por el medio hidrotermal asistido con microondas y se activó con ácido fosfórico en relación 1:2, posteriormente se pirolizó en el horno tubular a 550°C por 2 horas bajo flujo continuo de N<sub>2</sub> de alta pureza.

Una vez obtenidos los carbonos activados mediante el proceso de pirólisis, estos fueron lavados con 2 litros de agua caliente (ca. 60 – 70 °C) para eliminar residuos de ácido fosfórico y otras impurezas solubles. Luego, los sólidos fueron secados en una estufa marca Memmert a 100 °C durante 2 horas, hasta alcanzar un peso constante, garantizando así la eliminación completa de humedad antes de su almacenamiento. Figuras en Anexo I.

El rendimiento fue calculado en cada procedimiento a partir de la siguiente ecuación, el cual, para aquellos casos de los materiales activados químicamente se consideró el peso final luego de los lavados con agua:

$$Rendimiento [\%] = \frac{m_{Carbon\ obtenido}}{m_{Precursor}} \times 100 \quad (Ec. 4.1)$$

#### 4.1.5. Área superficial BET y porosidad

Para conocer las características superficiales de los materiales estudiados en este trabajo: Área superficial, volumen y diámetro de poros, se realizó un estudio de adsorción-desorción de  $N_2$  a 77 K de 0 a 1 bar. Se efectuó el análisis a una muestra de biocarbono de aproximadamente 60mg, previamente desgasificada por 5 h a 150°C. El equipo utilizado fue un Nova 800 de Anton Paar el cual se muestra en el Anexo I.

El modelo más común para poder determinar el área superficial es la ecuación de Brunauer-Emmett-Teller (BET) y para el cálculo de volumen de micro y mesoporos se utilizará la ecuación de Dubinin-Radushkevich (Anexo G).

#### 4.1.6. pH superficial

Para determinar el pH superficial de los biocarbonos se utilizó el pHmetro Hanna HI5522 y placa agitadora DIAB MS-H280-Pro. El procedimiento consistió en añadir 20 mL de agua destilada en un vaso precipitado de 25 mL, incorporando un agitador magnético y fijando una velocidad de agitación de 700 rpm. A continuación, se midió el pH del agua destilada durante un período de 60 minutos. Transcurrido este tiempo, se incorporó la cantidad correspondiente de sólido para evaluar su influencia sobre el pH de la solución.

Tabla N°4.1: Masa y concentración en peso del carbón activado para análisis de pH.

%m/m	0,0025	0,05	0,1	0,2
Masa sólido [g]	0,005	0,01	0,02	0,05



Figura N°4.5: pHmetro Hanna HI5522 y placa agitadora DIAB MS-H280-Pro.

#### 4.1.7. Microscopía SEM

Las imágenes de microscopía de barrido de electrones (SEM) se realizaron en el Centro de Espectroscopía y Microscopía Electrónica de la Universidad de Concepción. Se utilizó un

microscopio Gemini SEM 360, tomando imágenes con escala de hasta 40.000 X. Las muestras no fueron metalizadas debido a que son conductoras.

#### 4.1.8. Isotermas de adsorción en oscuridad de fenol.

Las isotermas de adsorción permiten caracterizar el comportamiento de un material frente a la captura de determinadas moléculas, proporcionando información sobre su capacidad y afinidad adsorbente. Este análisis se realiza a partir del seguimiento de la cinética de adsorción hasta alcanzar el equilibrio. Considerando el modelo clásico de Langmuir, la cantidad adsorbida puede expresarse mediante la siguiente ecuación linealizada (Ocares, 2017):

$$\frac{1}{n_{ads}} = \frac{1}{n_T} + \frac{1}{n_T \cdot K_{ads}} \cdot \left( \frac{1}{C_{eq}} \right) \quad (Ec. 4.2)$$

En dónde:

- i.  $n_{ads}$  Cantidad de adsorbato adsorbido en equilibrio. [*moles*]
- ii.  $n_T$  Número total de sitios de adsorción. [*moles*]
- iii.  $K_{ads}$  Constante de adsorción de Langmuir. [*L/mol*]
- iv.  $C_{eq}$  Concentración de adsorbato en el equilibrio. [*mol · L<sup>-1</sup>*]

El sistema consiste en un vaso precipitado de 600 mL cubierto de papel aluminio para evitar la fotodegradación del fenol. La mezcla fue agitada mediante una placa agitadora DLAB modelo MS-H280-Pro, equipada con un imán de agitación, a una velocidad constante de 700 rpm.

El experimento se realizó dispersando una masa de 0,125 g de los carbonos en una solución de 250 ml de fenol y una carga de 0,5 g/L, definida como la relación entre la masa del adsorbente (g) y el volumen de la solución (L).

Las concentraciones utilizadas de fenol corresponden a 1; 2,5; 5; 7,5 y 10 ppm. Durante los ensayos se tomaron alícuotas en los tiempos 0; 5; 10; 15; 20; 30; 45; 60; 90; 120. Las alícuotas fueron analizadas por HPLC.

Para el fenol, la cantidad de moles adsorbidos se calculó de la siguiente forma:

$$n_{ads} = (c_{F,0} - c_{F,i}) \cdot \frac{V_{sol}}{PM_F} \cdot (10^{-3} \text{ g/mg}) \quad (Ec. 4.3)$$

En dónde:

- i.  $C_{F,0}$  Concentración inicial de fenol. [ $mg/L$ ]
- ii.  $C_{F,i}$  Concentración de fenol de la alícuota i. [ $mg/L$ ]
- iii.  $PM_F$  Peso molecular del fenol. [ $g/mol$ ]
- iv.  $V_{sol}$  Volumen de solución de fenol. [ $L$ ]

## 4.2. Ensayos de adsorción

Para los ensayos preliminares de adsorción, se utilizó el mismo sistema que para las isotermas de adsorción en oscuridad descritas en la sección 4.1.7 y se realizaron las pruebas de los biocarbonos con una solución de 5 ppm de fenol.

Las muestras fueron tomadas a los 0; 5; 15; 30; 60; 120; 180 y 240 minutos, utilizando una micropipeta marca Eppendorf con un rango de 0,5 a 5 mL. En cada intervalo se extrajeron 3,2 mL de solución, que fueron depositados en viales plásticos de 5 mL. Además, en cada punto de muestreo se registró la temperatura del sistema con un termómetro digital. Cabe señalar que la temperatura no se mantuvo constante durante los ensayos, ya que estos se realizaron a temperatura ambiente, presentando una variación natural en el transcurso del experimento. Los valores registrados de temperatura se reportan en el Anexo D. Figura en Anexo I.

Una vez recolectadas, las muestras fueron colocadas en una centrifuga marca Ortoalresa, con capacidad para ocho viales. Estas se sometieron a un proceso de centrifugación a 5000 rpm durante 5 minutos, con el fin de separar las fases sólidas y líquidas antes del análisis. Figura en Anexo I.

### 4.2.1. HPLC

Posteriormente, las muestras centrifugadas fueron filtradas para eliminar cualquier partícula residual en suspensión. La concentración de fenol en las muestras fue determinada mediante cromatografía líquida de alta resolución (HPLC), utilizando un equipo marca Shimadzu modelo Prominence serie 20A. Figura en el Anexo I.

Para la separación cromatográfica se empleó una columna YMC-Pack Pro C18 (modelo AA12S05-1546WT) de fase reversa, con dimensiones de 150 mm  $\times$  4.6 mm y un tamaño de partícula de 5  $\mu$ m, fabricada por YMC Co., Ltd. (Japón). Esta columna, de fase estacionaria del tipo octadecilsilano (C18), es especialmente adecuada para la retención y separación de compuestos aromáticos como el

fenol, gracias a que los compuestos fenólicos con menor momento dipolar como la hidroquinona (que tienen mayor afinidad por la fase móvil) viajan más rápido y efluyen primero y los compuestos más polares como el fenol (1,32 Debye) tienen mayor afinidad con la columna (fase estacionaria C18), por lo que se retienen más tiempo. Figura en el Anexo I.

Las condiciones de operación incluyeron una fase móvil compuesta por una mezcla de agua y acetonitrilo (60:40), un caudal de 0,5 mL/min, temperatura de columna 25°C, con un volumen de inyección de 25 µL a una presión de trabajo de 75 bar y detección UV-DAD a 273 nm.

Una vez realizadas las mediciones de concentración mediante HPLC, los datos obtenidos fueron procesados y analizados utilizando los programas Microsoft Excel y OriginPro. En estas plataformas se realizaron ajustes de cromatogramas, gráficos de cinética y porcentaje de adsorción.

A partir de los valores de área bajo la curva obtenidos en los cromatogramas, se calculó la cantidad de fenol adsorbido utilizando la curva de calibración (ver Anexo C). Posteriormente, se graficó el porcentaje de adsorción en función del tiempo, así como la cantidad de fenol adsorbido.

### **4.3. Regeneración**

Para la regeneración se utilizó el biocarbono EB-180-1-MWHT-550-N2-PA (1:1) previamente agotado en la adsorción de fenol a una concentración inicial de 5 ppm. Luego, se masaron 0,25 g de biocarbono agotado, los cuales fueron sometidos a un tratamiento en un microondas Monowave 400 de Anton Paar, a una temperatura de 182 °C, con una agitación de 600 rpm y distintos tiempos de residencia: 5, 30 y 60 minutos.

Finalizado el tratamiento, las muestras regeneradas se secaron en una estufa a 50 °C durante 15 minutos. Posteriormente, se evaluó su capacidad de adsorción mediante ensayos de remoción de fenol en solución acuosa, utilizando el mismo sistema que para las isotermas de adsorción en oscuridad descritas en la sección 4.1.8. Para ello, se prepararon sistemas de reacción con una carga de adsorbente de 0,5 g/L, lo que correspondió a 0,0625 g de biocarbono en 125 mL de una solución de fenol a 5 ppm. Durante los ensayos se tomaron alícuotas en los tiempos 0; 5; 10; 15; 20; 30; 45 y 60 min. Las alícuotas fueron analizadas por HPLC. Valores de temperatura en Anexo H.

## 5. Resultados y Discusión

### 5.1. Síntesis y caracterización de los carbonos activados

#### 5.1.1. Síntesis de los carbonos activados.

Tabla N°5.1: Resumen síntesis de los carbonos activados.

Biocarbono	Rendimiento promedio [% ± d.s.] <sup>1</sup>	Error absoluto [%]
EB-180-16-HT	58,2 ± 1,0	1,7
EB-180-1-MWHT	57,9 ± 0,8	1,4
EB-550-N <sub>2</sub> -PA	38,6 ± 0,5	1,3
EB-180-16-HT-550-N <sub>2</sub> -PA (1:1)	48,3 ± 2,1	4,3
EB-180-1-MWHT-550-N <sub>2</sub> -PA (1:1)	50,8 ± 0,7	1,4
B-180-16-HT-550-N <sub>2</sub> -PA (1:2)	44,1 ± 1,4	3,2
EB-180-1-MWHT-550-N <sub>2</sub> -PA (1:2)	40,9 ± 0,1	0,2

Los sólidos producidos de forma hidrotermal son oscuros, homogéneos y poseen partículas uniformes con una morfología similar a paja seca triturada. Por otro lado, los sólidos pirolizados son de un color negro intenso, poseen partículas uniformes, homogéneas y no poseen aglomeraciones.

#### 5.1.2. Isotermas de adsorción de N<sub>2</sub> a 77 K

Las isotermas de adsorción y desorción de N<sub>2</sub> a 77 K sobre los siete biocarbonos se muestran a continuación.

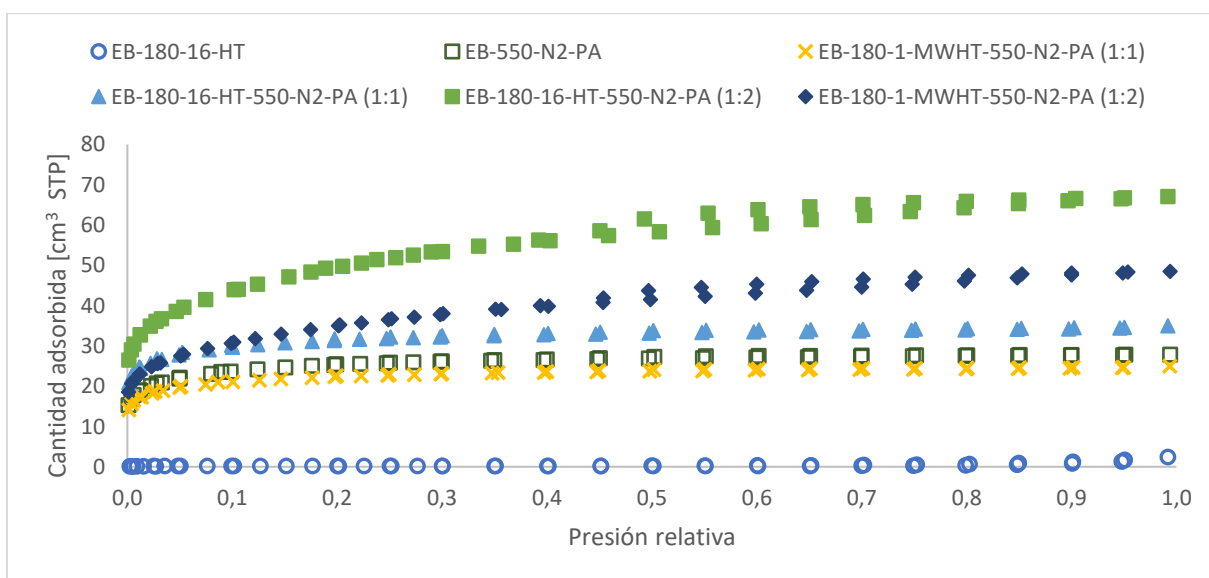


Figura N°5.1: Isoterma de adsorción desorción de N<sub>2</sub> a 77 K sobre los biocarbonos.

<sup>1</sup> Desviación estándar.

El biocarbono EB-180-16-HT muestra una isoterma tipo IV con histéresis H3, asociada a materiales mesoporosos y macroporosos. Presenta baja área superficial (10,7 m<sup>2</sup>/g), volumen de poros reducido (0,0436 cm<sup>3</sup>/g) y un diámetro promedio amplio (50,2 nm).

En contraste, el EB-550-N<sub>2</sub>-PA exhibe una isoterma tipo I con histéresis H4, típica de materiales microporosos, alcanzando un área superficial de 701 m<sup>2</sup>/g, volumen de poros de 0,320 cm<sup>3</sup>/g y predominio de microporos (94 %, 0,303 cm<sup>3</sup>/g), con diámetro de 1,09 nm.

Los biocarbonos EB-180-1-MWHT-550-N<sub>2</sub>-PA (1:1) y EB-180-16-HT-550-N<sub>2</sub>-PA (1:1) mantienen este mismo comportamiento microporoso (isoterma I, H4), con áreas superficiales de 639,4 y 621,1 m<sup>2</sup>/g, respectivamente, y alrededor del 93–94 % de microporos, con diámetros cercanos a 1,1 nm.

Por otro lado, los biocarbonos EB-180-16-HT-550-N<sub>2</sub>-PA (1:2) y EB-180-1-MWHT-550-N<sub>2</sub>-PA (1:2) exhiben isotermas tipo IV con histéresis H2, indicando mayor mesoporosidad. Ambos presentan áreas superficiales muy altas (987 y 905 m<sup>2</sup>/g), volúmenes de poros superiores (0,581 y 0,544 cm<sup>3</sup>/g) y predominio de microporos (87–88 %), con diámetros promedio cercanos a 1,1 nm.

**Tabla N°5.2: Propiedades texturales de los biocarbonos.**

<b>Biocarbono</b>	<b>Área BET [m<sup>2</sup>/g]</b>	<b>V<sub>tot</sub><sup>2</sup> [cm<sup>3</sup>/g]</b>	<b>V<sub>micro</sub><sup>3</sup> [cm<sup>3</sup>/g]</b>	<b>V<sub>meso</sub><sup>4</sup> [cm<sup>3</sup>/g]</b>	<b>Ancho promedio de poros (Å) (DFT)</b>
<b>EB-180-16-HT</b>	11	0,044	0,005	0,039	502,0
<b>EB-180-1-MWHT</b>	2	-	.	.	.
<b>EB-550-N<sub>2</sub>-PA</b>	701	0,320	0,303	0,017	10,9
<b>EB-180-1-MWHT-550-N<sub>2</sub>-PA (1:1)</b>	639	0,300	0,279	0,021	10,9
<b>EB-180-16-HT-550-N<sub>2</sub>-PA (1:1)</b>	621	0,287	0,269	0,018	11,4
<b>EB-180-16-HT-550-N<sub>2</sub>-PA (1:2)</b>	987	0,581	0,515	0,066	10,9
<b>EB-180-1-MWHT-550-N<sub>2</sub>-PA (1:2)</b>	905	0,544	0,477	0,067	11,4
<b>Merck (Matos et al., 2023)</b>	775	0,495	0,402	0,093	9,6

La Tabla 5.2 resume los parámetros texturales de los biocarbonos estudiados. En general, las condiciones de activación con ácido fosfórico a 550 °C favorecieron el desarrollo de áreas superficiales elevadas, especialmente en los biocarbonos preparados con relación de impregnación 1:2, que superaron los 900 m<sup>2</sup>/g y alcanzaron valores comparables o superiores al carbón activado comercial de referencia (Merck: 775 m<sup>2</sup>/g).

<sup>2</sup> Volumen total de poros

<sup>3</sup> Volumen de microporos

<sup>4</sup> Volumen de mesoporos

Se observa además que el aumento en la relación de impregnación (de 1:1 a 1:2) conduce a un mayor desarrollo de mesoporos, reflejado en la transición de isothermas tipo I (predominantemente microporosas) a tipo IV (mesoporosas). En contraste, los biocarbonos sin activación o tratados térmicamente a menor temperatura, como EB-180-16-HT, presentan áreas superficiales despreciables, confirmando la necesidad del tratamiento químico y térmico para generar estructura porosa significativa.

Diversos estudios han mostrado una amplia variabilidad en las áreas superficiales reportadas para carbonos activados a partir de biomasa de eucalipto con ácido fosfórico. Por ejemplo, Seithtanabutara (2019) informó un área BET de de 559,9 m<sup>2</sup>/g bajo condiciones optimizadas de activación (8 M de H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, 700 °C, 120 min). Por otro lado, Rincón-Silva et al. (2014) reportaron un área B.E.T de 1027 m<sup>2</sup>/g.

En resumen, los valores obtenidos se encuentran en el mismo rango reportado en la literatura (600–1000 m<sup>2</sup>/g), lo que confirma que las condiciones de síntesis aplicadas permiten generar biocarbonos competitivos en términos de área superficial y distribución de porosidad.

### 5.1.3. pH superficial

Los resultados de pH superficial se resumen en la tabla N°5.3. Las curvas de estabilización de pH y el cambio del pH en equilibrio con la concentración de biocarbonos se encuentra en el Anexo E.

**Tabla N°5.3: Valores de pH superficial de los biocarbonos.**

<b>Biocarbonos</b>	<b><i>pH<sub>PZC</sub> ± d.s</i><sup>5</sup></b>
<b>EB-180-16-HT</b>	4,65 ± 0,01
<b>EB-180-1-MWHT</b>	4,80 ± 0,02
<b>EB-550-N2-PA</b>	2,95 ± 0,03
<b>EB-180-16-HT-550-N2-PA (1:1)</b>	3,10 ± 0,10
<b>EB-180-1-MWHT-550-N2-PA (1:1)</b>	3,10 ± 0,09
<b>EB-180-16-HT-550-N2-PA (1:2)</b>	2,81 ± 0,03
<b>EB-180-1-MWHT-550-N2-PA (1:2)</b>	2,93 ± 0,09

Los biocarbonos hidrotermales EB-180-16-HT y EB-180-1-MWHT presentaron un pH de 4,65 y 4,80, respectivamente. Estos valores, en concordancia con los espectros IR-ATR (Anexo F), evidencian la presencia de grupos oxigenados superficiales de carácter ácido, principalmente carboxilos, lactonas y fenoles. Dichos grupos funcionales se originan durante el tratamiento hidrotermal a partir de

<sup>5</sup> Desviación estándar.

reacciones de deshidratación y descarboxilación, y se refuerzan durante la activación con ácido fosfórico y posterior pirólisis.

En contraste, los carbonos activados químicamente con  $H_3PO_4$  exhibieron valores de pH marcadamente más ácidos, lo cual se atribuye:

- i. Presencia de grupos fosfato remanentes (P=O, P-O-C, P-O-P) anclados a la superficie del biocarbono, como resultado de la reacción del ácido fosfórico con los componentes lignocelulósicos.
- ii. Formación adicional de grupos oxigenados ácidos (-COOH, lactonas, fenoles) promovida durante la activación y la pirólisis.

La combinación de ambos efectos incrementa significativamente la densidad de sitios ácidos superficiales, lo cual se refleja tanto en un pH superficial bajo, menores a 3,10 para los biocarbonos activados químicamente con ácido fosfórico. Este carácter ácido, lejos de ser una limitación, resulta favorable para la adsorción de fenol, ya que en medios ácidos–neutros la molécula permanece en su forma neutra y puede interactuar mediante interacciones  $\pi$ - $\pi$  con la matriz del biocarbono, así como por puentes de hidrógeno con grupos hidroxilos (-OH).

#### 5.1.4. Microscopías SEM

Las microscopías electrónicas de barrido muestran características morfológicas y texturales de los biocarbonos sintetizados. Las imágenes se muestran a continuación.

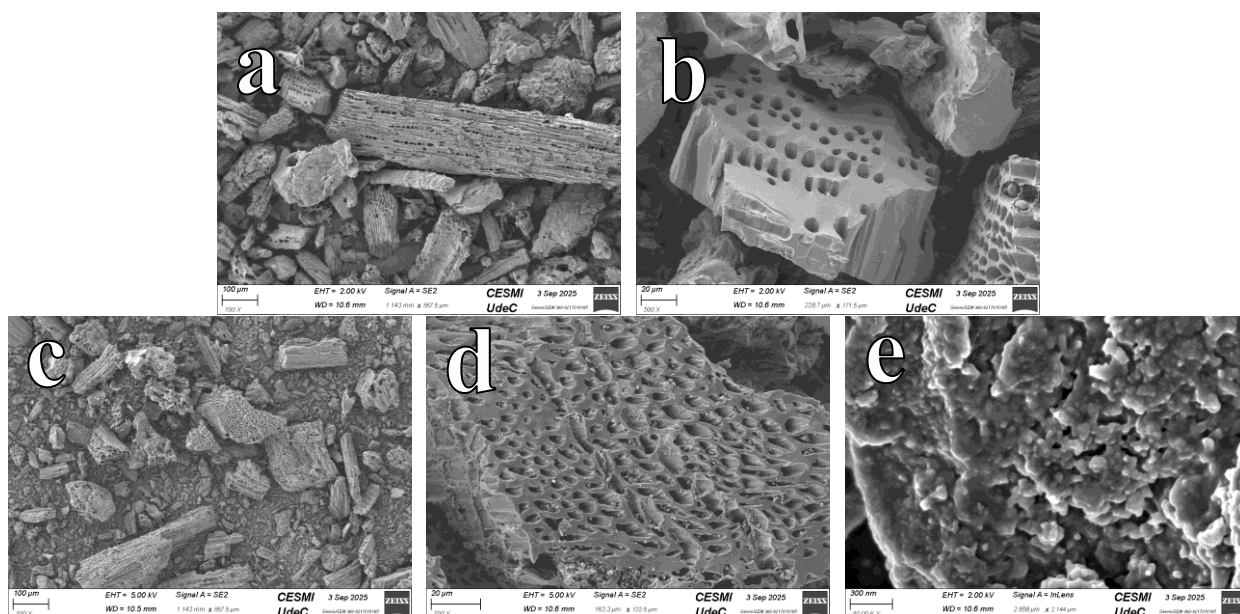


Figura N°5.2: Imágenes SEM de biocarbonos activados con ácido fosfórico y pirolizados. EB-550-N2-PA (a, b), EB-180-16-HT-550-N2-PA (1:1) (c, d, e).

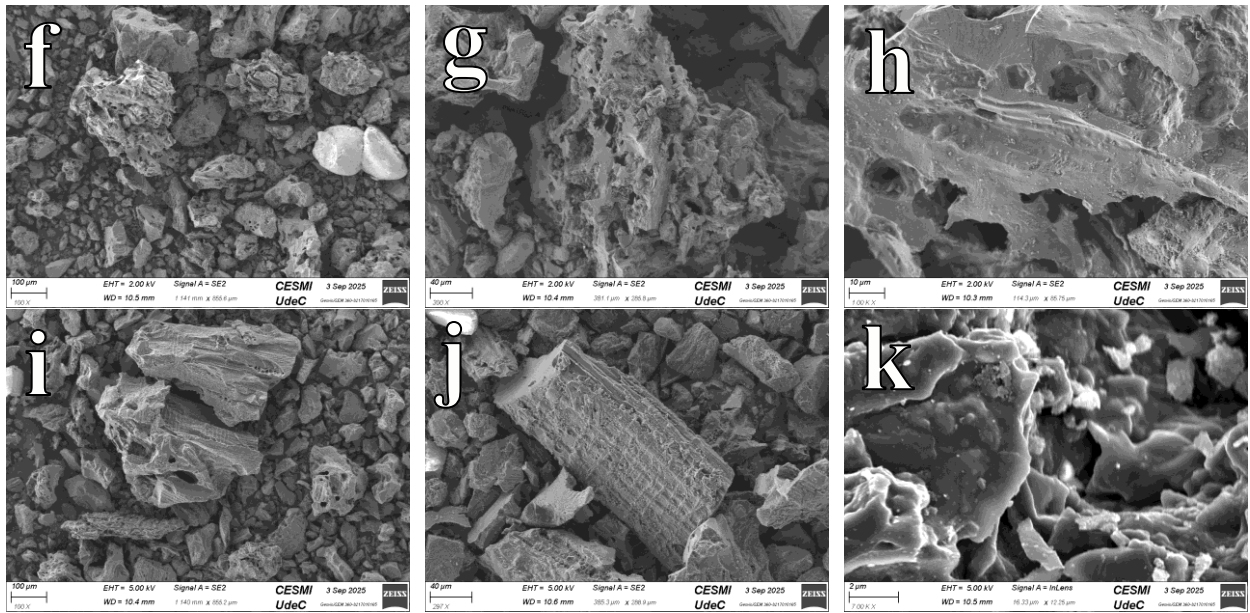


Figura N°5.3: Imágenes SEM de biocarbonos activados con ácido fosfórico y pirolizados. EB-180-16-HT-550-N2-PA (1:2) (f, g, h), EB-180-1-MWHT-550-N2-PA (1:2) (i, j, k).

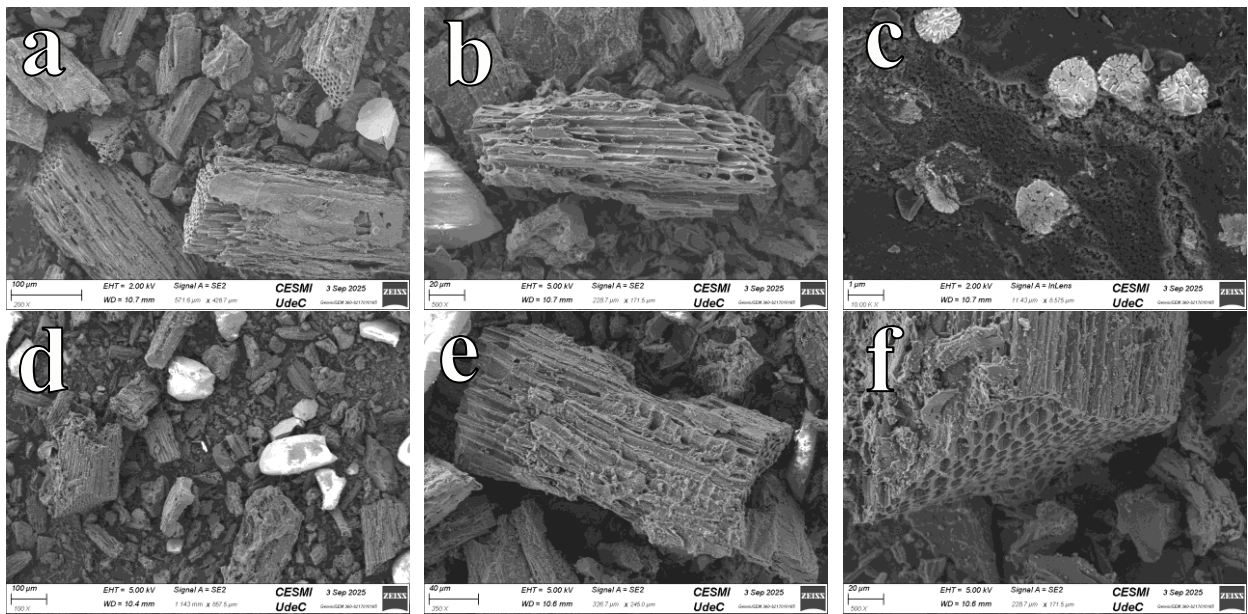
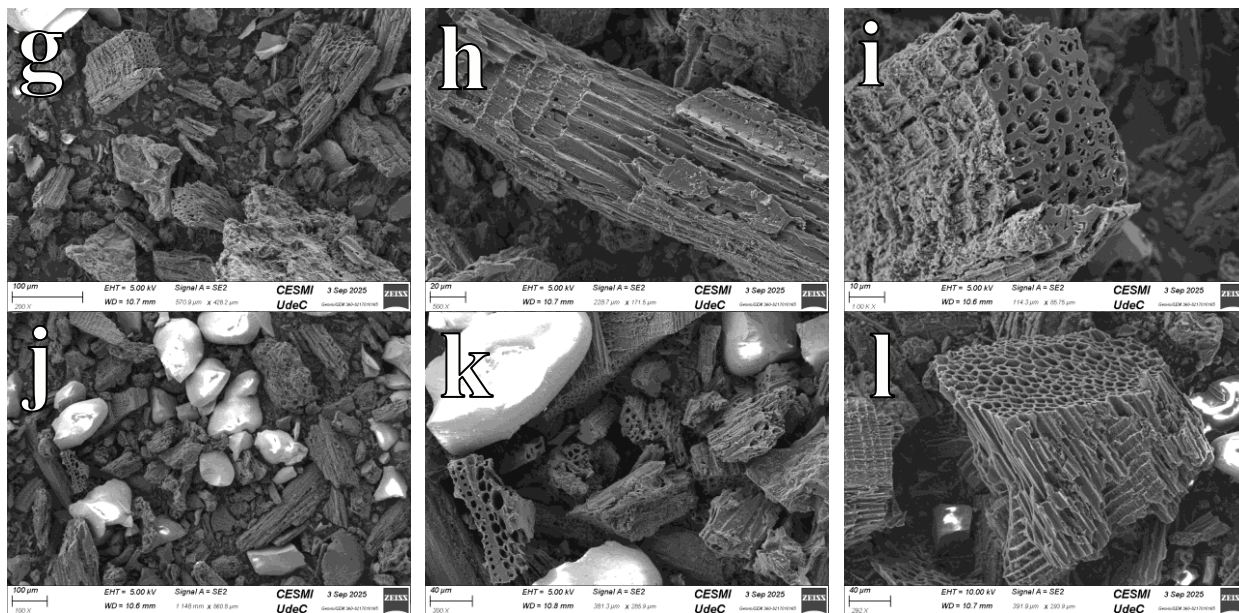


Figura N°5.4: Imágenes SEM del biocarbono EB-180-1-MWHT-550-N2-PA (1:1) virgen (a, b, c) y regenerado durante 5 min (d, e, f).



**Figura N°5.5: Imágenes SEM del biocarbono EB-180-1-MWHT-550-N2-PA (1:1) regenerado durante 30 min (g, h, i) y 60 min (j, k, l).**

En la Figura K.1 del Anexo K se muestran los biocarbonos sintetizados mediante método hidrotermal clásico y mediante hidrotermal asistido por microondas. En ambos casos, se observaron partículas de gran tamaño, superiores a 100  $\mu\text{m}$ , con superficies compactas y de baja porosidad. Esto se debe a que estas muestras no fueron sometidas a activación química ni a pirólisis.

En contraste, la Figura 5.2 y 5.3 presenta los biocarbonos activados con  $\text{H}_3\text{PO}_4$  y posteriormente pirolizados a 550  $^\circ\text{C}$ , en los cuales se observa un marcado incremento en la porosidad. Las superficies muestran cavidades con apariencia de panal de abejas, lo que sugiere un desarrollo de porosidad mesoporosa. En varios casos fue posible identificar mesoporos grandes, con diámetros estimados entre 20 y 40 nm, rango característico de la acción del ácido fosfórico como agente activante.

Además, en algunas muestras se detectaron partículas blancas sobre la superficie. El análisis EDX (Anexo K) reveló que corresponden principalmente a silicio (Si), acompañado de fósforo (P) y trazas de calcio (Ca). La presencia de silicio probablemente se relaciona con el origen de la biomasa y el suelo donde creció, ya que aparece de forma consistente en distintas muestras. En cuanto al fósforo, corresponde a residuos de la activación. La muestra EB-550-N2-PA (b) presentó además pequeñas esferas incrustadas dentro de los poros, lo cual sugiere la formación de estructuras secundarias durante la activación y pirólisis.

Finalmente, en la Figura 5.4 y 5.5 se analizaron las imágenes del biocarbono EB-180-1-MWHT-550-

N2-PA (1:1) en estado virgen y tras su regeneración a 5, 30 y 60 minutos. Se observa un aumento progresivo de la porosidad con el tiempo de regeneración. La muestra virgen presentó cavidades definidas, pero tras 5 minutos de regeneración se apreció una apertura adicional de poros. Este efecto se intensificó a 30 y 60 minutos, donde la superficie mostró una morfología más rugosa y con mayor número de cavidades. Estos resultados son coherentes con lo reportado para la regeneración asistida por microondas, donde el calentamiento volumétrico favorece la desorción de contaminantes y preserva la estructura porosa frente a los tratamientos térmicos convencionales, permitiendo mantener capacidades de adsorción elevadas (Ania et al., 2004). De esta manera, se confirma que la regeneración por microondas no solo evita la degradación estructural, sino que incluso mejora la accesibilidad de los poros, favoreciendo la reutilización eficiente del material.

### 5.1.5. Cinética de adsorción en oscuridad de fenol

Se obtuvieron isothermas de adsorción de fenol de los biocarbonos EB-180-16-HT-550-N2-PA (1:1) y de EB-180-1-MWHT-550-N2-PA (1:1). Los resultados de  $\mu$ moles adsorbidos se presentan en la figura N°5.6. Se puede observar que para los biocarbonos EB-180-16-HT-550-N2-PA (1:1) y EB-180-1-MWHT-550-N2-PA (1:1) alrededor de los 45 min ya existe equilibrio de adsorción. En la tabla N°5.4 se resumen los valores de fenol adsorbido en equilibrio con su respectiva concentración de fenol para cada biocarbono.

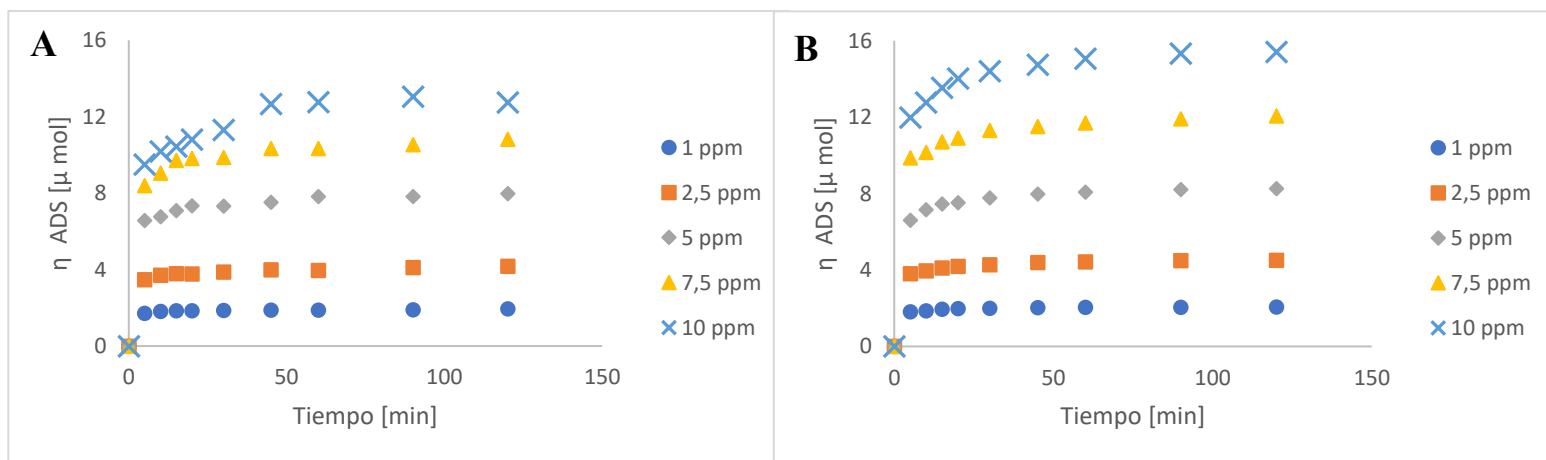


Figura N°5.6:  $\mu$ moles de fenol adsorbidos en diferentes concentraciones en una carga de 0,5 g/L. EB-180-16-HT-550 N2-PA (1:1) (A) y EB-180-1-MWHT-550-N2-PA (1:1) (B).

Tabla N°5.4: Valores de  $n_{ads}$  y  $C_{eq}$  luego de 120 min de adsorción en oscuridad para cada concentración inicial.

	EB-180-16-HT-550-N2-PA (1:1)		EB-180-1-MWHT-550-N2-PA (1:1)	
$C_0$ [ppm]	$n_{ads}$ [mol]	$C_{eq}$ [mol/L]	$n_{ads}$ [mol]	$C_{eq}$ [mol/L]
1	$2,5 \cdot 10^{-6}$	$3,9 \cdot 10^{-7}$	$2,6 \cdot 10^{-6}$	$4,8 \cdot 10^{-7}$
2,5	$5,3 \cdot 10^{-6}$	$2,7 \cdot 10^{-6}$	$5,7 \cdot 10^{-6}$	$2,9 \cdot 10^{-6}$
5	$1,0 \cdot 10^{-5}$	$9,0 \cdot 10^{-6}$	$1,0 \cdot 10^{-5}$	$9,3 \cdot 10^{-6}$
7,5	$1,4 \cdot 10^{-5}$	$1,8 \cdot 10^{-5}$	$1,5 \cdot 10^{-5}$	$1,8 \cdot 10^{-5}$
10	$1,6 \cdot 10^{-5}$	$2,6 \cdot 10^{-5}$	$1,9 \cdot 10^{-5}$	$3,1 \cdot 10^{-5}$

Posteriormente se graficó la concentración de fenol para cada concentración inicial a los 120 min en función de los  $\mu$ moles adsorbidos en ese tiempo, los resultados se presentan en la figura N°5.7.

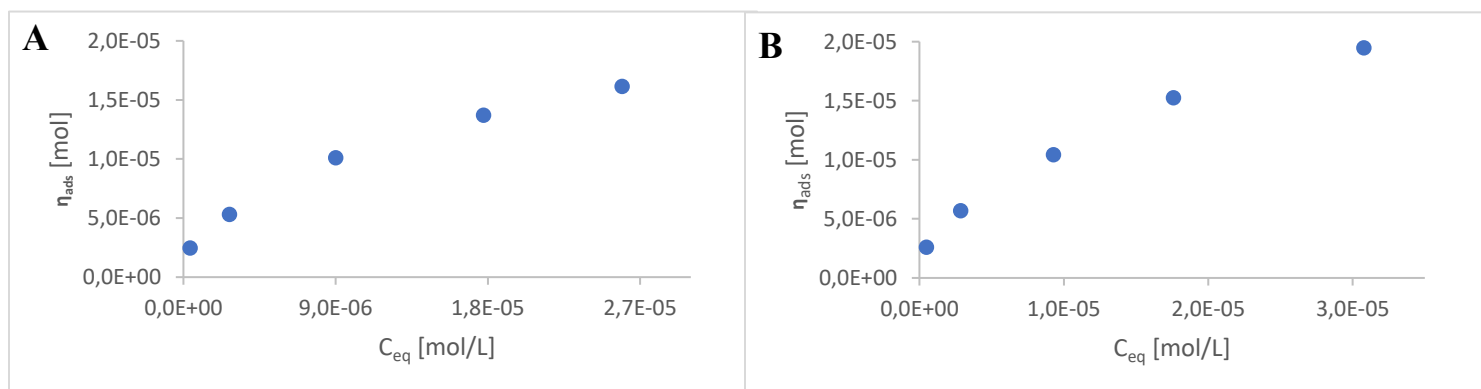


Figura N°5.7: Fenol adsorbido por 0,5 g/L de los biocarbonos EB-180-16-HT-550-N2-PA (1:1) (A) y EB-180-1-MWHT-550-N2-PA (1:1) (B).

Los valores de  $n_T$  y  $K_{ads}$  son obtenidos al graficar  $1/n_{ads}$  en función de  $1/C_{eq}$  y realizando un ajuste lineal, tal como se presenta en la figura N°5.8.

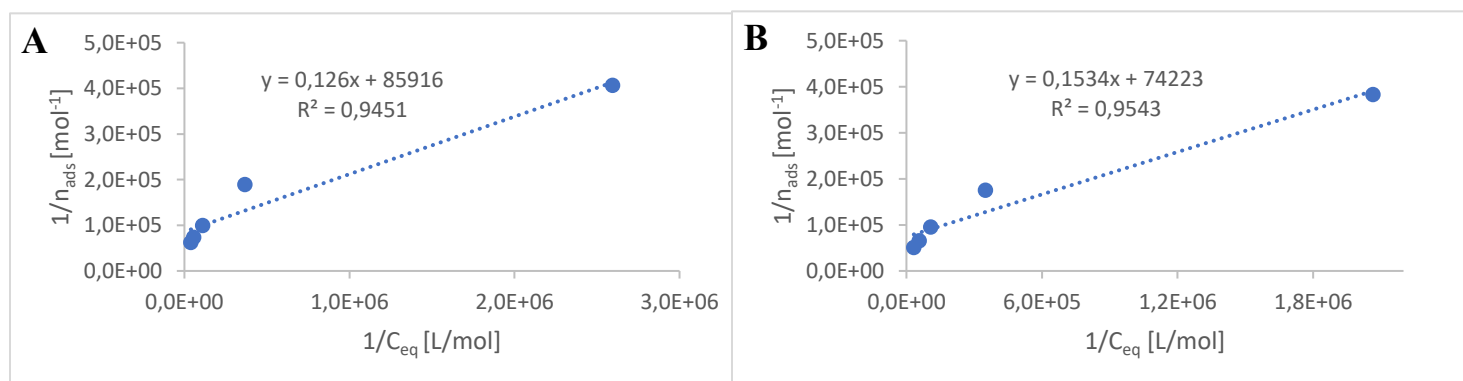


Figura N°5.8: Regresión lineal entre  $1/C_{eq}$  y  $1/n_{ads}$  para los biocarbonos EB-180-16-HT-550-N2-PA (1:1) (A) y EB-180-1-MWHT-550-N2-PA (1:1) (B).

En la tabla 5.5 se muestran los valores obtenidos, con un coeficiente de regresión alto, el cual indica que la adsorción ajusta bien al modelo de adsorción de Langmuir.

**Tabla N°5.5: Parámetros obtenidos del ajuste al modelo de Langmuir para los biocarbonos EB-180-16-HT-550-N2-PA (1:1) (A) y EB-180-1-MWHT-550-N2-PA (1:1) (B).**

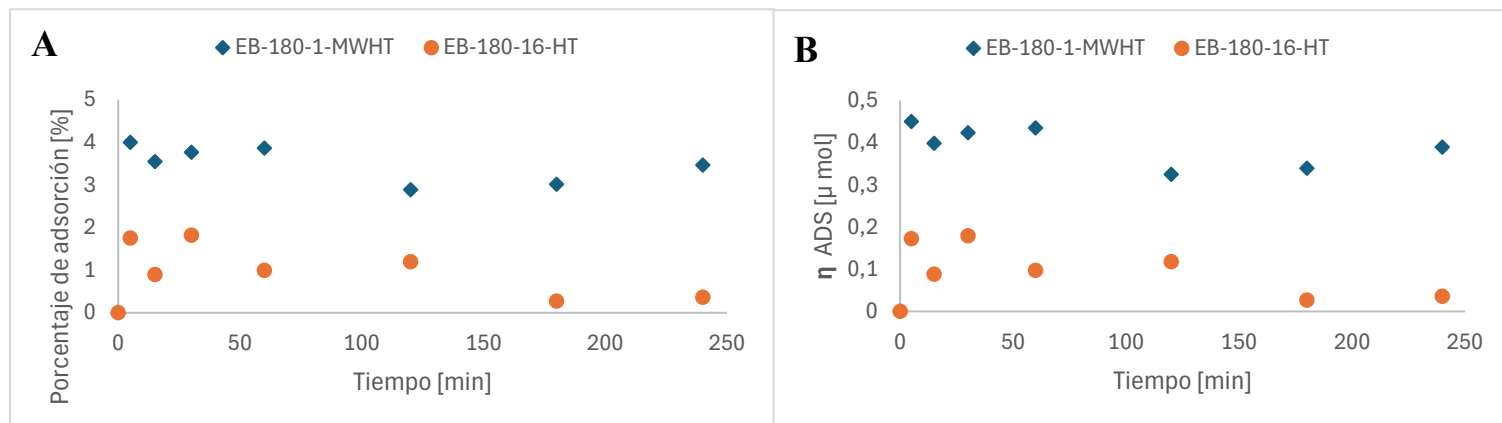
Material	$n_T$ [moles]	$K_{ads}$ [L/mol]	$R^2$
EB-180-16-HT-550-N2-PA (1:1)	$1,16 \cdot 10^{-5}$	$6,82 \cdot 10^5$	0,9451
EB-180-1-MWHT-550-N2-PA (1:1)	$1,35 \cdot 10^{-5}$	$4,84 \cdot 10^5$	0,9543
AC Merck	$1,94 \cdot 10^{-5}$	$1,42 \cdot 10^5$	-

La Tabla 5.5 muestra los parámetros de Langmuir para los biocarbonos EB-180-16-HT-550-N2-PA (1:1) y EB-180-1-MWHT-550-N2-PA (1:1), con capacidades máximas de adsorción de  $1,16 \cdot 10^{-5}$  y  $1,35 \cdot 10^{-5}$  moles de fenol en 0,125 g de material. Por esta razón, se utilizó una concentración de 5 ppm de fenol, la cual, en el volumen de solución utilizado (253 ml), contienen una cantidad de  $1,063 \cdot 10^{-5}$  moles.

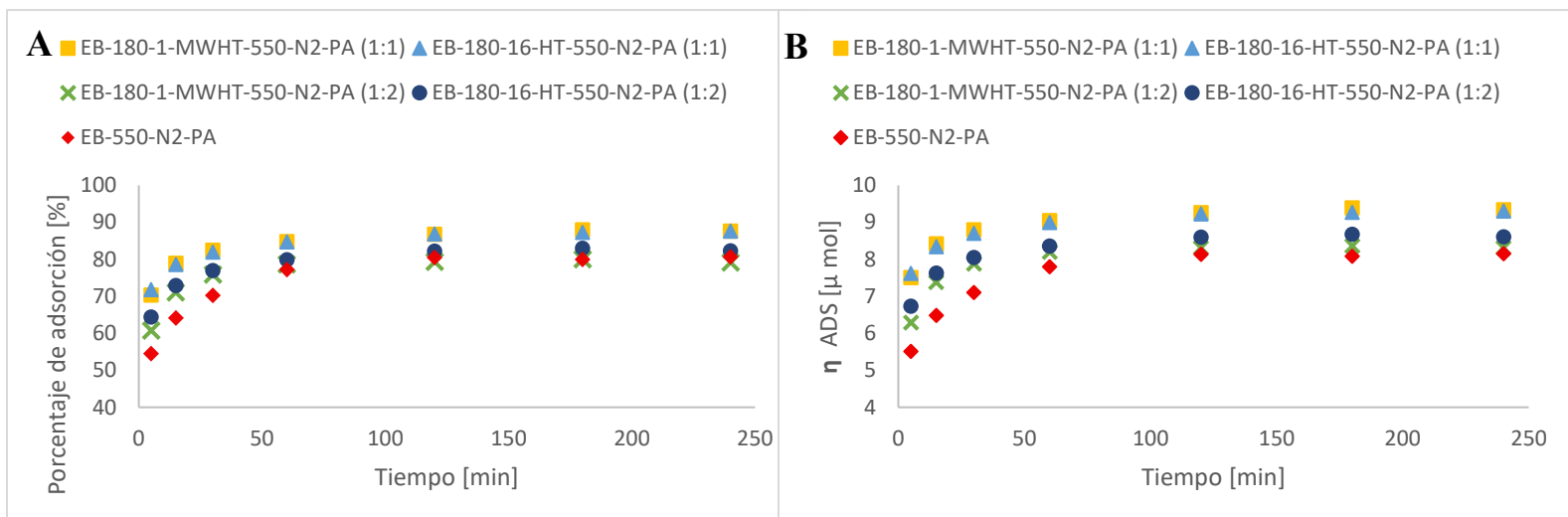
Bajo la misma carga de sólido (0,5 g/L), ambos biocarbonos exhibieron constantes de afinidad  $K_{ads}$  superiores a las reportadas por el AC Merck lo que refleja una mayor afinidad hacia el fenol. Por otro lado, aunque sus  $n_T$  son ligeramente menores, esto es consistente con su menor área BET, confirmando su viabilidad como adsorbentes (Matos, Laine, & Herrmann, 1998).

## 5.2. Ensayos de adsorción

Las siguientes figuras presentan la evolución del porcentaje de adsorción y la cantidad de moles de fenol adsorbidos en función del tiempo, para los biocarbonos obtenidos mediante síntesis hidrotermal y por pirólisis con activación química utilizando ácido fosfórico. En todos los casos, la solución de fenol utilizada para el ensayo de adsorción tenía una concentración inicial de 5 ppm.



**Figura N°5.9: Capacidad de adsorción v/s tiempo (A) y cinética de adsorción en oscuridad de fenol de los biocarbonos sintetizados por vía hidrotermal (B). La concentración inicial de la solución de fenol fue de 5 ppm.**



**Figura N°5.10: Capacidad de adsorción v/s tiempo (A) y cinética de adsorción en oscuridad de fenol de los biocarbonos sintetizados por pirólisis con activación química utilizando ácido fosfórico (B). La concentración inicial de la solución de fenol fue de 5 ppm.**

Durante el análisis HPLC de los biocarbonos EB-180-1-MWHT y EB-180-16-HT se observó ruido de fondo, atribuido a la liberación de taninos de la biomasa original. Esto se relaciona con las condiciones de síntesis aplicadas (tratamiento hidrotermal en microondas a 180 °C por 1 h e hidrotermal clásico por 16 h), que probablemente favorecieron la extracción parcial de compuestos fenólicos naturales como los taninos, considerando la cercanía al punto de ebullición del fenol (181,7 °C). Para aislar únicamente la señal del fenol se realizó una corrección de señal mediante la sustracción punto a punto de los cromatogramas, lo que permitió eliminar interferencias y obtener las áreas de integración.

De este modo, se observó que no hay una adsorción significativa de fenol por parte de los carbonos EB-180-1-MWHT y EB-180-16-HT (<4%), esto se puede atribuir a la baja temperatura de activación (180 °C), la cual no permite el desarrollo de una estructura porosa adecuada, así como a la presencia de compuestos fenólicos residuales como los taninos, que interfieren con el proceso de adsorción.

En contraste, el carbón EB-550-N<sub>2</sub>-PA alcanzó un 80,6% de adsorción a los 240 minutos, demostrando una capacidad de retención elevada y una tendencia creciente con el tiempo. Este comportamiento confirma que la activación química y térmica favorece el desarrollo de una porosidad adecuada para la captura de fenol.

Asimismo, los carbonos activados EB-180-1-MWHT-550- N<sub>2</sub>-PA (1:1) y EB-180-16-HT-550- N<sub>2</sub>-PA (1:1) presentaron una cinética rápida y eficiente. El primero alcanzó un 70,3% de remoción en 5

minutos y un 78,9% en 15 minutos, mientras que el segundo mostró un 71,8% a los 5 minutos. Estos resultados reflejan un buen desempeño en los primeros instantes de contacto con el fenol.

Por otro lado, los biocarbonos EB-180-1-MWHT-550- N<sub>2</sub>-PA (1:2) y EB-180-16-HT-550- N<sub>2</sub>-PA (1:2) también presentaron un desempeño favorable, aunque menor que sus versiones 1:1. El exceso de ácido fosfórico en la etapa de activación generó una saturación de la superficie con grupos fosfato, lo que bloqueó parcialmente los poros formados e impidió un acceso eficiente de las moléculas de fenol. Como consecuencia, la capacidad de adsorción disminuyó respecto a las muestras activadas en relación 1:1, evidenciando que un exceso de agente activante no necesariamente mejora el rendimiento y puede incluso limitar la afinidad del material hacia los contaminantes.

**Tabla N°5.6: Resumen biocarbonos probados.**

<b>Biocarbono</b>	<b>Funciona</b>	<b>Carga [g/L]</b>	<b>Masa [g]</b>	<b>Tiempo máximo de adsorción [min]</b>	<b>% de Adsorción a los 180 min</b>
<b>EB-180-1-MWHT-550-N<sub>2</sub>-PA (1:2)</b>	Si	0,5	0,12513	180	80
<b>EB-180-16-HT-550-N<sub>2</sub>-PA (1:2)</b>	Si	0,5	0,12519	180	83
<b>EB-180-1-MWHT-550- N<sub>2</sub>-PA (1:1)</b>	Si	0,5	0,12518	180	88
<b>EB-180-16-HT-550- N<sub>2</sub>-PA (1:1)</b>	Si	0,5	0,12532	240	87
<b>EB-550- N<sub>2</sub>-PA</b>	Si	0,5	0,12535	240	79
<b>EB-180-1-MWHT</b>	No	0,5	0,12505	5	3
<b>EB-180-16-HT</b>	No	0,5	0,12520	30	0

Se puede apreciar que los mejores resultados se obtuvieron con los carbonos EB-180-1-MWHT-550- N<sub>2</sub>-PA (1:1) y EB-180-16-HT-550-N<sub>2</sub>-PA (1:1), los cuales alcanzaron un 88,0 % y 87,6 % de adsorción, respectivamente. Ambos funcionaron eficientemente a una carga de 0,5 g/L, empleando una masa aproximadamente de 0,125 g. Por el contrario, los carbonos que no fueron pirolizados a 550 °C (EB-180-1-MWHT y EB-180-16-HT) no presentaron capacidad de adsorción significativa, con remociones de tan sólo 4 %, ya que debido a la temperatura en la que fueron elaborados sólo presentan una porosidad insipiente.

### 5.3. Regeneración del biocarbón

Se evaluó la adsorción de fenol sobre el carbón activado EB-180-1-MWHT-550-N2-PA (1:1) recién sintetizado y sobre el material regenerado por microondas Monowave 400 con tiempos de residencia de 5, 30 y 60 min. El carbón virgen alcanzó a los 60 min una remoción de 84,8%. En todos los casos, la solución de fenol utilizada para el ensayo de adsorción tenía una concentración inicial de 5 ppm.

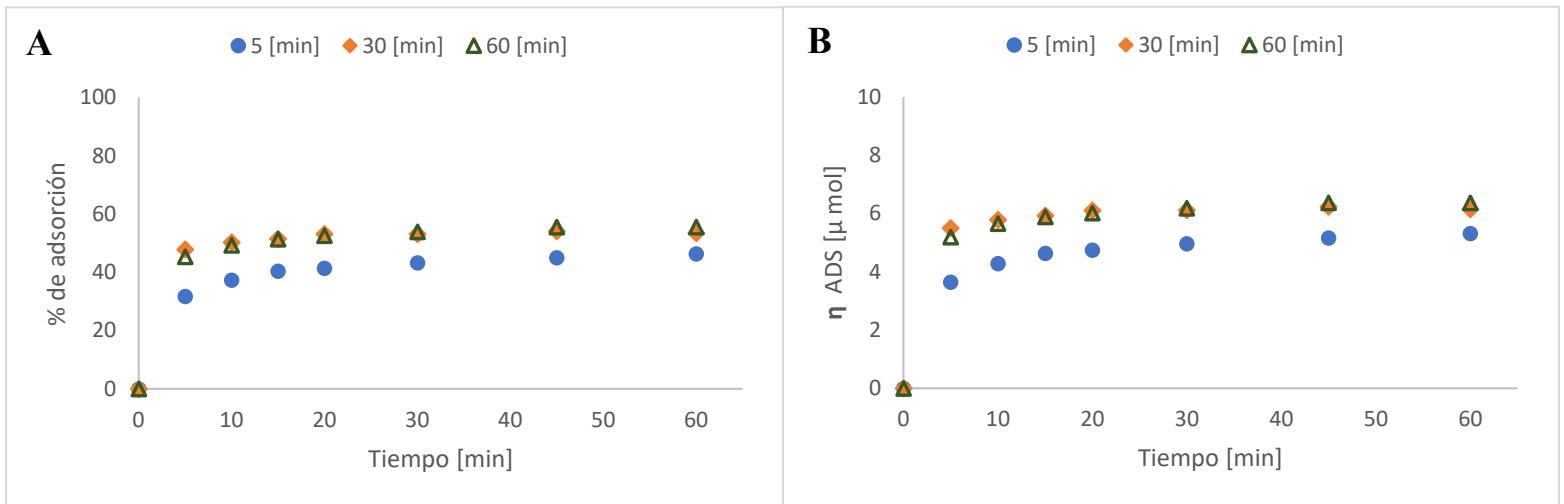


Figura N°5.11: Capacidad de adsorción v/s tiempo (A) y cinética de adsorción en oscuridad de fenol de los biocarbonos regenerados en microondas (B). La concentración inicial de la solución de fenol fue de 5 ppm.

Tras la regeneración, las curvas cinéticas mostraron rápida captación inicial y tendencia a meseta a partir de 30–45 min. A 60 min de contacto, los valores máximos obtenidos fueron.

Tabla N°5.7: Comparativa de los valores máximos a 60 min obtenido, de porcentaje de adsorción y cinética de adsorción en oscuridad de fenol del biocarbón virgen y del biocarbón regenerado a distintos tiempos de retención en microondas.

EB-180-1-MWHT-550-N2-PA (1:1)	% de adsorción [% ± d.s.] <sup>6</sup>	η ADS [μmol ± d.s.]
Virgen	84,8 ± 0,89	9,05 ± 0,59
5 [min] regenerado	46,4 ± 0,88	5,32 ± 0,10
30 [min] regenerado	53,5 ± 0,30	6,15 ± 0,02
60 [min] regenerado	55,5 ± 0,12	6,37 ± 0,26

Comparando la capacidad de adsorción (η adsorbida en μmol) del carbón regenerado respecto a la del

<sup>6</sup> Desviación estándar.

carbón virgen en el mismo tiempo (60 min), se obtuvo un porcentaje de recuperación del biocarbón regenerado.

$$\% \text{ Recuperación} = \frac{\eta_{\text{Regenerado}}}{\eta_{\text{Virgen}}} \cdot 100 \quad (\text{Ec. 5.1})$$

La ecuación 5.1 calcula el porcentaje de su máxima capacidad de adsorción con respecto al carbón virgen. De la ecuación anterior se obtuvieron los siguientes resultados: 57,5 %, 66,5 % y 68,8 %, respectivamente. La diferencia entre 30 y 60 min fue marginal, indicando que extender la residencia de 30 a 60 min no aporta una mejora sustantiva.

Estos resultados indican que la regeneración fue efectiva, aunque limitada respecto al material virgen, lo que sugiere la pérdida irreversible de algunos sitios activos o el bloqueo de microporos por compuestos residuales. Entre los tratamientos, el tiempo de regeneración de 30 min se considera la condición más conveniente, al entregar un desempeño cercano al de 60 min con menor demanda de recursos. Estos resultados son coherentes con lo reportado para la regeneración por microondas, donde el calentamiento volumétrico favorece la desorción y preserva la estructura porosa frente a la regeneración térmica convencional, permitiendo mantener capacidades de adsorción elevadas (Ania et al., 2004).

## 6. Conclusiones

El presente estudio demostró la viabilidad de transformar un residuo forestal abundante, la corteza de eucalipto, en un recurso de alto valor: carbón poroso. Este material se mostró excepcionalmente eficaz para la remediación de agua contaminada con fenol. Los resultados confirman que la activación con ácido fosfórico a 550 °C es una metodología prometedora, ya que permitió la síntesis de biocarbons con una alta área superficial, entre 620 y 987 m<sup>2</sup>/g.

Específicamente, los biocarbons pirolizados con una proporción de ácido fosfórico de 1:1 (EB-180-1-MWHT-550-N2-PA (1:1) y EB-180-16-HT-550-N2-PA (1:1)) alcanzaron una capacidad de adsorción del 88,0 % y 87,6 % respectivamente. Por el contrario, los biocarbons no sometidos a pirólisis a 550 °C no mostraron capacidad de adsorción, lo que subraya la importancia de este proceso térmico para crear la estructura porosa necesaria.

Además de su alta eficiencia en la remoción de fenol, se evaluó con éxito la regeneración del mejor biocarbono saturado (EB-180-1-MWHT-550-N2-PA (1:1)). El proceso de regeneración fue efectivo, recuperando entre un 57.5 % y un 68.8 % de la capacidad de adsorción del carbón virgen. Estos resultados sugieren la posibilidad de reutilizar el adsorbente, lo que reduce costos y el impacto ambiental del proceso, ya que anteriormente, cuando el biocarbono se saturaba y ya no podía adsorber contaminantes, simplemente se desechaba.

La transformación de residuos forestales como la corteza de eucalipto en biocarbons funcionales representa una alternativa prometedora para enfrentar la contaminación por compuestos orgánicos, como los fenoles. Esta estrategia puede implementarse a escala local en zonas industriales o rurales, contribuyendo tanto a la gestión de residuos como a la protección del recurso hídrico.

## 7. Referencias.

- Ania, C. O., et al. (2004). Microwave-induced regeneration of activated carbons polluted with phenol. A comparison with conventional thermal regeneration. *Carbon*, 42(7), 1383–1387. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2004.01.010>
- Arteaga-Pérez, L. E., et al. (2015). Torrefaction of wood and bark from *Eucalyptus globulus* and *Eucalyptus nitens*: Focus on volatile evolution vs feasible temperatures. *Energy*, 93, 1731-1741.
- Atanu Kumar Das, M. N. (2020). Review on tannins: Extraction processes, applications and possibilities. *South African Journal of Botany*, 135, 58-70.
- Bravo, L. (2017). *Activación y funcionalización de biochars. Efecto del precursor biomásico sobre características fisicoquímicas* [Memoria de Título, Universidad de Concepción].
- Carbotecnia. (2023, 8 de mayo). Fenoles en el agua como contaminante. Recuperado de <https://www.carbotecnia.info/aprendizaje/quimica-del-agua/fenoles-en-el-agua-como-contaminante/>
- Carbotecnia. (2024, 22 de abril). *Reactivación de carbón activado granular*. Recuperado de <https://www.carbotecnia.info/aprendizaje/carbon-activado/reactivacion-de-carbon-activado-granular/>
- Carbotecnia. (2025, 2 de abril). *¿Qué es el carbón activado y para qué sirve?* Recuperado de <https://www.carbotecnia.info/aprendizaje/carbon-activado/que-es-carbon-activado/>
- Demirbas, A. (2004). Effects of temperature and particle size on bio-char yield from pyrolysis of agricultural residues. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 72, 243-248. <https://doi.org/10.1016/j.jaap.2004.07.003>
- Fuentes, N. A. (2012). *Estudio de los compuestos fenólicos en rocío de la ciudad de Santiago* [Tesis de Magíster en Ciencias Biológicas, Universidad de Chile].
- García, A. N. (1993). *Estudio termoquímico y cinético de la pirólisis de residuos sólidos urbanos* [Tesis doctoral, Universidad de Alicante]. <http://hdl.handle.net/10045/4157>
- Gominho, J., et al. (2012). Chemical and fuel properties of stumps biomass from *Eucalyptus globulus* plantations. *Industrial Crops and Products*, 39, 12-16. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2012.01.026>
- González, B. G. (2017). *Desarrollo de carbón activado a partir de desechos agroindustriales con aplicación en adsorción de arsénico* [Memoria de Título, Universidad de Chile].

Hanafi, M. F., et al. (2020). A review on the water problem associate with organic pollutants derived from phenol, methyl orange, and remazol brilliant blue dyes. *Materials Today: Proceedings*, 31, A141-A150. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.01.258>

Huang, F., et al. (2024). Microwave thermal regeneration characteristics of spent activated carbon based on a coupled electromagnetic, heat and mass transfer multiphase porous media model. *Energy*, 292, 130437. <https://doi.org/10.1016/j.energy.2024.130437>

Instituto Nacional de Seguridad y Salud en el Trabajo. (2023). *Trabajos que supongan exposición a polvo de maderas duras*. Gobierno de España. <https://www.insst.es/agentes-quimicos-infocarquim/procedimientos/trabajos-que-supongan-exposicion-a-polvo-de-maderas-duras>

Larasati, A., et al. (2021). Insights into chemical regeneration of activated carbon for water treatment. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 9, 105555. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2021.105555>

Mani, T., et al. (2010). Pyrolysis of wheat straw in a thermogravimetric analyzer: Effect of particle size and heating rate on devolatilization and estimation of global kinetics. *Chemical Engineering Research and Design*, 88, 952-958. <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2010.02.008>

Matos, J., et al. (1998). Synergy effect in the photocatalytic degradation of phenol on a suspended mixture of titania and activated carbon. *Applied Catalysis B: Environmental*, 18(3-4), 281-291.

Matos, J., et al. (2019). C-doped anatase TiO<sub>2</sub>: Adsorption kinetics and photocatalytic degradation of methylene blue and phenol, and correlations with DFT estimations. *Journal of Colloid and Interface Science*, 547, 14-29. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2019.03.074>

Matos, J., et al. (2023). Atrazine adsorption on nanoporous carbons prepared by chemical and physical activation of mangosteen-peel biochar: Experimental and theoretical insights. *Molecules*, 28(14), 5268.

Matus, T. (2022). *Aspectos técnicos y ambientales asociados a la regeneración de carbón activado utilizado en adsorción de contaminantes emergentes*. [Memoria de Título, Universidad de Concepción].

Millipore. (2023). Ficha de datos de seguridad: Fenol p.a. ACS, Reag. Ph Eur (versión 8.5). Merck S.A. Recuperado 12 de mayo de 2025.

Ministerio Secretaría General de la Presidencia. (2001). *Decreto Supremo N.º 90: Establece norma de emisión para la regulación de contaminantes asociados a las descargas de residuos líquidos a aguas marinas y continentales superficiales*. Diario Oficial de la República de Chile. <https://bcn.cl/2k71i>

Muñoz Flores, P. F., et al. (2017). *Síntesis, caracterización y aplicación de biocarbones como soporte catalítico en la reacción de metanación de CO* [Memoria de título, Universidad de Concepción].

Naciones Unidas. (2010). *El derecho humano al agua y el saneamiento* (Resolución A/RES/64/292). Asamblea General de las Naciones Unidas. <https://undocs.org/es/A/RES/64/292>

Neiva, D. M., et al. (2018). Potential of Eucalyptus globulus industrial bark as a biorefinery feedstock: Chemical and fuel characterization. *Industrial Crops and Products*, 123, 262-270. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2018.06.070>

Ocares, J. I., et al. (2017). *Uso de materiales híbridos nanoestructurados a base de TiO<sub>2</sub>-C para la conversión de moléculas derivadas de biomasa*. [Memoria de título, Universidad de Cocepción].

Oladejo, J., et al. (2020). Closing the active carbon cycle: Regeneration of spent activated carbon from a wastewater treatment facility for resource optimization. *Chemical Engineering and Processing*, 150, 107878. <https://doi.org/10.1016/j.cep.2020.107878>

Ramos, R. L., et al. (2024). Phenolic compounds in water: Review of occurrence, risk, and retention by membrane technology. *Journal of Environmental Management*, 351, 119772. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2023.119772>

Rincón-Silva, N. G., et al. (2014). Obtaining of activated carbon from seeds of eucalyptus by chemical activation with H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>: Characterization and evaluation of adsorption capacity of phenol from aqueous solution. *Ingeniería y Competitividad*, 16(1), 207–219.

Rosas García, V. M. (1999, 22 septiembre). *Tipos de isoterma de adsorción*. Recuperado 3 de junio de 2025, de <https://lqi.tripod.com/FQAv/isoterms.htm>

Seerod, S., & Seithanabutura, V. (2019). Effect of activation conditions on the porous properties of activated carbon derived from eucalyptus woodchips. *GK Journal of Science*, 17(2), 65–76. <https://ph02.tci-thaijo.org/index.php/gskku/article/view/207851>

Serp, P., et al. (2009). *Carbon materials for catalysis*. Wiley, New Jersey, 2009.

## 8. Anexos

### 8.1. Anexo A

Tabla N°A.1: Resumen de concentraciones máximas de fenoles en agua por país.

<b>País</b>	<b>Compuesto Fenólico</b>	<b>Concentración Máxima Reportada (ppm)</b>	<b>Ubicación</b>
India	Fenol	179,0	Río Ganges y humedal Sunderban
España	Nonilfenol	37,3	Cuenca del río Llobregat (Cataluña)
Egipto	2,6-di-terc-butil-4-metilfenol	1,4	Río Nilo
Reino Unido	4-terc-octilfenol	1,3	Ríos receptores de efluentes de aguas residuales
Polonia	Pentaclorofenol	0,6	Agua potable tratada con cloración
Nigeria	2,4-dinitrofenol	0,6	Muestras de agua sin especificar
Arabia Saudita	2-metil-4,6-nitrofenol	0,5	Aguas subterráneas
China	3-metilfenol (cresol)	0,3	Ríos en Tianjin
Brasil	4-cloro-3-metilfenol	0,2	Agua de río cruda para abastecimiento

## 8.2. Anexo B

### 8.2.1. Resultados de los biocarbons producidos

A continuación, se presentan los resultados obtenidos de los biocarbons producidos. Se incluyen la masa inicial de biomasa utilizada, la masa final del biocarbono obtenido, las cantidades de materiales empleados en cada ensayo, el porcentaje de rendimiento calculado, así como sus respectivos errores absoluto y relativo. A los datos presentados se les realizó un tratamiento de datos para asegurar la consistencia y confiabilidad de los resultados reportados.

#### i. EB-180-16-HT:

Tabla N°B.1: Síntesis de EB-180-16-HT.

Masa Inicial biomasa [g]	Masa carbón obtenida [g]	Rendimiento [%]	V. agua [ml]	E. Abs [%]	E. Relativo [%]
0,50004	0,28240	56,5	9	1,7	3,0
0,50035	0,28611	57,2	9	1,0	1,8
0,50004	0,28610	57,2	9	1,0	1,7
0,50018	0,28771	57,5	9	0,7	1,2
0,50002	0,28868	57,7	9	0,5	0,8
0,50004	0,28934	57,9	9	0,4	0,6
0,50021	0,29363	58,7	9	0,5	0,8
0,50046	0,28877	57,7	9	0,5	0,9
0,50009	0,28617	57,2	9	1,0	1,7
0,50014	0,29177	58,3	9	0,1	0,2
0,50020	0,29907	59,8	9	1,6	2,7
0,50019	0,29987	60,0	9	1,7	3,0
0,50027	0,29813	59,6	9	1,4	2,4
0,50010	0,29442	58,9	9	0,6	1,1
0,50025	0,28946	57,9	9	0,4	0,6
0,50022	0,29288	58,6	9	0,3	0,6
0,50044	0,29690	59,3	9	1,1	1,9
0,50020	0,29080	58,1	9	0,1	0,2

ii. EB-180-1-MWHT:

Tabla N°B.2: Síntesis de EB-180-1-MWHT.

Masa Inicial biomasa [g]	Masa carbón obtenida [g]	Rendimiento [%]	V. agua [ml]	E. Abs [%]	E. Relativo [%]
0,50014	0,29578	59,1	9	1,2	2,1
0,50050	0,28852	57,6	9	0,3	0,5
0,50008	0,28514	57,0	9	0,9	1,5
0,50025	0,28475	56,9	9	1,0	1,7
0,50027	0,28920	57,8	9	0,1	0,2
0,50028	0,28937	57,8	9	0,1	0,1
0,50020	0,29135	58,2	9	0,3	0,6
0,50024	0,28744	57,5	9	0,5	0,8
0,50014	0,29654	59,3	9	1,4	2,4
0,50043	0,29480	58,9	9	1,0	1,7
0,50014	0,28640	57,3	9	0,6	1,1
0,50005	0,29441	58,9	9	1,0	1,7
0,50019	0,28745	57,5	9	0,4	0,8
0,50013	0,28980	57,9	9	0,0	0,1
0,50011	0,28781	57,5	9	0,4	0,6
0,50006	0,28564	57,1	9	0,8	1,4
0,50013	0,29631	59,2	9	1,3	2,3
0,50024	0,29178	58,3	9	0,4	0,7
0,50018	0,28249	56,5	9	1,4	2,5

iii. EB-550-N2-PA:

Tabla N°B.3: Síntesis de EB-550-N2-PA.

Masa Inicial biomasa [g]	Masa carbón obtenida [g]	Rendimiento [%]	V. agua [ml]	V. ac. Fosfórico [ml]	E. Abs [%]	E. Relativo [%]
2,00021	0,77813	38,9	14	1,16	0,3	0,9
2,00034	0,76451	38,2	14	1,16	0,3	0,9

iv. **EB-180-16-HT-550-N2-PA (1:1):**

Tabla N°B.4: Síntesis de EB-180-16-HT-550-N2-PA (1:1).

Masa Inicial EB-180-16-HT [g]	Masa carbón obtenida [g]	Rendimiento [%]	V. agua [ml]	V. Ac. Fosfórico [ml]	E. Abs [%]	E. Relativo [%]
2,00009	0,99607	49,8	14	1,16	1,5	3,1
2,00007	0,93638	46,8	14	1,16	1,5	3,1

v. **EB-180-1-MWHT-550-N2-PA (1:1):**

Tabla N°B.5: Síntesis de EB-180-1-MWHT-550-N2-PA (1:1).

Masa Inicial EB-180-1-MWHT [g]	Masa carbón obtenida [g]	Rendimiento [%]	V. agua [ml]	V. Ac. Fosfórico [ml]	E. Abs [%]	E. Relativo [%]
2,00084	1,01833	50,9	14	1,16	0,1	0,2
2,00056	0,99547	49,8	14	1,16	1,1	2,1
2,00055	1,03067	51,5	14	1,16	0,7	1,4
2,00090	1,02198	51,1	14	1,16	0,3	0,5

vi. **EB-180-16-HT-550-N2-PA (1:2):**

Tabla N°B.6: Síntesis de EB-180-16-HT-550-N2-PA (1:2).

Masa Inicial EB-180-16-HT [g]	Masa carbón obtenida [g]	Rendimiento [%]	V. agua [ml]	V. Ac. Fosfórico [ml]	E. Abs [%]	E. Relativo [%]
2,00009	0,99607	49,8	14	1,16	0,8	1,6
2,00057	1,01269	50,6	14	1,16	0,1	0,1
2,00061	1,03005	51,5	14	1,16	0,9	1,7

vii. **EB-180-1-MWHT-550-N2-PA (1:2):**

Tabla N°B.7: Síntesis de EB-180-1-MWHT-550-N2-PA (1:2).

Masa Inicial EB-180-1-MWHT [g]	Masa carbón obtenida [g]	Rendimiento [%]	V. agua [ml]	V. Ac. Fosfórico [ml]	E. Abs [%]	E. Relativo [%]
2,00020	0,81739	40,9	14	2,32	0,006	0,016
2,00010	0,81709	40,9	14	2,32	0,006	0,016

### 8.3. Anexo C

#### 8.3.1. Calibración del HPLC para fenol

Se construyó una curva de calibración para fenol utilizando un HPLC Shimadzu Prominence Serie 20A, en un rango de concentraciones entre 0,1 y 25 ppm. La curva se obtuvo a partir de la relación entre la concentración de fenol y el área bajo la curva del pico cromatográfico, ajustándose a una regresión lineal con ecuación  $y = 673,51x + 8,463$  y un coeficiente de correlación  $R^2 = 1$ , lo que indica un ajuste perfecto. Esta calibración fue empleada para determinar la concentración de fenol en las muestras analizadas (Figura N°X).

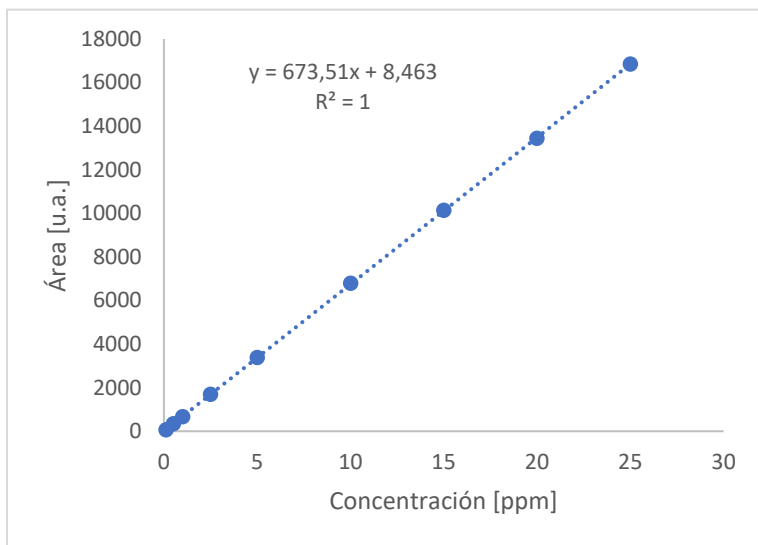


Figura N°C.1: Curva de calibrado para fenol en HPLC.

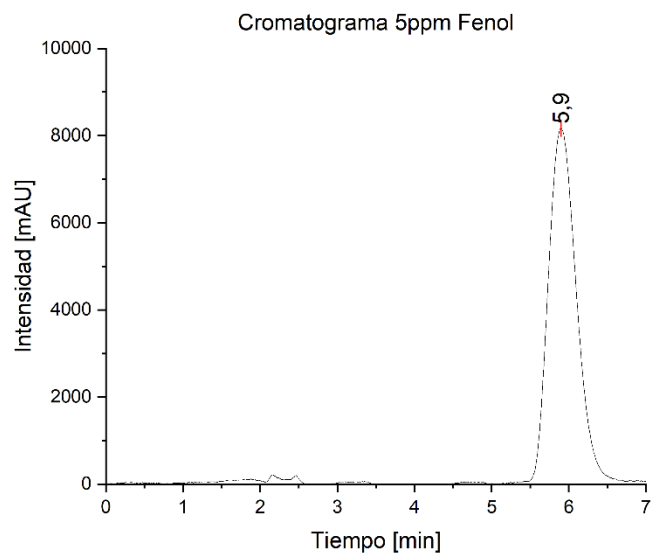


Figura N°C.2: Cromatograma solución de fenol a 5ppm.

En los cromatogramas obtenidos, el fenol presentó un tiempo de retención de 5,9 minutos, permitiendo su identificación y cuantificación precisa.

## 8.4. Anexo D

### 8.4.1. Resultados Ensayos de adsorción.

Para los ensayos de adsorción, una vez obtenidos los valores de porcentaje de adsorción y de capacidad de adsorción expresada en  $\mu\text{mol}$ , se procedió a calcular el promedio de cada uno de estos parámetros considerando los datos obtenidos de los duplicados correspondientes a cada biocarbono.

#### i. EB-180-16-HT:

Tabla N°D.1: Porcentaje de adsorción del biocarbono.

Tiempo [min]	Temperatura [°C]	Concentración [ppm]	% de adsorción
0	18,9	4,64	0
5	18,9	4,55	1,7
15	19,1	4,59	0,9
30	19,3	4,55	1,8
60	19,6	4,59	1,0
120	20,2	4,58	1,2
180	20,6	4,62	0,3
240	21,4	4,62	0,4

Tabla N°D.2: Cinética de adsorción en oscuridad de fenol (moles de fenol adsorbidos en función del tiempo).

Tiempo [min]	$\eta$ ADS [ $\mu\text{mol}$ ]
0	0
5	0,17
15	0,09
30	0,18
60	0,10
120	0,12
180	0,03
240	0,04

ii. EB-180-1-MWHT:

Tabla N°D.3: Porcentaje de adsorción del biocarbono.

Tiempo [min]	Temperatura [°C]	Concentración [ppm]	% de adsorción
0	18,2	5,30	0
5	18,2	5,10	4,0
15	18,4	5,11	3,5
30	18,5	5,10	3,8
60	19,1	5,09	3,9
120	20,7	5,14	2,9
180	21,8	5,13	3,0
240	22,5	5,11	3,5

Tabla N°D.4: Cinética de adsorción en oscuridad de fenol (moles de fenol adsorbidos en función del tiempo).

Tiempo [min]	$\eta$ ADS [ $\mu\text{mol}$ ]
0	0
5	0,45
15	0,40
30	0,42
60	0,43
120	0,32
180	0,34
240	0,39

iii. EB-550-N2-PA:

Tabla N°D.5: Porcentaje de adsorción del biocarbono.

Tiempo [min]	Temperatura [°C]	Concentración [ppm ± d.s.] <sup>7</sup>	% de adsorción [% ± d.s.]
0	20,7	4,75 ± 0,07	0
5	20,8	2,16 ± 0,19	54,5 ± 4,67
15	20,9	1,70 ± 0,02	64,1 ± 0,98
30	21,1	1,41 ± 0,16	70,2 ± 3,78
60	21,6	1,08 ± 0,07	77,2 ± 1,85
120	22,8	0,93 ± 0,12	80,5 ± 2,87
180	23,8	0,95 ± 0,21	79,9 ± 4,65
240	24,7	0,92 ± 0,24	80,6 ± 5,28

Tabla N°D.6: Cinética de adsorción en oscuridad de fenol (moles de fenol adsorbidos en función del tiempo).

Tiempo [min]	η ADS [μmol ± d.s.]
0	0
5	5,51 ± 0,56
15	6,48 ± 0,20
30	7,10 ± 0,49
60	7,80 ± 0,31
120	8,13 ± 0,42
180	8,08 ± 0,59
240	8,15 ± 0,66

<sup>7</sup> Desviación estándar

iv. EB-180-16-HT-550-N2-PA (1:1):

Tabla N°D.7: Porcentaje de adsorción del biocarbono.

Tiempo [min]	Temperatura [°C]	Concentración [ppm ± d.s.] <sup>8</sup>	% de adsorción [% ± d.s.]
0	18,4	5,00 ± 0,02	0
5	18,6	1,41 ± 0,04	71,8 ± 0,72
15	18,9	1,07 ± 0,04	78,5 ± 0,63
30	19,3	0,90 ± 0,04	81,9 ± 0,68
60	19,9	0,76 ± 0,02	84,7 ± 0,43
120	20,7	0,66 ± 0,01	86,8 ± 0,18
180	21,2	0,63 ± 0,01	87,3 ± 0,05
240	21,6	0,62 ± 0,01	87,6 ± 0,25

Tabla N°D.8: Cinética de adsorción en oscuridad de fenol (moles de fenol adsorbidos en función del tiempo).

Tiempo [min]	η ADS [μmol ± d.s.]
0	0
5	7,62 ± 0,05
15	8,34 ± 0,04
30	8,70 ± 0,04
60	8,99 ± 0,01
120	9,22 ± 0,02
180	9,27 ± 0,03
240	9,30 ± 0,06

<sup>8</sup> Desviación estándar.

v. EB-180-1-MWHT-550-N2-PA (1:1):

Tabla N°D.9: Porcentaje de adsorción del biocarbono.

Tiempo [min]	Temperatura [°C]	Concentración [ppm ± d.s.] <sup>9</sup>	% de adsorción [% ± d.s.]
0	17,1	5,02 ± 0,27	0
5	17,3	1,50 ± 0,06	70,3 ± 0,46
15	17,7	1,06 ± 0,02	78,9 ± 0,67
30	18,0	0,88 ± 0,01	82,4 ± 0,68
60	18,8	0,76 ± 0,01	84,8 ± 0,89
120	20,7	0,66 ± 0,01	86,8 ± 0,96
180	21,2	0,60 ± 0,04	88,0 ± 0,08
240	21,9	0,62 ± 0,04	87,6 ± 0,14

Tabla N°D.10: Cinética de adsorción en oscuridad de fenol (moles de fenol adsorbidos en función del tiempo).

Tiempo [min]	η ADS [μmol ± d.s.]
0	0
5	7,50 ± 0,46
15	8,42 ± 0,53
30	8,80 ± 0,55
60	9,05 ± 0,59
120	9,26 ± 0,61
180	9,38 ± 0,50
240	9,34 ± 0,50

<sup>9</sup> Desviación estándar.

vi. EB-180-16-HT-550-N2-PA (1:2):

Tabla N°D.11: Porcentaje de adsorción del biocarbono.

Tiempo [min]	Temperatura [°C]	Concentración [ppm ± d.s.] <sup>10</sup>	% de adsorción [% ± d.s.]
0	15,3	4,92 ± 0,01	0
5	15,5	1,75 ± 0,30	64,4 ± 6,20
15	15,7	1,33 ± 0,16	72,9 ± 3,34
30	15,9	1,13 ± 0,13	76,9 ± 2,73
60	16,3	0,99 ± 0,08	79,9 ± 1,54
120	17,3	0,87 ± 0,07	82,2 ± 1,38
180	18,3	0,84 ± 0,02	83,0 ± 0,36
240	19,1	0,87 ± 0,03	82,3 ± 0,57

Tabla N°D.12: Cinética de adsorción en oscuridad de fenol (moles de fenol adsorbidos en función del tiempo).

Tiempo [min]	η ADS [μmol ± d.s.]
0	0
5	6,73 ± 0,65
15	7,62 ± 0,35
30	8,04 ± 0,29
60	8,35 ± 0,17
120	8,60 ± 0,15
180	8,68 ± 0,04
240	8,60 ± 0,07

<sup>10</sup> Desviación estándar.

vii. EB-180-1-MWHT-550-N2-PA (1:2):

Tabla N°D.13: Porcentaje de adsorción del biocarbono.

Tiempo [min]	Temperatura [°C]	Concentración [ppm ± d.s.] <sup>11</sup>	% de adsorción [% ± d.s.]
0	15,5	4,93 ± 0,11	0
5	15,5	1,97 ± 0,01	60,7 ± 1,05
15	16,0	1,46 ± 0,02	71,1 ± 1,00
30	16,1	1,23 ± 0,02	75,8 ± 1,03
60	17,1	1,08 ± 0,01	78,6 ± 0,57
120	18,6	1,02 ± 0,02	79,3 ± 0,09
180	19,6	1,00 ± 0,01	80,0 ± 0,37
240	20,3	1,02 ± 0,03	79,1 ± 0,12

Tabla N°D.14: Cinética de adsorción en oscuridad de fenol (moles de fenol adsorbidos en función del tiempo).

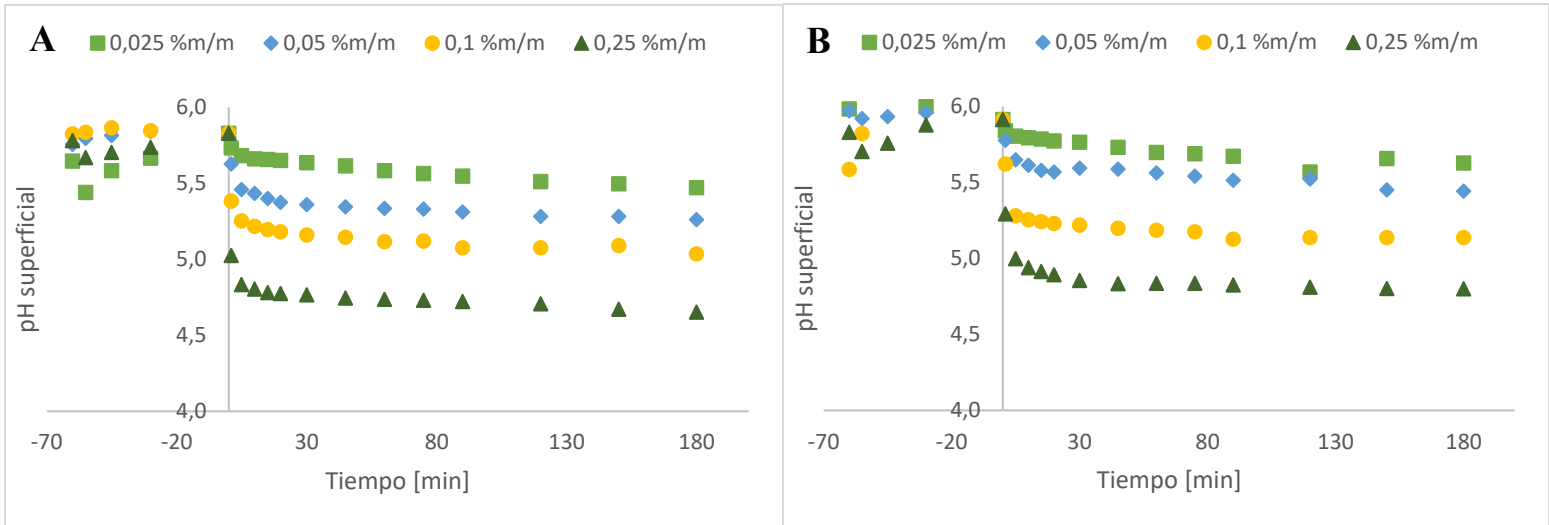
Tiempo [min]	η ADS [μmol ± d.s.]
0	0
5	6,29 ± 0,25
15	7,38 ± 0,27
30	7,87 ± 0,28
60	8,20 ± 0,24
120	8,31 ± 0,19
180	8,36 ± 0,22
240	8,31 ± 0,17

<sup>11</sup> Desviación estándar.

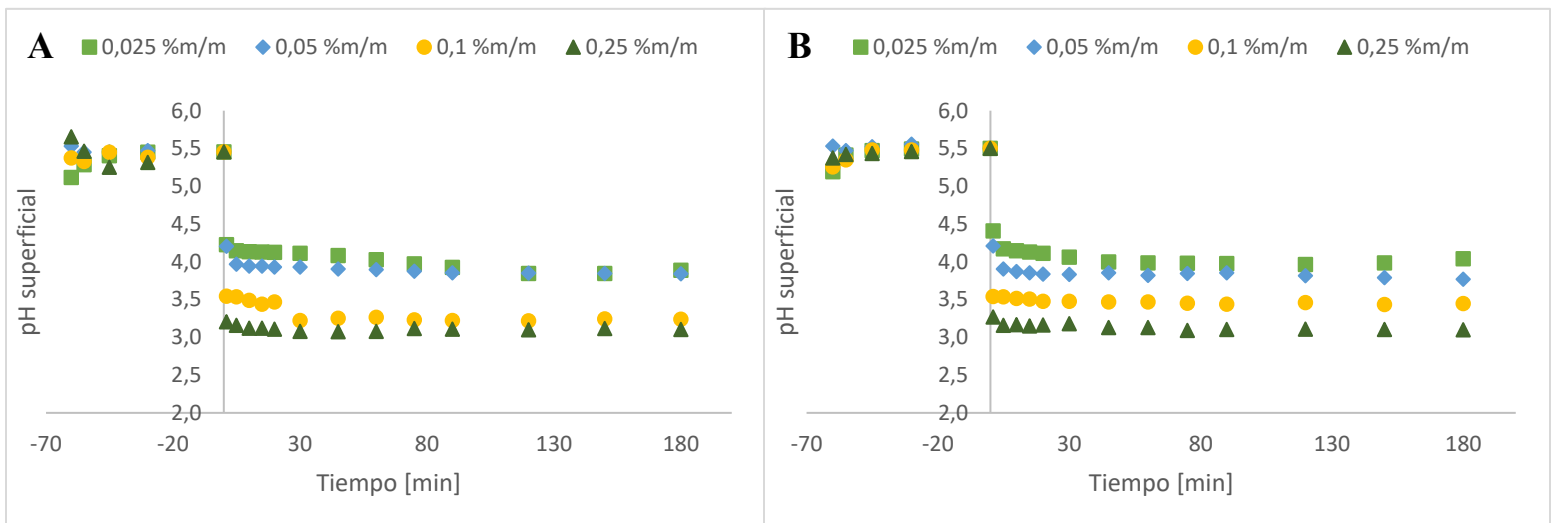
## 8.5. Anexo E

### 8.5.1. Curvas de estabilización de pH

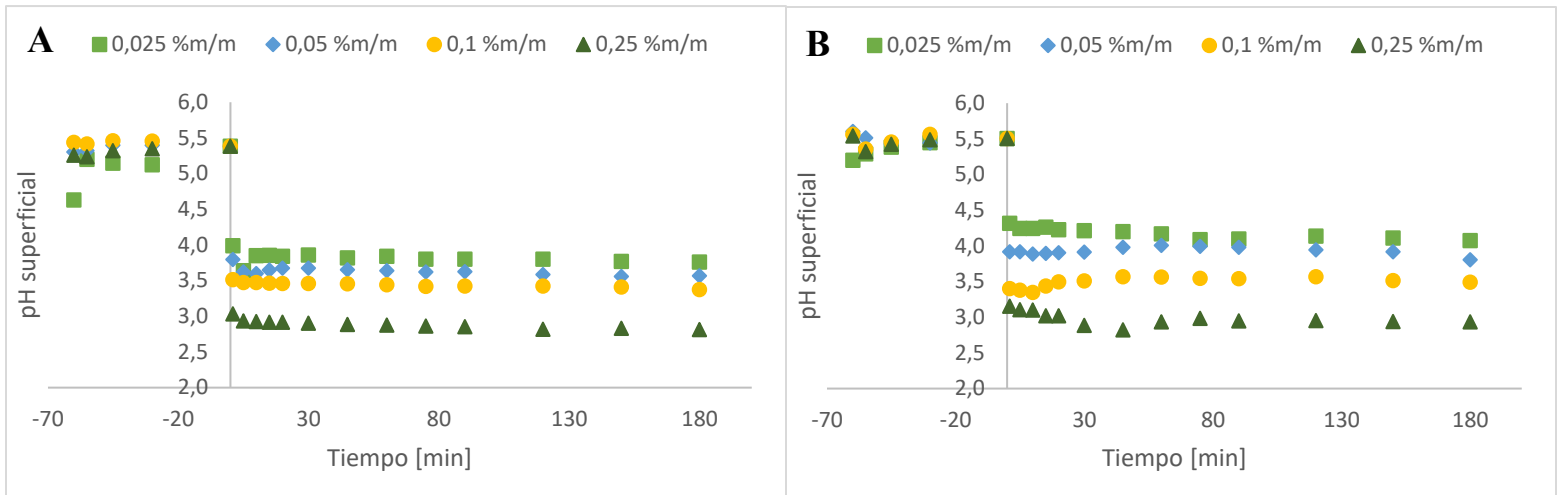
Las curvas de estabilización de pH se realizaron a temperatura ambiente. En los gráficos se incluyen los períodos de estabilización del agua destilada, previo al instante en que se introdujo la muestra de biocarbono ( $t=0$  min).



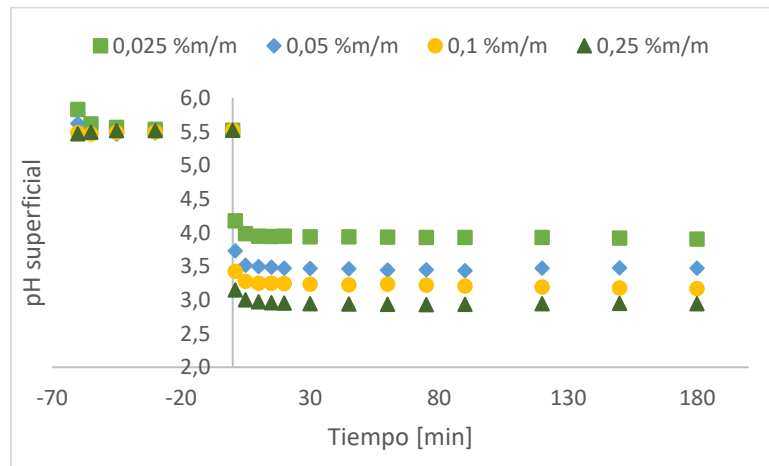
Figuras N°E.1: Curvas de estabilización de pH para distintas concentraciones de biocarbono. EB-180-16-HT (A) y EB-180-1-MWHT (B).



Figuras N°E.2: Curvas de estabilización de pH para distintas concentraciones de biocarbono. EB-180-16-HT-550-N2-PA (1:1) (A) y EB-180-1-MWHT-550-N2-PA (1:1) (B).



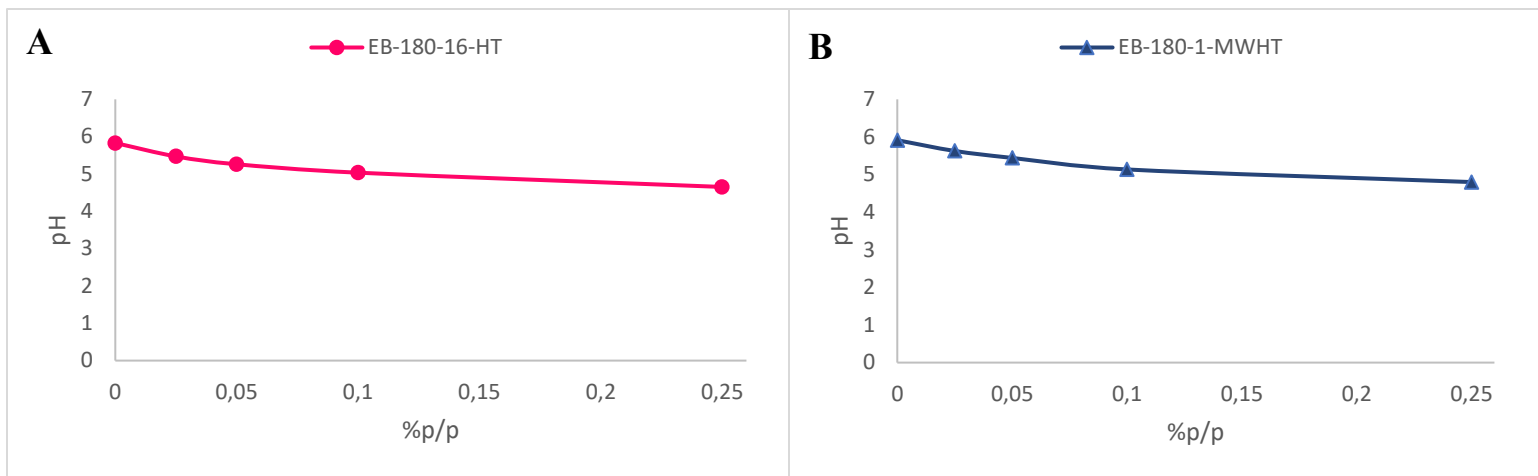
**Figuras N°E.3: Curvas de estabilización de pH para distintas concentraciones de bicarbono. EB-180-16-HT-550-N2-PA (1:2) (A) y EB-180-1-MWHT-550-N2-PA (1:2) (B).**



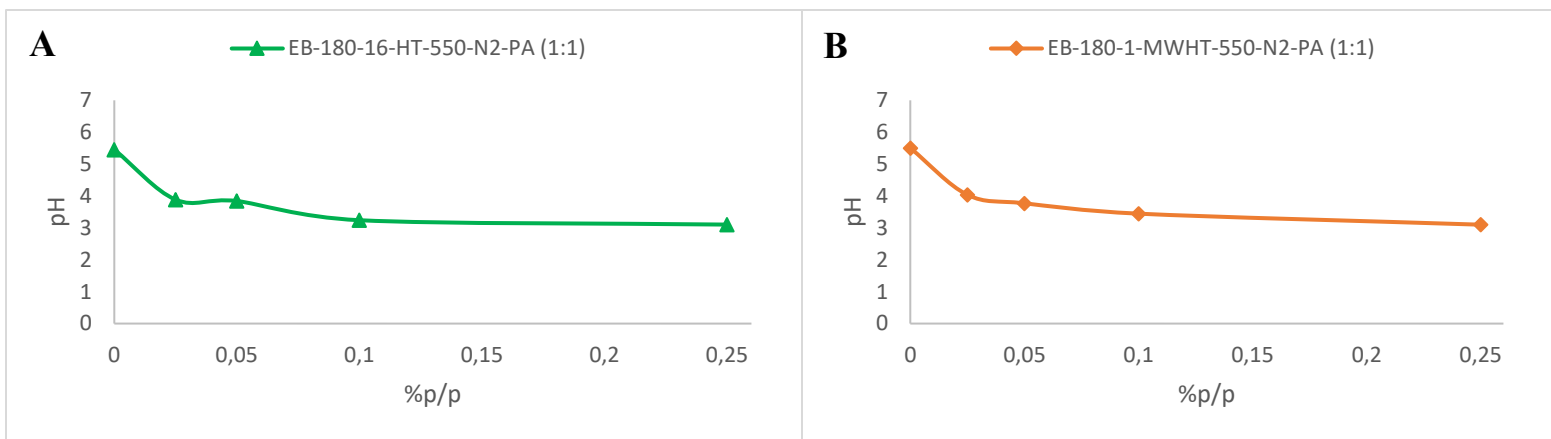
**Figura N°E.4: Curvas de estabilización de pH para distintas concentraciones de bicarbono. EB-550-N2-PA.**

### 8.5.2. pH en el punto de carga cero ( $pH_{PZC}$ )

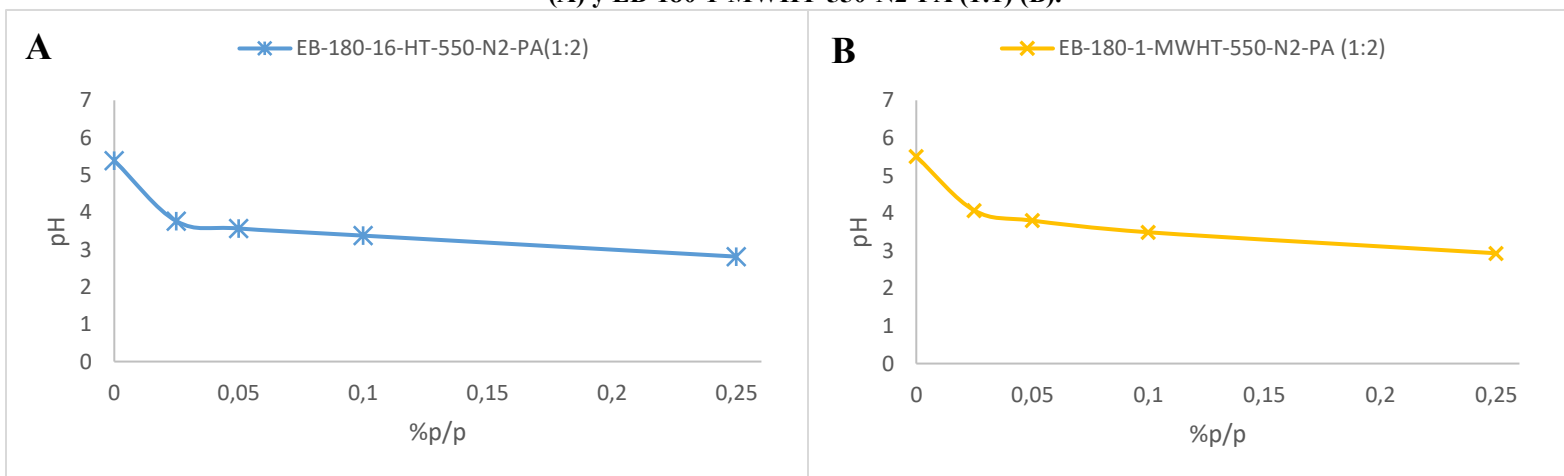
Cuando la concentración del sólido tiende al infinito, el pH de solución tiende al  $pH_{PZC}$ . Por lo tanto, al graficar el pH en equilibrio en función de la concentración, se debería observar una tendencia asintótica. Lo anterior se comprueba en las figuras siguientes, en la que para todos los bicarbonos, la curva ha llegado a un valor estable. Este valor de pH corresponde a la concentración de 0,25 %m/m de bicarbono, el cual se ha considerado como valor de  $pH_{PZC}$ .



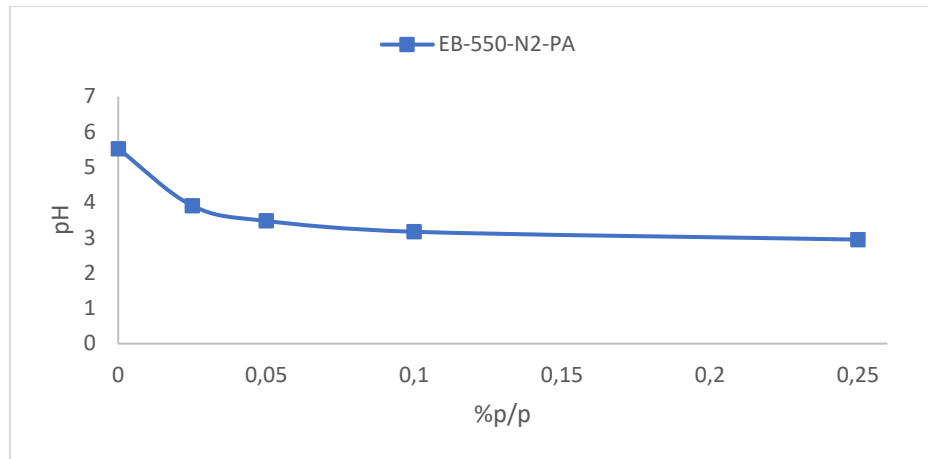
**Figura N°E.5:** Tendencia del pH en equilibrio hacia el  $pH_{PZC}$  para los carbonos EB-180-16-HT (A) y EB-180-1-MWHT (B).



**Figura N°E.6:** Tendencia del pH en equilibrio hacia el  $pH_{PZC}$  para los carbonos EB-180-16-HT-550-N2-PA (1:1) (A) y EB-180-1-MWHT-550-N2-PA (1:1) (B).



**Figura N°E.7:** Tendencia del pH en equilibrio hacia el  $pH_{PZC}$  para los carbonos EB-180-16-HT-550-N2-PA (1:2) (A) y EB-180-1-MWHT-550-N2-PA (1:2) (B).



**Figura N°E.8: Tendencia del pH en equilibrio hacia el  $\text{pH}_{\text{PZC}}$  para los carbonos EB-550-N2-PA.**

## 8.6. Anexo F

### 8.6.1. Espectroscopía FTIR-ATR

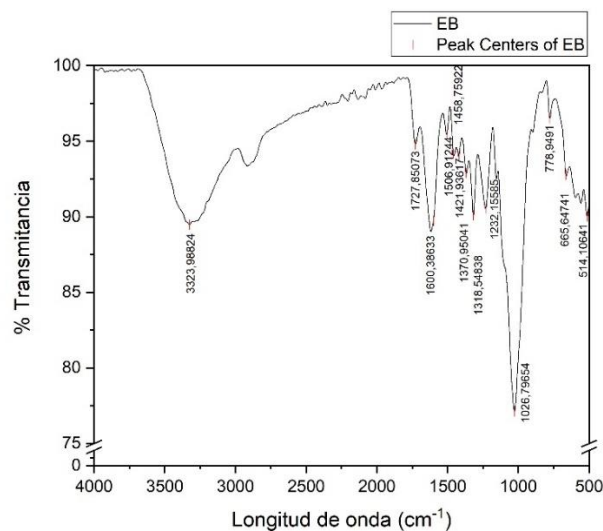
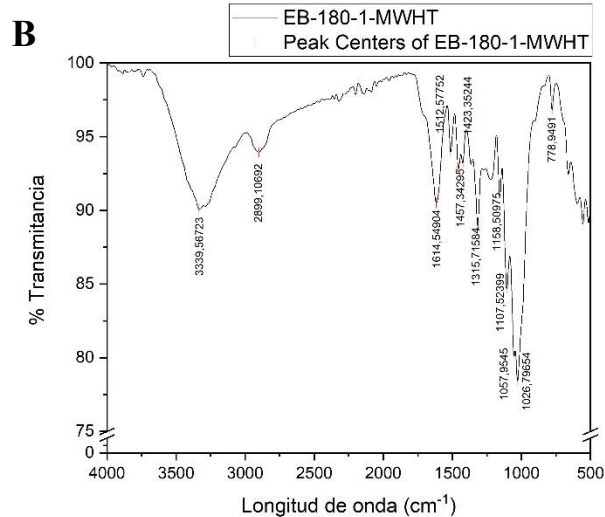
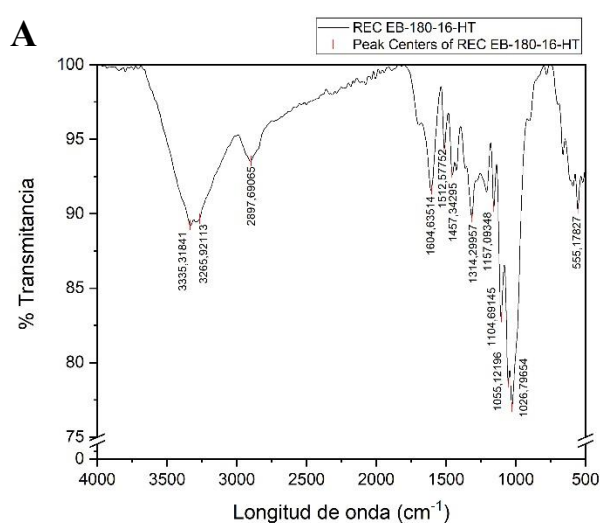
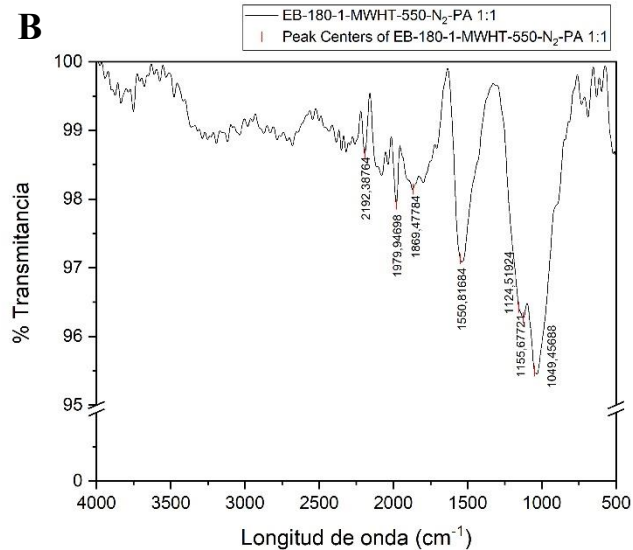
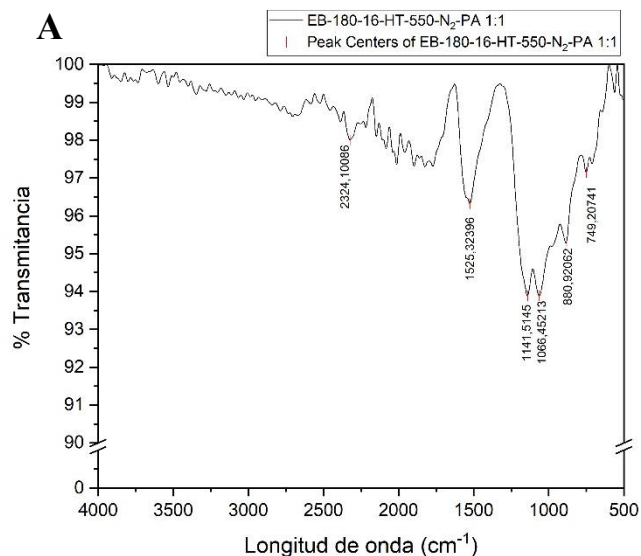


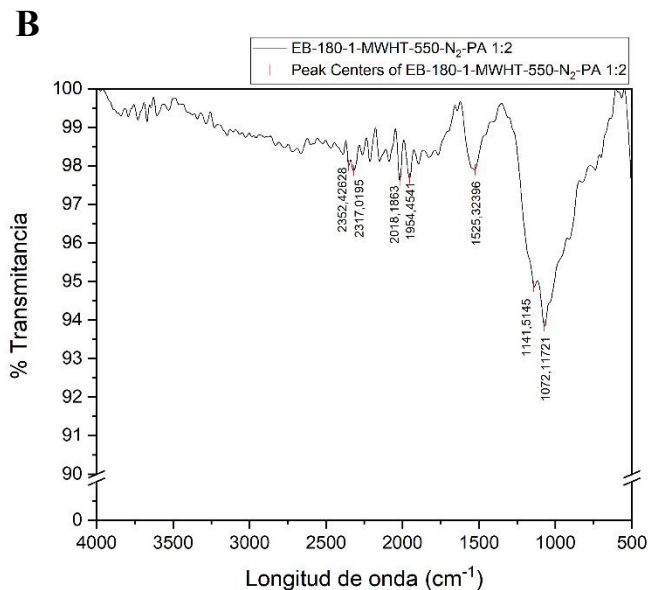
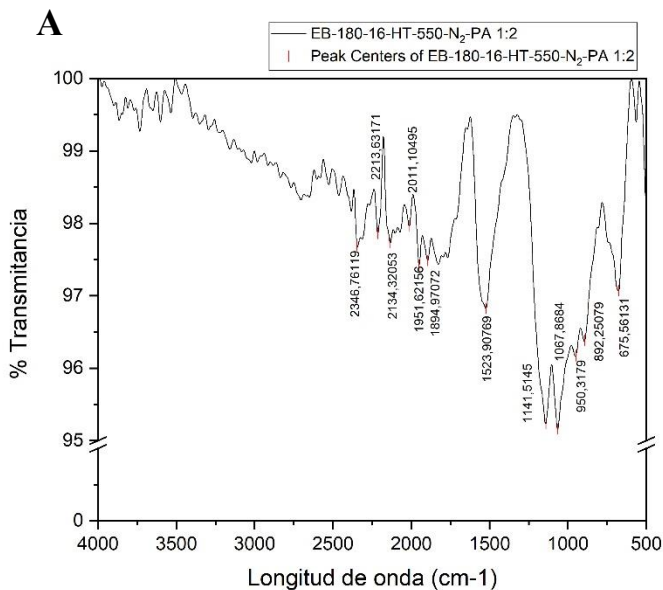
Figura N°F.1: Espectro FTIR-ATR de la corteza de eucalipto (EB).



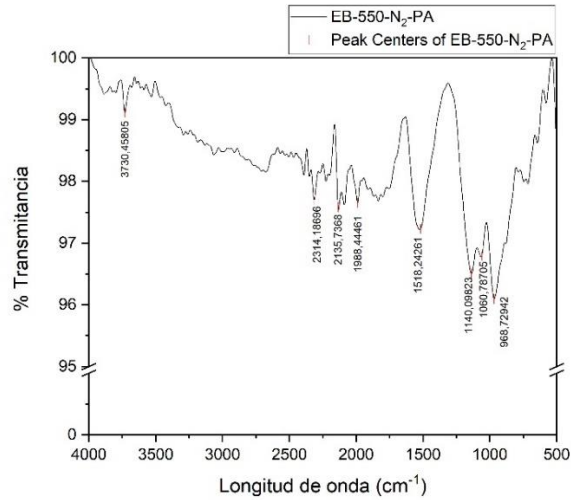
Figuras N°F.2: Espectros FTIR-ATR de los precursores hidrotermales. EB-180-16-HT (A) y EB-180-1-MWHT (B).



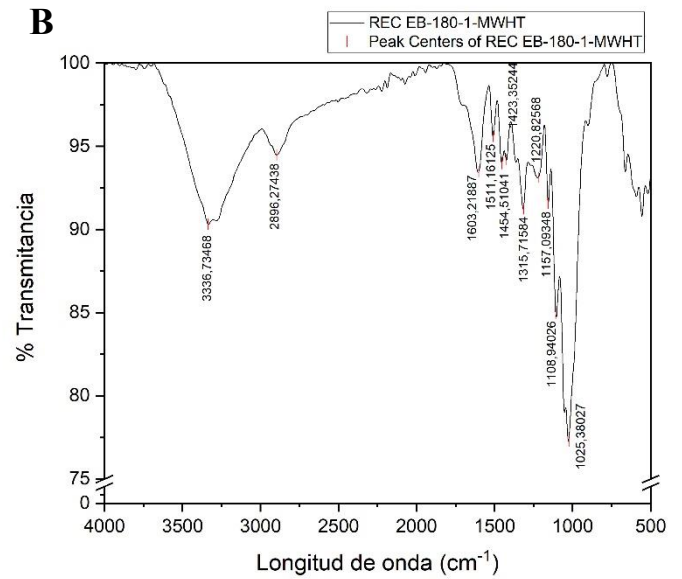
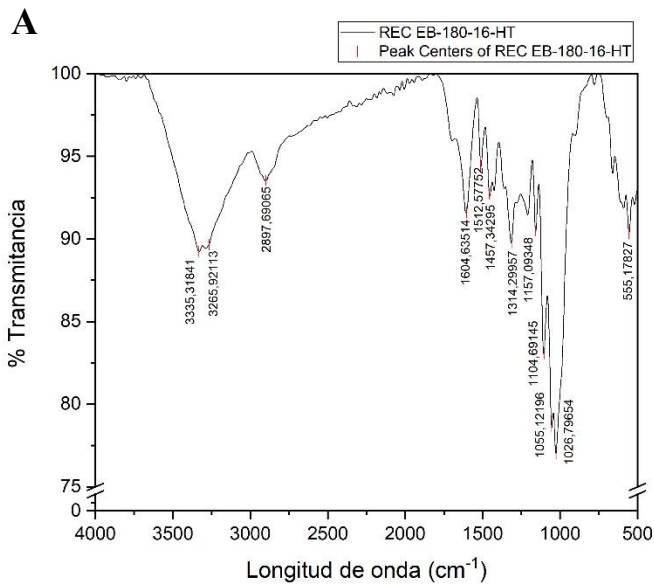
**Figuras N°F.3: Espectros FTIR-ATR de los biocarbonos activados con ácido fosfórico en proporción 1:1 y posteriormente pirolizados. EB-180-16-HT-550-N<sub>2</sub>-PA (1:1) (A) y EB-180-1-MWHT-550-N<sub>2</sub>-PA (1:1) (B).**



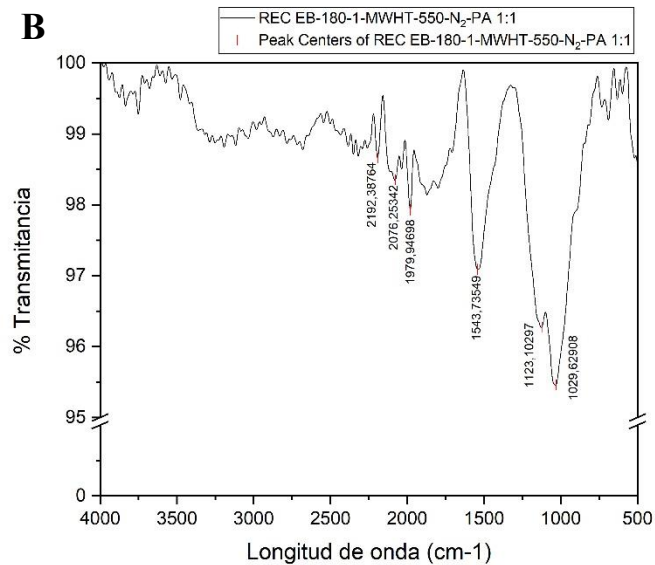
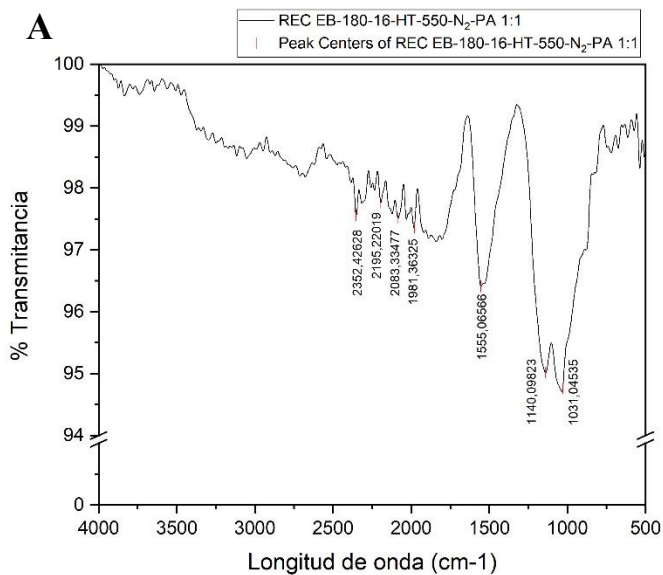
**Figuras N°F.4: Espectros FTIR-ATR de los biocarbonos activados con ácido fosfórico en proporción 1:2 y posteriormente pirolizados. EB-180-16-HT-550-N<sub>2</sub>-PA (1:2) (A) y EB-180-1-MWHT-550-N<sub>2</sub>-PA (1:2) (B).**



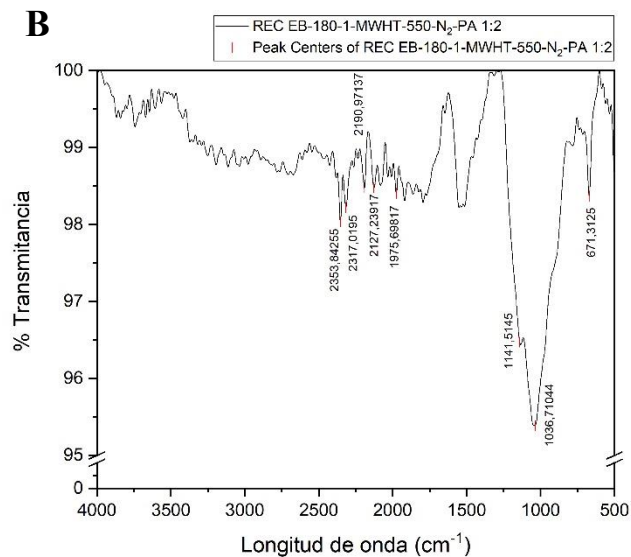
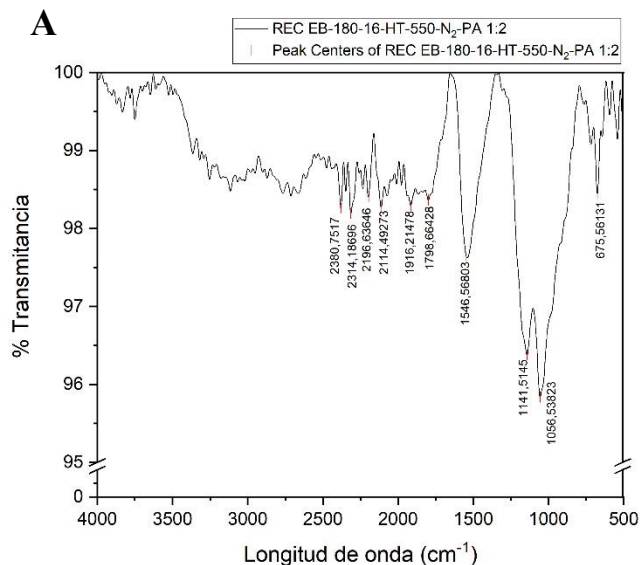
**Figura N°F.5: Espectro FTIR-ATR de la biomasa activada con ácido fosfórico en proporción 1:1 y posteriormente pirolizado. EB-550-N<sub>2</sub>-PA.**



**Figuras N°F.6: Espectros FTIR-ATR de los precursores hidrotermales saturados con fenol. EB-180-16-HT (A) y EB-180-1-MWHT (B).**



**Figuras N°F.7: Espectros FTIR-ATR de los biocarbons activados químicamente con ácido fosfórico y posteriormente pirolizados saturados con fenol. EB-180-16-HT-550-N<sub>2</sub>-PA (1:1) (A) y EB-180-1-MWHT-550-N<sub>2</sub>-PA (1:1) (B).**



**Figuras N°F.8: Espectros FTIR-ATR de los biocarbons activados químicamente con ácido fosfórico y posteriormente pirolizados saturados con fenol. EB-180-16-HT-550-N<sub>2</sub>-PA (1:2) (A) y EB-180-1-MWHT-550-N<sub>2</sub>-PA (1:2) (B).**

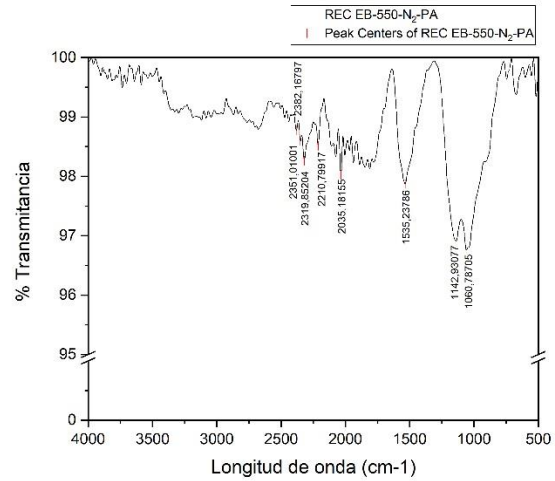


Figura N°F.9: Espectro FTIR-ATR de la biomasa activada con ácido fosfórico en proporción 1:1 y posteriormente pirolizado saturado con fenol. EB-550-N<sub>2</sub>-PA.

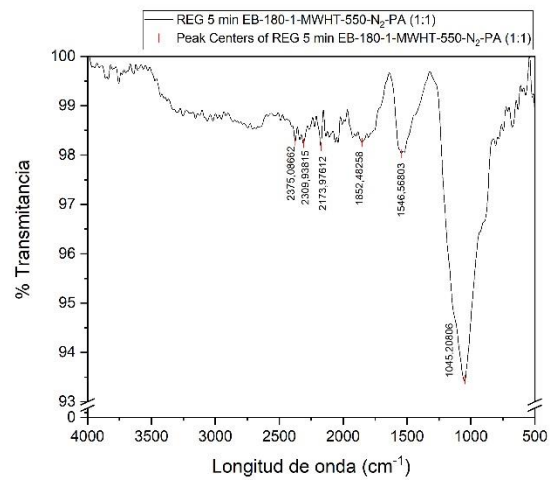
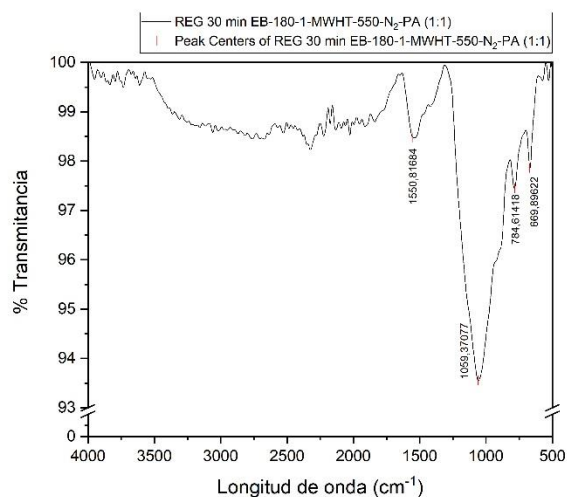
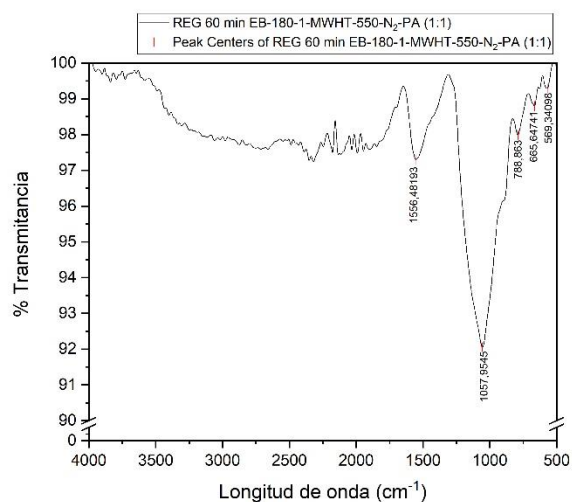


Figura N°F.10: Espectro FTIR-ATR del biocarbono EB-180-1-MWHT-550-N<sub>2</sub>-PA (1:1) regenerado por 5min en microondas.



**Figura N°F.11: Espectro FTIR-ATR del biocarbono EB-180-1-MWHT-550-N<sub>2</sub>-PA (1:1) regenerado por 30min en microondas.**



**Figura N°F.12: Espectro FTIR-ATR del biocarbono EB-180-1-MWHT-550-N<sub>2</sub>-PA (1:1) regenerado por 60min en microondas.**

## 8.7. Anexo G

### 8.7.1. Área superficial BET

Se tiene la ecuación de BET en su forma linealizada:

$$\frac{1}{V \left[ \left( \frac{p_0}{p} \right) - 1 \right]} = \frac{1}{V_m c} + \frac{(c-1)}{V_m c} \left( \frac{p}{p_0} \right) \quad (\text{Ec. G. 1})$$

Al graficar el término de la izquierda en función de la presión relativa, se tiene que:

- i.  $\frac{1}{V_m c}$ : Corresponde al valor de la intersección.
- ii.  $\frac{(c-1)}{V_m c}$ : Corresponde a la pendiente.

De este simple sistema de ecuaciones es posible calcular  $V_m$  y  $c$ . Los gráficos de ajuste de datos, para todos los biocarbonos, se muestran a continuación.

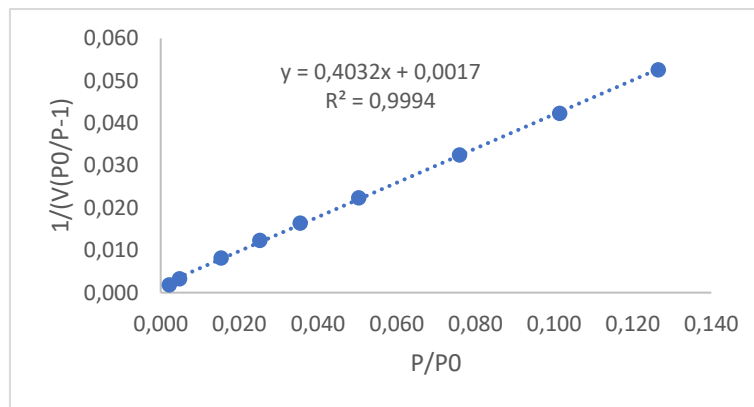


Figura N°G.1: Ajuste ecuación de BET. Biocarbono producido de forma hidrotermal. EB-180-16-HT.

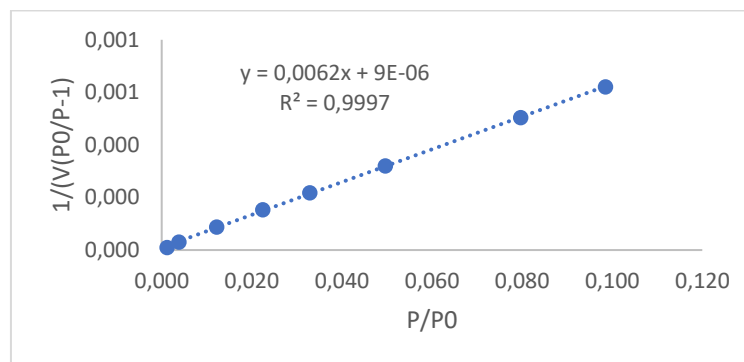
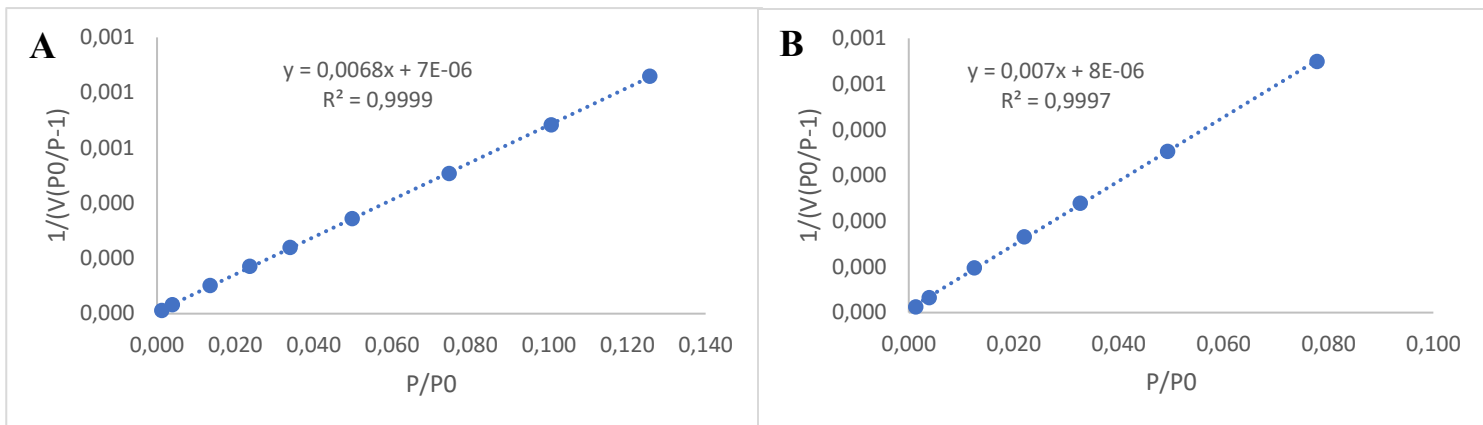
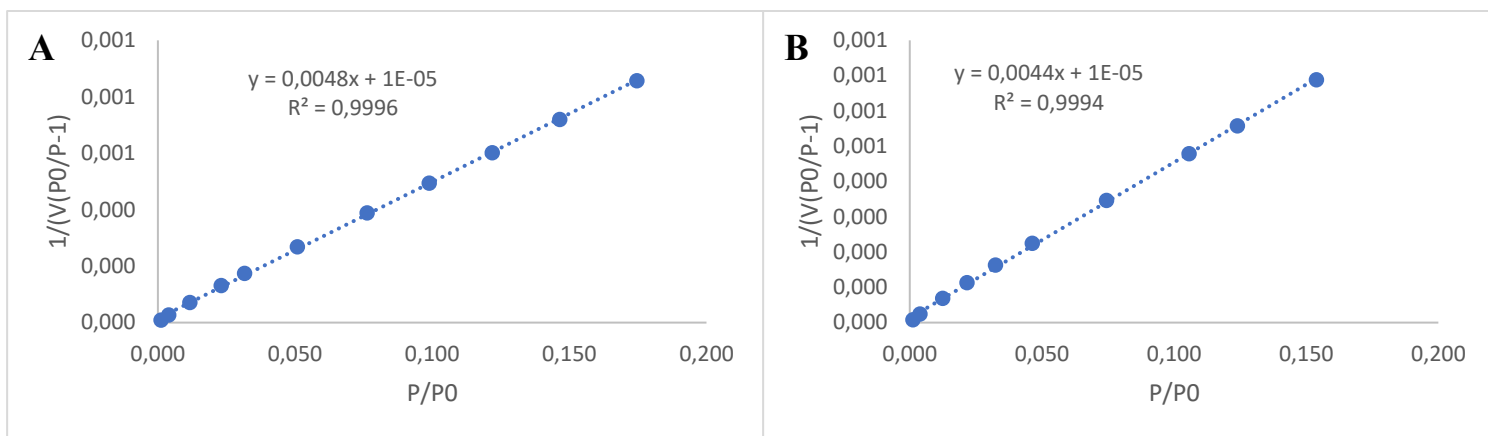


Figura N°G.2: Ajuste ecuación de BET. Biocarbono EB-550-N2-PA.



**Figura N°G.3: Ajuste ecuación de BET. Biocarbonos EB-180-1-MWHT-550-N2-PA (1:1) (A) y EB-180-16-HT-550-N2-PA (1:1) (B).**



**Figura N°G.4: Ajuste ecuación de BET. Biocarbonos EB-180-1-MWHT-550-N2-PA (1:2) (A) y EB-180-16-HT-550-N2-PA (1:2) (B).**

**Tabla N°G.1: Resumen del ajuste de la ecuación de BET.**

<b>Biocarbono</b>	<b>Pendiente del gráfico</b>	<b>Intersección del gráfico</b>	<b><math>V_m</math> (cm<sup>3</sup> STP/g)</b>	<b>Valor c</b>
<b>EB-180-16-HT</b>	0,403	1,7E-03	2,5	238
<b>EB-550-N2-PA</b>	0,006	9,0E-06	161,1	690
<b>EB-180-1-MWHT-550-N2-PA (1:1)</b>	0,007	7,0E-06	146,9	972
<b>EB-180-16-HT-550-N2-PA (1:1)</b>	0,007	8,0E-06	142,7	876
<b>EB-180-16-HT-550-N2-PA (1:2)</b>	0,004	1,0E-05	226,8	441
<b>EB-180-1-MWHT-550-N2-PA (1:2)</b>	0,005	1,0E-05	207,9	481

Una vez calculados los valores de volumen de monocapa, se aplica la siguiente ecuación para calcular el área superficial de BET.

$$S_{BET} = V_m \frac{p_{st}}{RT_{st}} N_A S_{N_2} \quad (Ec. G. 2)$$

### 8.7.2. Volumen de microporos (Dubinin-Radushkevich)

Se tiene la forma linealizada de la ecuación de Dubinin-Radushkevich:

$$\ln(N) = \ln(N_0) - \left(\frac{RT}{E}\right)^2 \ln^2\left(\frac{p}{p_0}\right) \quad (Ec. G. 3)$$

Si se grafica  $\ln(N)$  en función de  $\ln^2\left(\frac{p}{p_0}\right)$ , el valor de la intersección corresponde a  $\ln(N_0)$ , de donde se puede calcular fácilmente la cantidad adsorbida en los microporos ( $N_0$ ). Los ajustes se muestran a continuación.

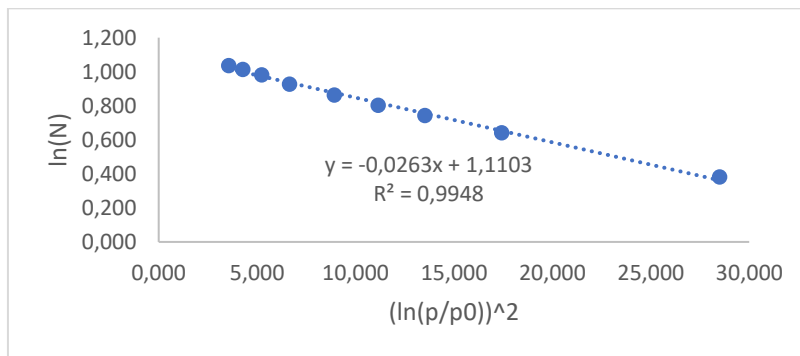


Figura N°G.5: Ajuste ecuación de DR. Biocarbono EB-180-16-HT.

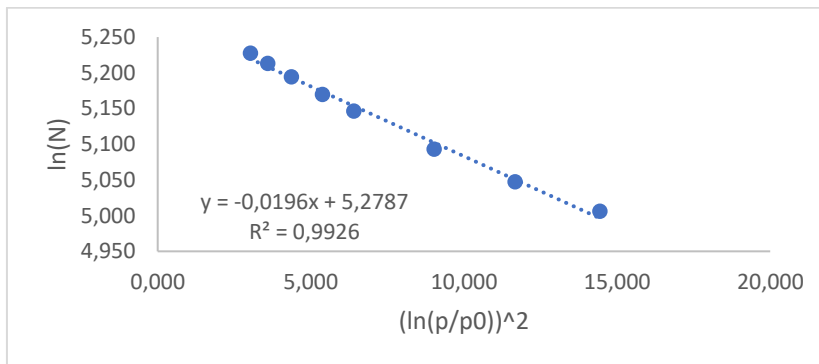
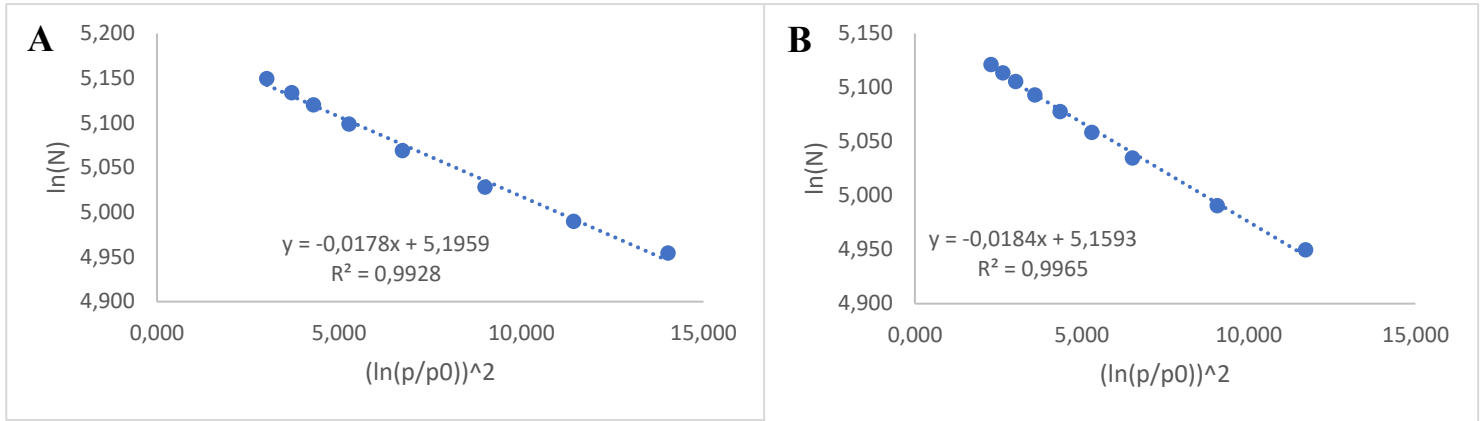
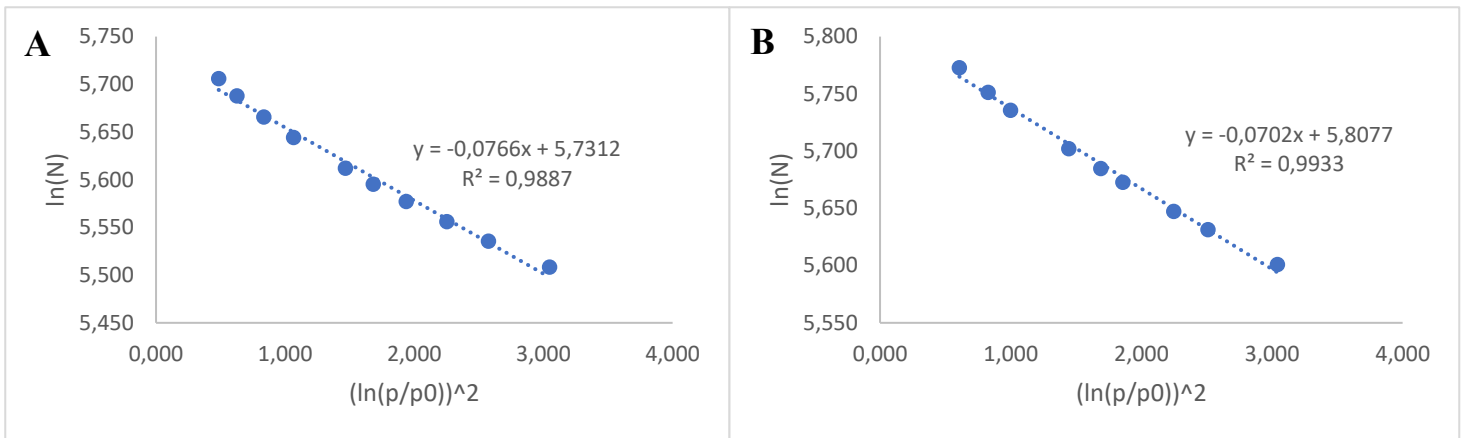


Figura N°G.6: Ajuste ecuación de DR. Biocarbono EB-550-N2-PA.



**Figura N°G.7: Ajuste ecuación de BET. Biocarbonos EB-180-1-MWHT-550-N2-PA (1:1) (A) y EB-180-16-HT-550-N2-PA (1:1) (B).**



**Figura N°G.8: Ajuste ecuación de BET. Biocarbonos EB-180-1-MWHT-550-N2-PA (1:2) (A) y EB-180-16-HT-550-N2-PA (1:2) (B).**

**Tabla N°G.2: Resumen del ajuste de la ecuación de Dubinin-Radushkevich.**

<b>Biocarbono</b>	<b>Intersección del gráfico</b>	<b><math>N_0</math> (<math>cm^3</math> STP/g)</b>
<b>EB-180-16-HT</b>	1,110	3,035
<b>EB-550-N2-PA</b>	5,279	196,115
<b>EB-180-1-MWHT-550-N2-PA (1:1)</b>	5,196	180,531
<b>EB-180-16-HT-550-N2-PA (1:1)</b>	5,159	174,043
<b>EB-180-16-HT-550-N2-PA (1:2)</b>	5,808	332,853
<b>EB-180-1-MWHT-550-N2-PA (1:2)</b>	5,731	308,339

Al ajustar directamente la data de adsorción de  $N_2$  a 77 K, esta cantidad adsorbida se obtiene en volumen de gas en condiciones estándar. Entonces, es necesario corregir por un factor de densidad del  $N_2$  ( $\rho^1/\rho_g = 0.0015468$ ), para obtener el valor en volumen de nitrógeno líquido, que es equivalente al volumen de microporos.

### 8.7.3. Volumen total de poros

Según la regla de Gurvitsch, se usó el volumen de gas adsorbido a la presión relativa de 0.99. Los datos se encuentran en la siguiente tabla:

Tabla N°G.3: Volúmenes de gas adsorbido según regla de Gurvitsch.

Biocarbonos	$V_{0.99}$ ( $cm^3$ STP/g)
EB-180-16-HT	28,143
EB-550-N2-PA	207,075
EB-180-1-MWHT-550-N2-PA (1:1)	194,252
EB-180-16-HT-550-N2-PA (1:1)	185,563
EB-180-16-HT-550-N2-PA (1:2)	375,807
EB-180-1-MWHT-550-N2-PA (1:2)	351,403

Según Gurvitsch, mediante un factor de densidad ( $\rho^1/\rho_g = 0.0015468$ ), es posible pasar de volumen de gas a volumen líquido, lo que es equivalente al volumen de poros.

$$V_{TP} = v_{0.99} \cdot \left( \frac{\rho_1}{\rho_g} \right)_{N_2} \quad (Ec. G. 4)$$

#### Volumen de microporos

$$V_{\mu p} = N_0 \cdot \left( \frac{\rho_1}{\rho_g} \right)_{N_2} \quad (Ec. G. 5)$$

#### Volumen de mesoporos

$$V_{mp} = V_{Tp} - V_{\mu p} \quad (Ec. G. 6)$$

#### Ancho de poros

$$W_{poro} \approx 4 \frac{V_{Tp}}{S_{BET}} \quad (Ec. G. 7)$$

## 8.8. Anexo H

### 8.8.1. Resultados regeneración

Para las pruebas del biocarbono EB-180-1-MWHT-550-N2-PA (1:1) regenerado se obtubieron los valores de porcentaje de adsorción y de capacidad de adsorción expresada en  $\mu\text{mol}$ , luego se procedió a calcular el promedio de cada uno de estos parámetros considerando los datos obtenidos en los duplicados correspondientes a cada tiempo de residencia.

#### i. 5 minutos:

Tabla N°H.1: Porcentaje de adsorción del biocarbono.

Tiempo [min]	Temperatura [°C]	Concentración [ppm $\pm$ d.s.] <sup>12</sup>	% de adsorción [% $\pm$ d.s.]
0	19,3	5,40 $\pm$ 0,01	0
5	19,7	3,69 $\pm$ 0,13	31,7 $\pm$ 2,27
10	19,8	3,38 $\pm$ 0,01	37,4 $\pm$ 0,14
15	20,0	3,22 $\pm$ 0,04	40,4 $\pm$ 0,69
20	20,1	3,17 $\pm$ 0,02	41,3 $\pm$ 0,37
30	20,6	3,06 $\pm$ 0,04	43,3 $\pm$ 0,62
45	20,8	2,97 $\pm$ 0,02	45,0 $\pm$ 0,25
60	21,0	2,90 $\pm$ 0,05	46,4 $\pm$ 0,88

Tabla N°H.2: Cinética de adsorción en oscuridad de fenol (moles de fenol adsorbidos en función del tiempo).

Tiempo [min]	$\eta$ ADS [ $\mu\text{mol} \pm$ d.s.]
0	0
5	3,64 $\pm$ 0,26
10	4,29 $\pm$ 0,01
15	4,64 $\pm$ 0,08
20	4,74 $\pm$ 0,05
30	4,97 $\pm$ 0,07
45	5,16 $\pm$ 0,02
60	5,32 $\pm$ 0,10

<sup>12</sup> Desviación estándar.

ii. 30 minutos:

Tabla N°H.3: Porcentaje de adsorción del biocarbono.

Tiempo [min]	Temperatura [°C]	Concentración [ppm ± d.s.] <sup>13</sup>	% de adsorción [% ± d.s.]
0	19,1	5,41 ± 0,01	0
5	19,8	2,83 ± 0,07	47,8 ± 1,18
10	19,9	2,69 ± 0,14	50,3 ± 2,49
15	19,9	2,62 ± 0,04	51,5 ± 0,68
20	20,1	2,54 ± 0,06	53,1 ± 1,00
30	20,6	2,54 ± 0,06	53,1 ± 1,06
45	21,2	2,48 ± 0,02	54,2 ± 0,33
60	21,2	2,52 ± 0,02	53,5 ± 0,30

Tabla N°H.4: Cinética de adsorción en oscuridad de fenol (moles de fenol adsorbidos en función del tiempo).

Tiempo [min]	η ADS [μmol ± d.s.]
0	0
5	5,50 ± 0,13
10	5,79 ± 0,28
15	5,93 ± 0,07
20	6,11 ± 0,10
30	6,11 ± 0,11
45	6,23 ± 0,03
60	6,15 ± 0,02

<sup>13</sup> Desviación estándar.

iii. 60 minutos:

Tabla N°H.5: Porcentaje de adsorción del biocarbono.

Tiempo [min]	Temperatura [°C]	Concentración [ppm ± d.s.] <sup>14</sup>	% de adsorción [% ± d.s.]
0	19,7	5,40 ± 0,01	0
5	19,9	2,95 ± 0,17	45,3 ± 3,29
10	20,1	2,74 ± 0,17	49,3 ± 3,21
15	20,2	2,62 ± 0,11	51,4 ± 2,13
20	20,4	2,56 ± 0,14	52,5 ± 2,61
30	20,4	2,49 ± 0,12	53,9 ± 2,23
45	20,4	2,40 ± 0,12	55,5 ± 2,20
60	20,8	2,40 ± 0,12	55,5 ± 2,22

Tabla N°H.6: Cinética de adsorción en oscuridad de fenol (moles de fenol adsorbidos en función del tiempo).

Tiempo [min]	η ADS [μmol ± d.s.]
0	0
5	5,19 ± 0,38
10	5,65 ± 0,37
15	5,89 ± 0,25
20	6,02 ± 0,31
30	6,18 ± 0,26
45	6,37 ± 0,26
60	6,37 ± 0,26

<sup>14</sup> Desviación estándar.

## 8.9. Anexo I

### 8.9.1. Fotografías equipos

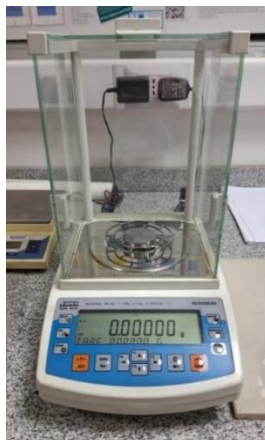


Figura N°I.1: Balanza analítica Radwag modelo AS 82/220.R2.



Figura N°I.2: Equipo de lavado de carbón activado.



Figura N°I.3: Estufa marca Memmert.



**Figura N°1.4: Sistema de adsorción en oscuridad de fenol.**



**Figura N°1.5: Centrifuga Ortoalresa.**



**Figura N°I.6: Nova 800 de Anton Paar.**



**Figura N°I.7: HPLC Shimadzu.**



**Figura N°I.8: Columna YMC-Pack Pro C18 (modelo AA12S05-1546WT).**

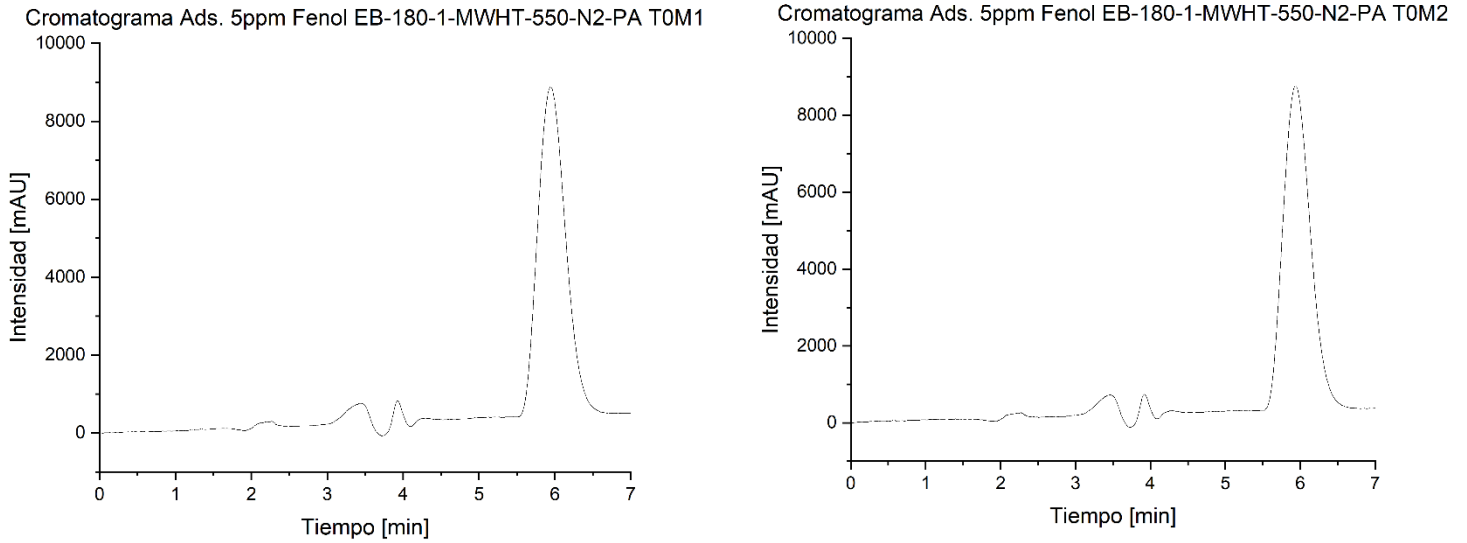


**Figura N°1.9: Gemini SEM 360.**

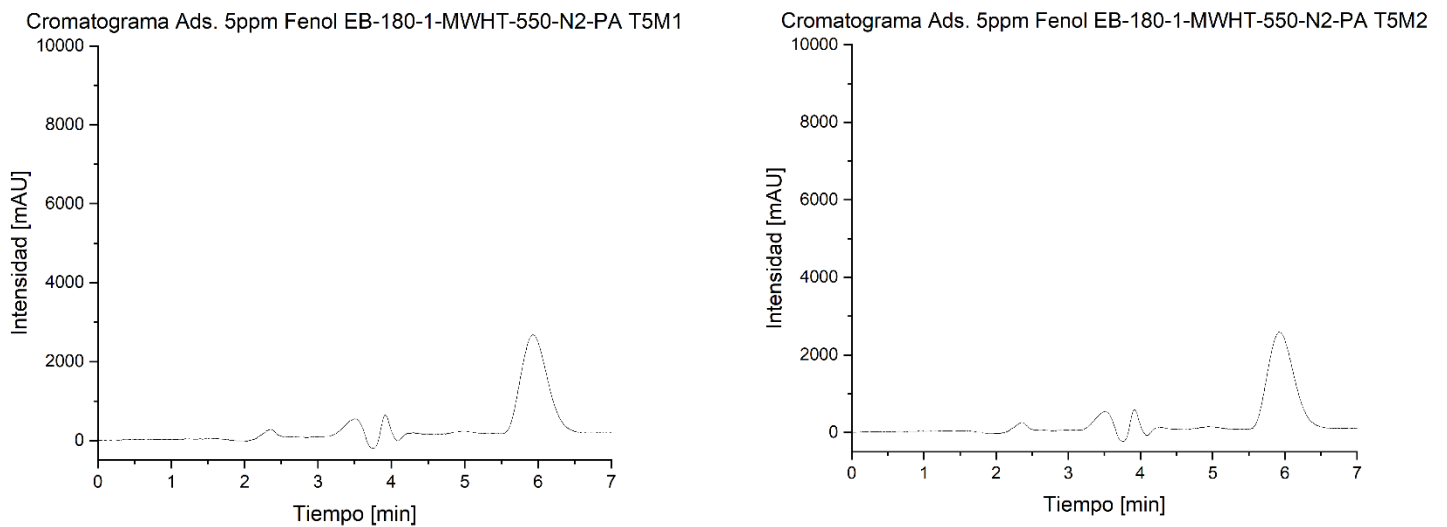
## 8.10. Anexo J

### 8.11. Cromatogramas prueba adsorción.

A continuación, se presentan los cromatogramas de prueba de adsorción de una solución madre de 5 ppm con el biocarbono EB-180-1-MWHT-550-N2-PA (1:1).

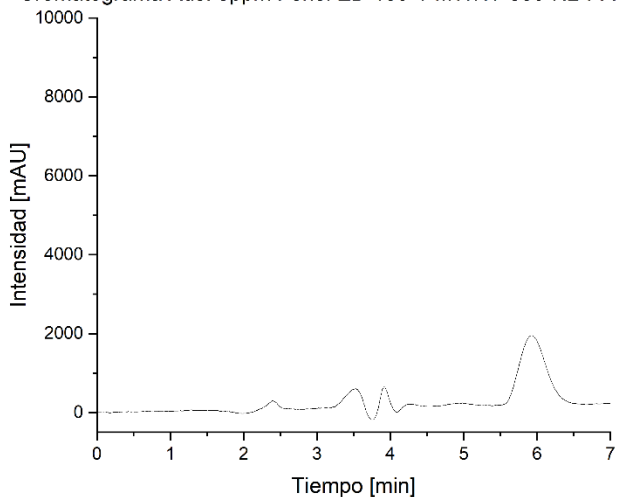


**Figura N°J.1: Cromatogramas de la muestras a tiempo 0min.**

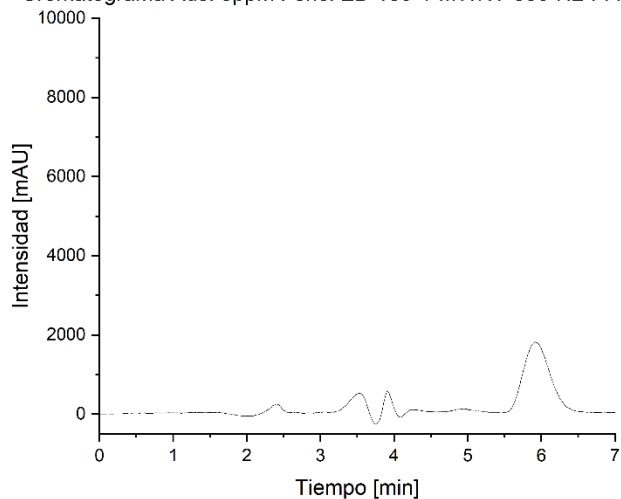


**Figura N°J.2: Cromatogramas de la muestras a tiempo 5min.**

Cromatograma Ads. 5ppm Fenol EB-180-1-MWHT-550-N2-PA T15M1

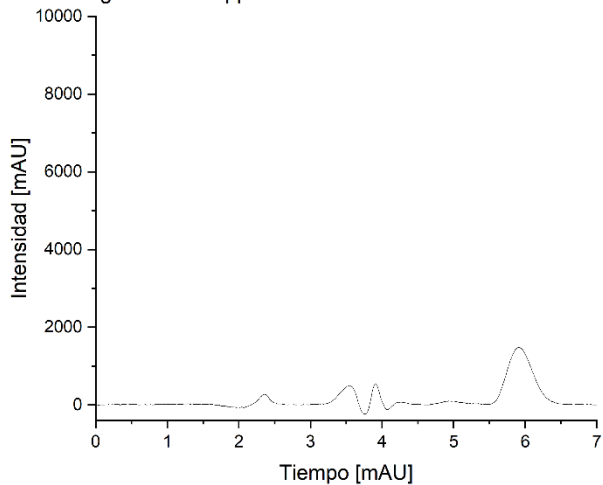


Cromatograma Ads. 5ppm Fenol EB-180-1-MWHT-550-N2-PA T15M2

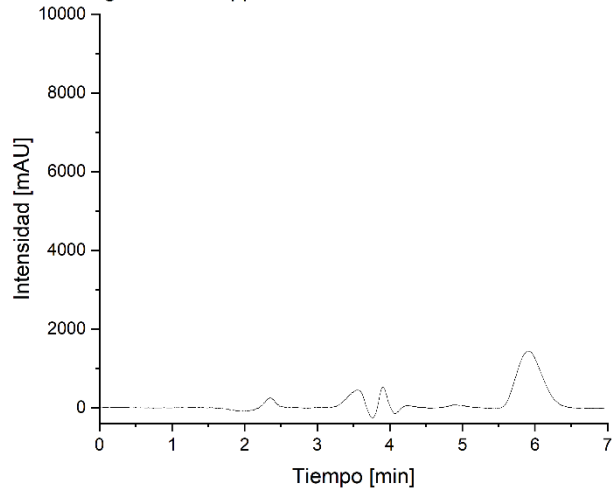


**Figura N°J.3: Cromatogramas de la muestras a tiempo 15min.**

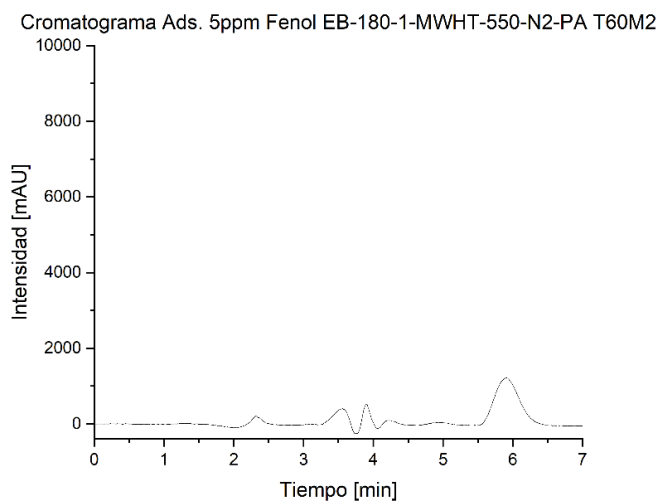
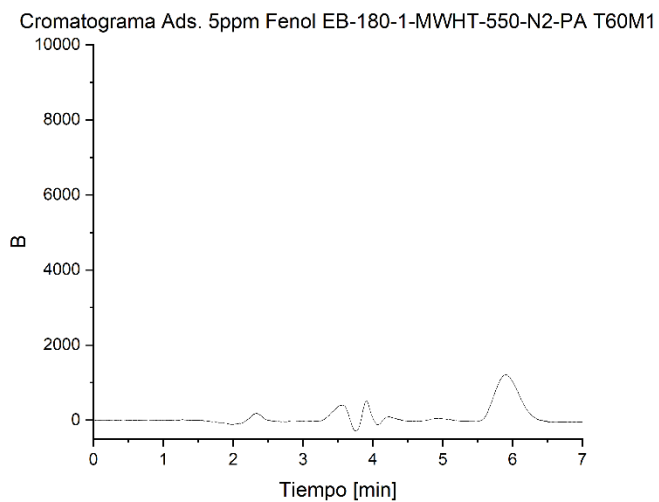
Cromatograma Ads. 5ppm Fenol EB-180-1-MWHT-550-N2-PA T30M1



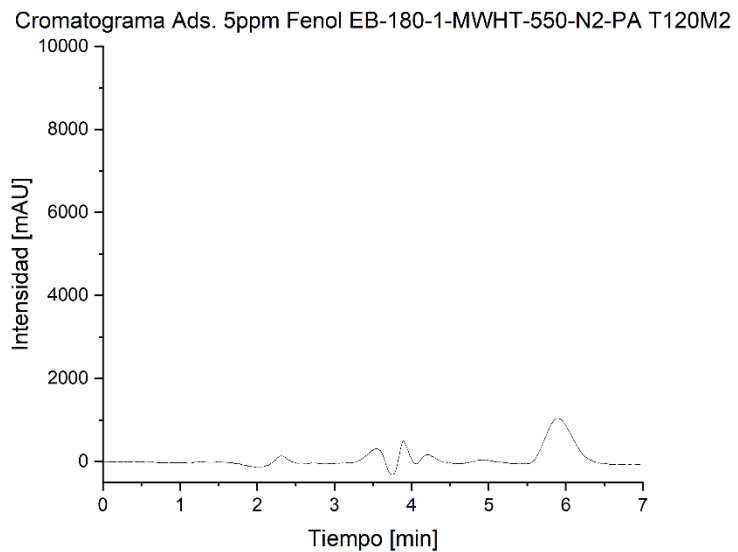
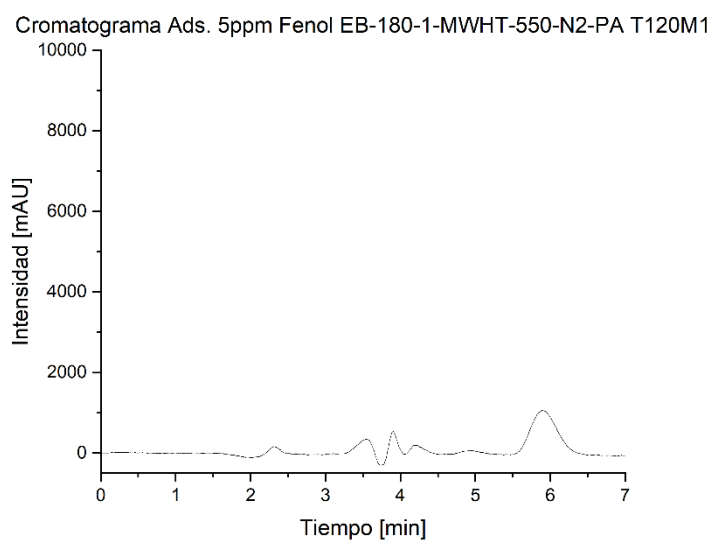
Cromatograma Ads. 5ppm Fenol EB-180-1-MWHT-550-N2-PA T30M2



**Figura N°J.4: Cromatogramas de la muestras a tiempo 30min.**

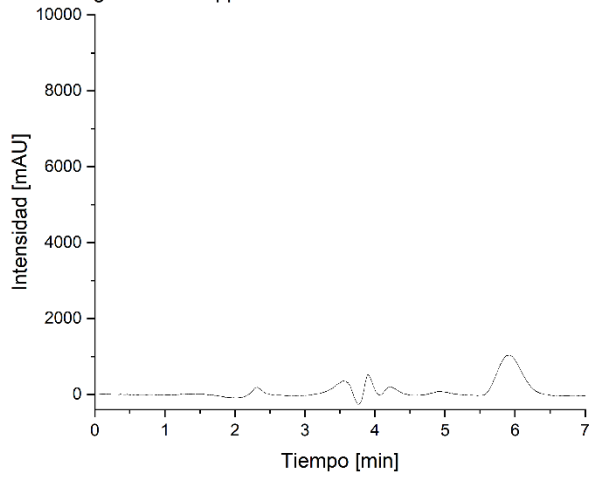


**Figura N°J.5: Cromatogramas de la muestras a tiempo 60min.**

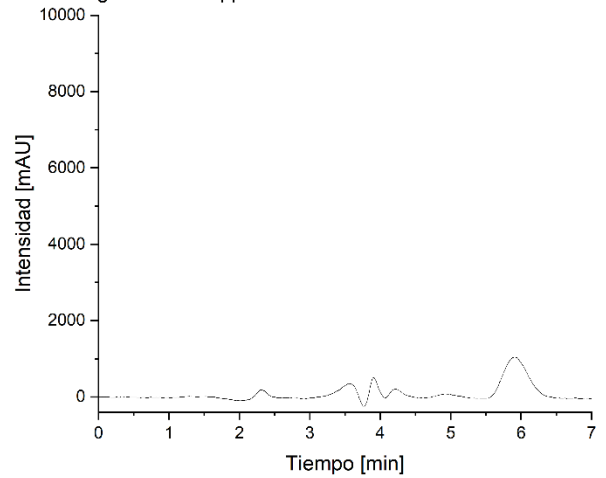


**Figura N°J.6: Cromatogramas de la muestras a tiempo 120min.**

Cromatograma Ads. 5ppm Fenol EB-180-1-MWHT-550-N2-PA T180M1

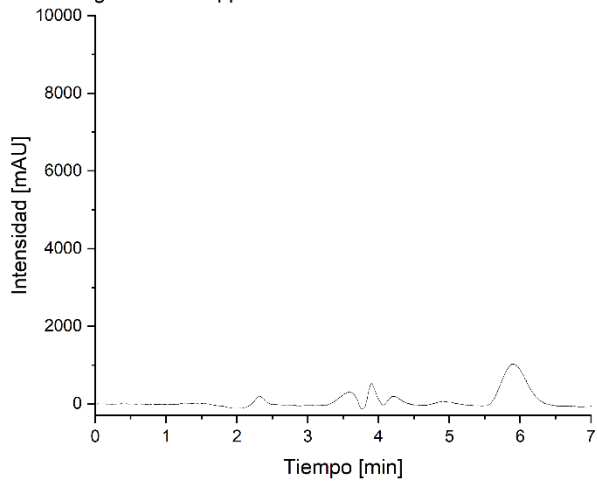


Cromatograma Ads. 5ppm Fenol EB-180-1-MWHT-550-N2-PA T180M2

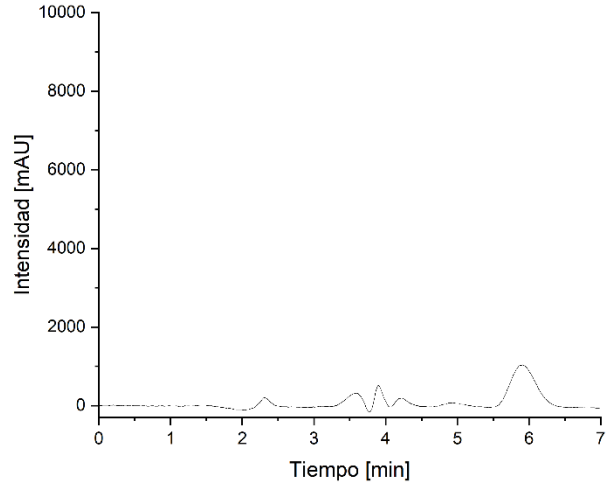


**Figura N°J.7: Cromatogramas de la muestras a tiempo 180min.**

Cromatograma Ads. 5ppm Fenol EB-180-1-MWHT-550-N2-PA T240M2



Cromatograma Ads. 5ppm Fenol EB-180-1-MWHT-550-N2-PA T240M1



**Figura N°J.8: Cromatogramas de la muestras a tiempo 240min.**

## 8.12. Anexo K

### 8.12.1 Microscopía SEM

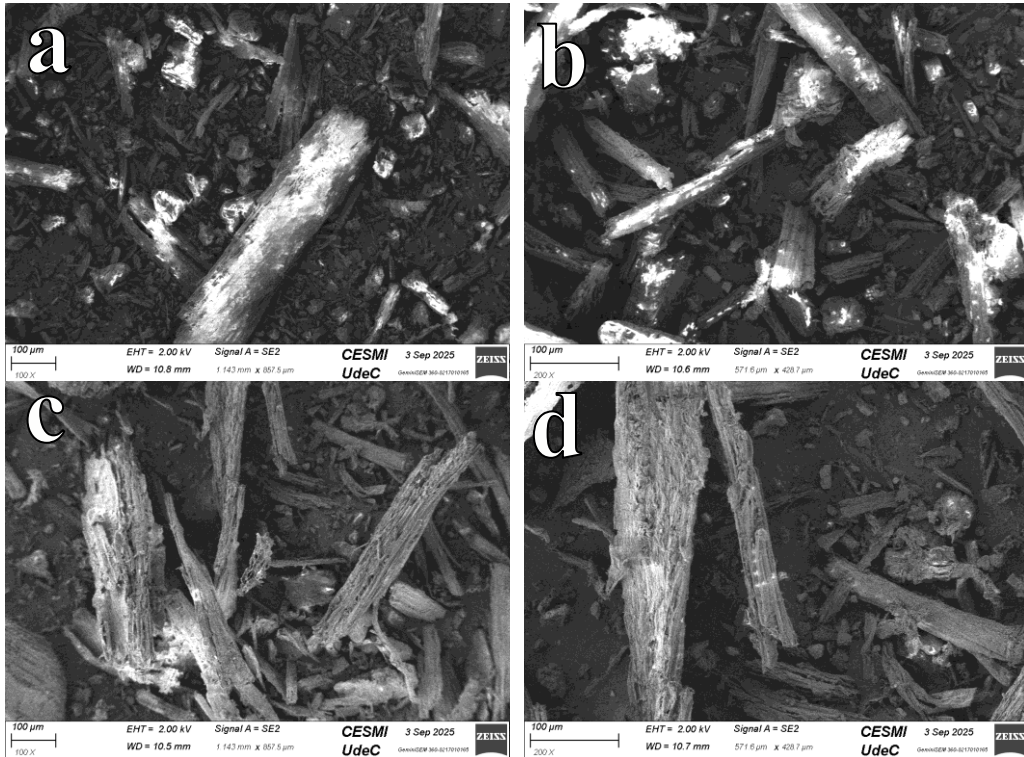


Figura N°K.1: Imágenes SEM de biocarbonos producidos de forma hidrotérmal clásica (a, b) y biocarbonos producidos de forma hidrotérmal asistida por microondas (c, d).

### 8.12.2 EDX

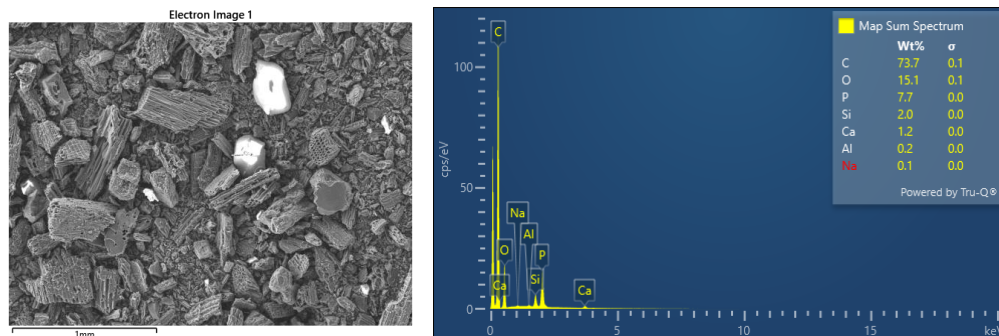
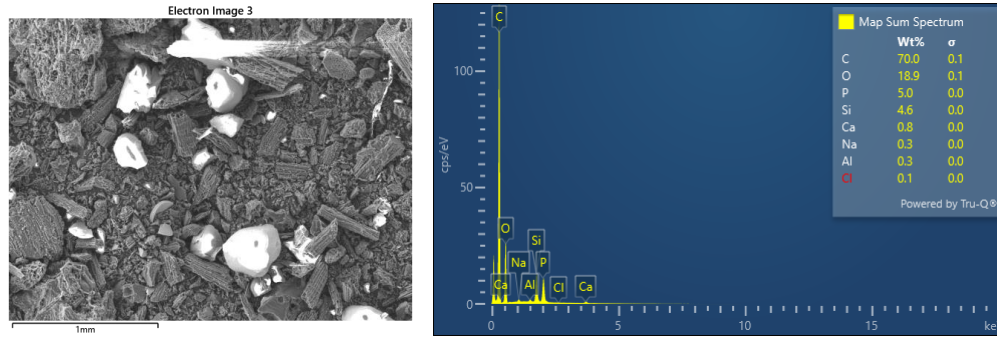
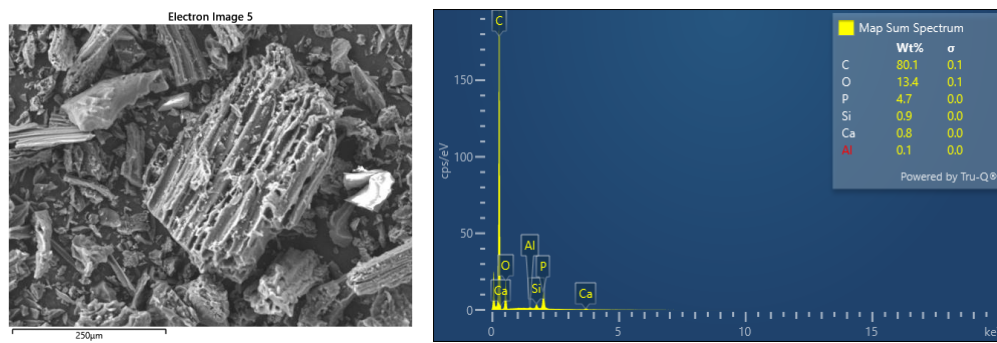


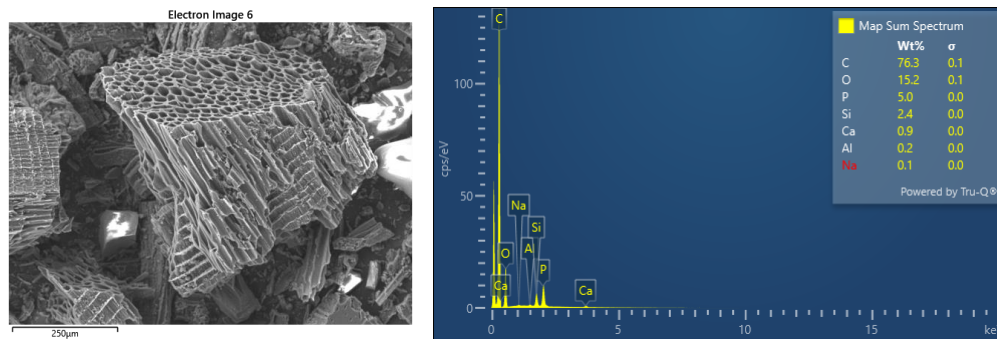
Figura N°K.2: EDX EB-180-1-MWHT-550-N2-PA (1:1).



**Figura N°K.3: EDX EB-180-1-MWHT-550-N2-PA (1:1) regenerado durante 5 min.**



**Figura N°K.4: EDX EB-180-1-MWHT-550-N2-PA (1:1) regenerado durante 30 min.**



**Figura N°K.5: EDX EB-180-1-MWHT-550-N2-PA (1:1) regenerado durante 60 min.**

## **8.13. Anexo L**

### **8.13.1. Referencias adicionales**

Chen, Y., et al. (2025). Adsorción mejorada de fenol mediante biocarbón de cáscara de almendra modificado con EDTA-4Na y KOH. *Sustainable Environment Research*, 35(1), 4. <https://doi.org/10.1186/s42834-025-00243-3>

Palanisami, H., et al. (2021). Coffee waste-based activated carbons for phenol removal. *Water Practice and Technology*, 16(3), 793–805. <https://doi.org/10.2166/wpt.2021.034>

Xie, B., et al. (2020). Adsorption of phenol on commercial activated carbons: Modelling and interpretation. *International Journal of Environmental Research and Public Health*, 17(3), 789. <https://doi.org/10.3390/ijerph17030789>

## 9. Resumen FI

### UNIVERSIDAD DE CONCEPCION – FACULTAD DE INGENIERIA RESUMEN DE MEMORIA DE TÍTULO

<b>Departamento</b>	: Departamento de Ingeniería Civil Química
<b>Carrera</b>	: Ingeniería Civil Química
<b>Nombre del memorista</b>	: Javier Jesús Ruiz Ortega
<b>Título de la memoria</b>	: De residuo a recurso: Carbonos porosos a partir de corteza de eucalipto para la remediación de agua contaminada con fenol.
<b>Fecha de la presentación oral:</b>	
<b>Profesor(es) Guía</b>	: Juan Matos Lale, Ximena García Carmona.
<b>Profesor(es) Revisor(es)</b>	:
<b>Concepto</b>	:
<b>Calificación</b>	:

#### RESUMEN (Máximo 200 palabras)

La contaminación del agua por compuestos orgánicos, como el fenol, representa un serio problema ambiental y sanitario debido a su toxicidad, persistencia y baja biodegradabilidad. Como alternativa, esta memoria evaluó la producción de biocarbons a partir de corteza de eucalipto, un residuo lignocelulósico abundante, para la adsorción y posterior regeneración frente a fenol en soluciones acuosas.

Se emplearon tres metodologías de síntesis: hidrotermal clásico, hidrotermal asistido por microondas y activación química con ácido fosfórico seguida de pirólisis. Los materiales obtenidos se caracterizaron mediante área superficial BET, distribución de poros, pH superficial, microscopía SEM e isothermas de adsorción de N<sub>2</sub> a 77 K. La eficiencia de remoción de fenol se evaluó mediante HPLC, mientras que la regeneración se realizó con microondas.

Los resultados mostraron que los biocarbons activados químicamente a 550 °C alcanzaron áreas superficiales entre 600 y 987 m<sup>2</sup>/g, superiores al carbón comercial y con predominio de microporosidad. Estos materiales lograron hasta un 88 % de remoción de fenol en 180 minutos, mientras que los biocarbons sin activación presentaron rendimientos bajos (<4 %). Finalmente, la regeneración por microondas permitió recuperar parte de la capacidad adsorbente, evidenciando el potencial de reuso.