



UTMACH

FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS Y DE LA SALUD

CARRERA DE INGENIERÍA QUÍMICA

OBTENCIÓN DE CARBÓN ACTIVADO EMPLEANDO RESIDUOS DE
CÁÑAMO (CANNABIS SATIVA L.) MEDIANTE ACTIVACIÓN
QUÍMICA APLICADO A REMOVER AZUL DE METILENO

ELIZALDE REYES EHILERTH LISSETH
INGENIERA QUÍMICA

VEGA LOAIZA ALBERTO RENE
INGENIERO QUÍMICO

MACHALA
2022



UTMACH

FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS Y DE LA SALUD

CARRERA DE INGENIERÍA QUÍMICA

OBTENCIÓN DE CARBÓN ACTIVADO EMPLEANDO RESIDUOS
DE CÁÑAMO (CANNABIS SATIVA L.) MEDIANTE
ACTIVACIÓN QUÍMICA APLICADO A REMOVER AZUL DE
METILENO

ELIZALDE REYES EHILERTH LISSETH
INGENIERA QUÍMICA

VEGA LOAIZA ALBERTO RENE
INGENIERO QUÍMICO

MACHALA
2022



UTMACH

FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS Y DE LA SALUD

CARRERA DE INGENIERÍA QUÍMICA

TRABAJO TITULACIÓN
TRABAJO EXPERIMENTAL

OBTENCIÓN DE CARBÓN ACTIVADO EMPLEANDO RESIDUOS DE CÁÑAMO
(CANNABIS SATIVA L.) MEDIANTE ACTIVACIÓN QUÍMICA APLICADO A
REMOVER AZUL DE METILENO

ELIZALDE REYES EHILERTH LISSETH
INGENIERA QUÍMICA

VEGA LOAIZA ALBERTO RENE
INGENIERO QUÍMICO

LAPO CALDERON BYRON

MACHALA, 22 DE SEPTIEMBRE DE 2022

MACHALA
2022

OBTENCIÓN DE CARBÓN ACTIVADO EMPLEANDO RESIDUOS DE CÁÑAMO (CANNABIS SATIVA L.) MEDIANTE ACTIVACIÓN QUÍMICA APLICADO A REMOVER AZUL DE METILENO

INFORME DE ORIGINALIDAD

3%

INDICE DE SIMILITUD

3%

FUENTES DE INTERNET

0%

PUBLICACIONES

1%

TRABAJOS DEL ESTUDIANTE

FUENTES PRIMARIAS

1	hdl.handle.net Fuente de Internet	1%
2	repositorio.unap.edu.pe Fuente de Internet	<1%
3	qdoc.tips Fuente de Internet	<1%
4	Submitted to CONACYT Trabajo del estudiante	<1%
5	eprints.uaenl.mx Fuente de Internet	<1%
6	Submitted to Universidad Autónoma de Nuevo León Trabajo del estudiante	<1%
7	Submitted to Universidad Católica de Santa María Trabajo del estudiante	<1%
8	rua.ua.es	

CLÁUSULA DE CESIÓN DE DERECHO DE PUBLICACIÓN EN EL REPOSITORIO DIGITAL INSTITUCIONAL

Los que suscriben, ELIZALDE REYES EHILERTH LISSETH y VEGA LOAIZA ALBERTO RENE, en calidad de autores del siguiente trabajo escrito titulado OBTENCIÓN DE CARBÓN ACTIVADO EMPLEANDO RESIDUOS DE CÁÑAMO (CANNABIS SATIVA L.) MEDIANTE ACTIVACIÓN QUÍMICA APLICADO A REMOVER AZUL DE METILENO, otorgan a la Universidad Técnica de Machala, de forma gratuita y no exclusiva, los derechos de reproducción, distribución y comunicación pública de la obra, que constituye un trabajo de autoría propia, sobre la cual tienen potestad para otorgar los derechos contenidos en esta licencia.

Los autores declaran que el contenido que se publicará es de carácter académico y se enmarca en las disposiciones definidas por la Universidad Técnica de Machala.

Se autoriza a transformar la obra, únicamente cuando sea necesario, y a realizar las adaptaciones pertinentes para permitir su preservación, distribución y publicación en el Repositorio Digital Institucional de la Universidad Técnica de Machala.

Los autores como garantes de la autoría de la obra y en relación a la misma, declaran que la universidad se encuentra libre de todo tipo de responsabilidad sobre el contenido de la obra y que asumen la responsabilidad frente a cualquier reclamo o demanda por parte de terceros de manera exclusiva.

Aceptando esta licencia, se cede a la Universidad Técnica de Machala el derecho exclusivo de archivar, reproducir, convertir, comunicar y/o distribuir la obra mundialmente en formato electrónico y digital a través de su Repositorio Digital Institucional, siempre y cuando no se lo haga para obtener beneficio económico.

Machala, 22 de septiembre de 2022

ELIZALDE REYES EHILERTH LISSETH
0750722571

VEGA LOAIZA ALBERTO RENE
0704896653

Nota de aceptación:

Quienes suscriben, en nuestra condición de evaluadores del trabajo de titulación denominado OBTENCIÓN DE CARBÓN ACTIVADO EMPLEANDO RESIDUOS DE CÁÑAMO (CANNABIS SATIVA L.) MEDIANTE ACTIVACIÓN QUÍMICA APLICADO A REMOVER AZUL DE METILENO, hacemos constar que luego de haber revisado el manuscrito del precitado trabajo, consideramos que reúne las condiciones académicas para continuar con la fase de evaluación correspondiente.



LAPO CALDERON BYRON
0704203439
TUTOR - ESPECIALISTA 1



CHAMORRO SANGOQUIZA DIANA CRISTINA
1003220942
ESPECIALISTA 2



ARMIJOS CABRERA GABRIELA VIVIANA
0704902568
ESPECIALISTA 3

null

DEDICATORIA

Este constructo es gracias al esfuerzo y apoyo de nuestros padres, docentes, tutores y amigos que de la mano de Dios han sido el pilar fundamental para que todo sea posible, dedicamos este trabajo a nuestra pequeña hija ya que ella es nuestro motor para poder seguir adelante y esforzarnos cada vez más para superar cada meta propuesta a lo largo de este camino lleno de alegrías, desafíos, victorias y experiencias. A todos ustedes de corazón, muchas gracias.

Ehilerth Lisseth Elizalde Reyes

Alberto René Vega Loaiza

AGRADECIMIENTOS

Expresamos nuestro agradecimiento primero a Dios por ser el camino en nuestro destino, por concedernos la sabiduría, fortaleza y perseverancia para poder realizar nuestro trabajo de titulación.

A nuestros padres por haber estado presentes incondicionalmente en cada paso dado, brindándonos apoyo e inculcándonos a ser mejores personas.

A nuestro tutor el Ingeniero Byron Gonzalo Lapo Calderón por haber estado presentes en el momento indicado compartiendo sus conocimientos y guiándonos de mejor manera para poder realizar un excelente trabajo.

Al Ingeniero Humberto Ayala por haber estado presente compartiendo sus conocimientos con nosotros y guiándonos adecuadamente para despejar nuestras dudas y fortalecer nuestro conocimiento.

A la Ingeniera Tania Carchi por ser quien nos dio la guía necesaria para poder realizar un trabajo de calidad, por cada indicación y por toda la paciencia que tuvo con nosotros y por su tiempo invertido le extendemos nuestro más grato agradecimiento.

Agradecemos también a la Universidad Técnica de Machala por haber abierto sus puertas y permitirnos hacer uso de los laboratorios en el que realizamos nuestro trabajo de titulación, a todos ustedes muchas gracias por haber estado siempre dispuestos a ayudarnos.

Ehilerth Lisseth Elizalde Reyes

Alberto René Vega Loaiza

RESUMEN

Este estudio evalúa la conversión de los residuos de cáñamo en carbón activado mediante activación química para la adsorción del colorante azul de metileno. Se realizó la caracterización física del precursor mediante análisis proximal resultando 7.75 % para humedad, 15.45 % de carbono fijo, 1.59 % de cenizas y 75.19 % para volátiles. Se obtuvieron dos tipos de carbón por pirolización de residuos de cáñamo (tallos, ramas y espigas). Se sintetizó un tipo de carbón por activación con H_3PO_4 concentrado al 85% y el otro sin activación para la comparativa de los estudios, mismos que se denominaron CAC y CC para el carbón activo y sin activar respectivamente, la síntesis se desarrolló en atmósfera inerte de gas N_2 a un flujo de 50 mL/min, a temperaturas de 400 y 450 °C para la pirolización del biocarbón y el carbón activado respectivamente, el tiempo de carbonización fue de 1 hora. La caracterización química mediante titulación directa presentó grupos básicos. El pH de potencial de carga cero (pH_{PZC}) para CAC está situado en pH5, esto indica que el material adsorbente promueve la unión de iones negativos en valores de pH inferiores al (pH_{PZC}) puesto que el adsorbente tiene carga negativa por ende se considera apto para cargas catiónicas. Para el adsorbente CC el (pH_{PZC}) está ubicado a un pH aproximado a 7. Se midió por triplicado la absorbancia de las diluciones de azul de metileno obteniendo una longitud de onda de 664 nm, la misma que nos sirvió para calibrar el UV-VIS para la preparación de la curva de calibración. El estudio de adsorción empleó un pH de 8 a concentraciones de 50-1000 mg/L. El carbón activado mostró un porcentaje de retención del 99.99 % en soluciones de azul de metileno concentradas a 100 mg/L, mientras que a concentraciones a 1000 mg/L alcanzó una capacidad máxima de remoción de 423.6 mg de azul de metileno retenido por cada gramo de CAC (mg/g). El ajuste no-lineal más adecuado para el CAC resultó ser el modelado de Freundlich y para CC se ajustó más al modelo de Langmuir. El estudio cinético empleó un pH de 8, se aplicó 0.5 g de adsorbente en 0.5 L de azul de metileno a una concentración de 100 mg/L, se emplearon los modelos cinéticos de Pseudo Primer Orden (PPO) y Pseudo Segundo Orden (PSO) para ello el ajuste no lineal más adecuado para CAC fue el modelo PPO al igual que el para CC que se ajustó más al modelo PPO. El ajuste lineal del CAC presentó un máximo de remoción del 99.40 % y el CC alcanzó una remoción máxima de 41.26 %.

Estos parámetros ponen a consideración de los interesados una aplicación versátil para los residuos generados en los procesos industriales del cáñamo generando un valor agregado a partir de este residuo. El estudio de adsorción empleó un total de 455 mL de azul de metileno concentrado a 1 g/L, y por último un total de 2.425 g de CAC y la misma cantidad de CC.

Palabras clave

Cáñamo, carbón activado, adsorción, azul de metileno, titulación Boehm, isothermas.

ABSTRACT

This study evaluates the conversion of hemp residues into activated carbon by chemical activation for the adsorption of the methylene blue dye. The physical characterization of the precursors was carried out by means of proximal analysis, resulting in 7.75% for humidity, 15.45% for fixed carbon, 1.59 % for ashes and 75.19% for volatiles. Two types of charcoal were obtained by pyrolysis of hemp residues (stems, branches and spikes). One type of carbon was synthesized by activation with 85% H_3PO_4 and the other without activation for the comparison of the studies, which were called CAC and CC for activated and not activated carbon, respectively, the synthesis was developed in an inert atmosphere of N_2 gas at a flow of 50 mL/min, at 400 and 450 °C for the pyrolysis of biochar and activated carbon, respectively, the carbonization time was 1 hour. A chemical characterization was carried out by direct titration, the same ones that demonstrated to have alkaline affinity, this indicates that there is no presence of such surface groups in the surface chemistry of the adsorbents. The pH of zero charge potential (pHPZC) for CAC is located at pH5, this indicates that the adsorbent material promotes the binding of negative ions at pH values under (pHPZC) since the adsorbent has a negative charge, therefore it is considered suitable for cationic charges. For the CC adsorbent, (pHPZC) is located at a pH of approximately 7. The absorbance of the methylene blue dilutions was measured in triplicate, obtaining a wavelength of 664 nm, the same wavelength that served us to calibrate the UV-VIS for the preparation of the calibration curve. The adsorption study used a pH of 8 at concentrations of 50-1000 mg/L. Activated carbon showed a retention percentage of 99.99% in concentrated methylene blue solutions at 100 mg/L, while at concentrations of 1000 mg/L it reached a maximum removal capacity of 423.6 mg of methylene blue retained by each gram of CAC (mg/g). The most appropriate non-linear fit for CAC turned out to be the Freundlich model and for CC it was more fitted to the Langmuir model. The kinetic study used a pH of 8, 0.5 g of adsorbent was applied in 0.5 L of methylene blue at a concentration of 100 mg/L, the Pseudo First Order (PFO) and Pseudo Second Order (PSO) kinetic models were used for this the fit The non-linear most suitable for CAC was the PFO model, as well as the CC that was more adjusted to the PFO model. The linear adjustment of the CAC presented a maximum removal of 99.40% and the CC reached a maximum removal of 41.26%.

These parameters put to the consideration of the interested parties a versatile application for the waste generated in the industrial processes of hemp and thus achieve an added value or implementation to that waste. The adsorption study used a total of 455 mL of concentrated methylene blue at 1 g/L, and finally a total of 2.425 g of CAC and the same amount of CC.

Keywords

Hemp, activated carbon, adsorption, methylene blue, Boehm titration, isotherms.

PREFACIO

Damos gracias en primer lugar al Ingeniero Byron Lapo, tutor de nuestro trabajo de titulación, por su guía y ayuda en el trayecto de este constructo. En segundo lugar, agradezco al Ingeniero Humberto Ayala por sus observaciones y enseñanzas, las mismas que nos sirvieron como apoyo al momento de implementar el equipo (Espectrofotómetros UVmini - 1240 (SHIMADZU)). En tercer lugar, agradezco a nuestros especialistas, Ingeniera Gabriela Armijos, Ingeniera Diana Chamorro, Dr. Jaime Morales quienes fueron los encargados de hacer las revisiones necesarias a nuestro trabajo, agradecemos a cada uno de los conserjes de nuestra facultad por tener la calidad y el don humano para entendernos cuando necesitábamos hacer uso del laboratorio un poco más temprano o algunas veces hasta tarde.

Este trabajo de titulación ha sido realizado gracias a la ayuda de la Dra. Grace Jaramillo y al Bioquímico Jefferson Tocto quienes nos permitieron hacer uso de los materiales y reactivos necesarios para poder llevar a cabo nuestro trabajo experimental en el Laboratorio de Investigación.

En lo personal, jamás olvidaremos a cada uno de ustedes quienes estuvieron desde el inicio de este trabajo hasta el final.

Agradecemos también a nuestros padres por su amor y apoyo incondicional de todas las maneras posibles. A nuestra pequeña hija Ligny Oddeth Vega Elizalde por ser la motivación y la felicidad que necesitamos cada día, y finalmente agradecemos a la Unidad de Bienestar Estudiantil por siempre estar dispuestos a ayudar a cada uno de sus estudiantes, dándoles las soluciones que cada uno requiere.

A nuestras amigas y futuras colegas Nicol Castillo y Elizabeth Chacaguasay les agradecemos por su amistad incondicional y por cada experiencia bonita que hemos compartido, pese a cada dificultad presentada hemos logrado llegar a nuestra meta como un día nos propusimos.

A todos ustedes muchas gracias.

ÍNDICE DE CONTENIDO

DEDICATORIA	i
AGRADECIMIENTOS	ii
RESUMEN	iii
ABSTRACT.....	v
PREFACIO	vii
ÍNDICE DE CONTENIDO	viii
INDICE DE ILUSTRACIONES	xi
Indice de Figuras.....	xii
INDICE DE TABLAS	xiii
INDICE DE ECUACIONES	xiv
INDICE DE ANEXOS	xv
LISTA DE ABREVIATURAS	xvi
GLOSARIO	xvii
INTRODUCCIÓN	1
OBJETIVOS DE LA INVESTIGACIÓN	4
Objetivo General	4
Objetivos Específicos.....	4
1. MARCO TEÓRICO	5
1.1 Cábano (<i>Cannabis sativa L.</i>).....	5
1.1.1 Características.....	6
1.1.2 Morfología	6
1.1.3 Composición	7
1.1.4 Ventajas del cábano	8
1.1.5 Aplicaciones.....	8
1.1.6 Biomasa residual.....	8
1.2 Carbón Activado	9
1.2.1 Pirólisis	9
1.2.2 Comparativa de activación de los carbones	9
1.3 Análisis preliminar o proximal.....	10

1.4	Método Boehm.....	10
1.5	pH de potencial de carga cero (pH _{PZC}).....	10
1.6	pH.....	10
1.7	Adsorción	11
1.8	Isotermas y modelos matemáticos de adsorción	11
1.8.1	Langmuir.....	11
1.8.2	Freundlich	12
1.8.3	Cinética	12
1.9	Espectroscopia UV visible	13
1.10	Colorantes	13
1.10.1	Azul de metileno.....	14
2.	METODOLOGÍA.....	15
2.1	Localización de la investigación	15
2.2	Materiales, Reactivos y Equipos	15
2.2.1	Materiales a utilizarse	15
2.2.2	Reactivos Empleados.....	16
2.2.3	Equipos Manipulados	16
2.2.4	Equipo de protección personal.....	17
2.3	Análisis proximal del precursor (Residuos de cáñamo).....	17
2.3.1	Estimación del % de Humedad.....	17
2.3.2	Estimación del % de Volátiles	18
2.3.3	Estimación del contenido de cenizas	18
2.3.4	Porcentaje de carbono fijo (% C _f)	18
2.4	Obtención de biocarbón y carbón activado.....	20
2.4.1	Pretratamiento del precursor	20
2.4.2	Métodos de activación aplicados	20
2.4.3	Obtención de carbón por activación química de la muestra	21

2.4.4	Obtención de biocarbón por Activación Física de la muestra	21
2.5	Estimación de grupos básicos y ácidos en los carbones.....	22
2.6	Potencial de carga cero (pHpzc)	24
2.7	Estudio de adsorción de azul de metileno	24
2.7.1	Preparación de azul de metileno (C ₁₆ H ₁₈ ClN ₃ S)	24
2.7.2	Preparación de la curva de calibración para azul de metileno.....	25
2.7.3	Capacidad de adsorción de azul de metileno	25
2.7.4	Estudio de pH.....	26
2.7.5	Estudios de isothermas en equilibrio	26
2.7.6	Estudios cinéticos	26
3.	RESULTADOS Y DISCUSIONES.....	27
3.1	Caracterización física (análisis proximal del precursor).....	27
3.2	Carbones obtenidos	28
3.3	Caracterización química de los adsorbente	29
3.3.1	Determinación de grupos ácidos y básicos	29
3.3.2	Determinación del pH de potencial de carga cero	30
3.4	Curva de calibración para estudios de adsorción	31
3.4.1	Barrido para azul de metileno.....	31
3.5	Estudios de adsorción.....	33
3.5.1	Resultados del estudio para capacidad de adsorción de azul de metileno	33
3.5.2	Resultados del estudio de pH.....	34
3.5.3	Resultados de isothermas en equilibrio	35
3.5.4	Resultados de estudios cinéticos.....	37
3.6	Consumo de analito y adsorbentes en el estudio.....	39
4.	CONCLUSIONES	40
5.	RECOMENDACIONES.....	42
	BIBLIOGRAFÍA	43
	ANEXOS	49

INDICE DE ILUSTRACIONES

Ilustración 1. a) Cáñamo, b) Semillas de Cáñamo, c) Fibra de Cáñamo, d) Harina o polvo de Cáñamo. _____	5
Ilustración 2. a) Planta macho presenta sacos de polen, b) Planta hembra presenta pistilos polinizables, c) Planta hermafrodita presenta ambas características. _____	6
Ilustración 3. Estructura interna del tallo de Cáñamo, e) epidermis, sf) fibras secundarias, pf) fibras primarias. _____	7
Ilustración 4. Cloruro de Metiltionina (Azul de metileno). _____	14
Ilustración 5. Diagrama de flujo para el análisis proximal de los residuos de cáñamo.	19
Ilustración 6. Diagrama de flujo para el pretratamiento de los residuos de cáñamo. __	20

Índice de Figuras

Figura 1. Carbones obtenidos a partir del cáñamo.	28
Figura 2. Carbones obtenidos.	28
Figura 3. Potencial de carga cero (pH_{PZC}) para carbón activado de cáñamo (CAC) y bio-carbón de cáñamo (CC).	30
Figura 4. Longitud de onda máxima para azul de metileno.	31
Figura 5. Resultados de la curva de calibración.	32
Figura 6. Comportamiento de los adsorbentes a diferentes concentraciones.	34
Figura 7. Estudio de pH.	35
Figura 8. Isotermas de Langmuir y Freundlich, para CAC.	36
Figura 9. Isotermas de Langmuir y Freundlich, para CC.	37
Figura 10. Modelos cinéticos de PPO y de PSO para CAC.	38
Figura 11. Modelos cinéticos de PPO y de PSO para CC.	38

INDICE DE TABLAS

Tabla 1. Acorde a sus morfologías características se derivan en cuatro subespecies. ¹¹	6
Tabla 2. Composición química del Caamo.	8
Tabla 3. Datos recopilados del anlisis proximal.	27
Tabla 4. Resultados de anlisis proximal.	27
Tabla 5. Resultados de Titulacin Boehm, mtodo directo.	29
Tabla 6. Lectura de absorbancia para azul de metileno.	31
Tabla 7. Datos de absorbancia para curva de calibracin de azul de metileno a (664 nm).	32
Tabla 8. Datos de estudio para remocin de concentracin mxima.	33
Tabla 9. Resultados de isotermas de adsorcin.	36
Tabla 10. Resultados de consumo de analito y adsorbentes en el estudio.	39

INDICE DE ECUACIONES

Ecuación 1. Modelo no lineal de Langmuir _____	12
Ecuación 2. Modelo no lineal de Freundlich _____	12
Ecuación 3. Modelo cinético de pseudo primer orden (PPO). _____	12
Ecuación 4. Modelo cinético de pseudo segundo orden (PSO). _____	13
Ecuación 5. Porcentaje de humedad (% H) _____	17
Ecuación 6. Porcentaje de Volátiles (% V) _____	18
Ecuación 7. Porcentaje de cenizas (% C). _____	18
Ecuación 8. Porcentaje de carbono fijo (% C _f). _____	19
Ecuación 9. Moles de grupos funcionales básicos (mgfb). _____	24
Ecuación 10. Moles de grupos funcionales ácidos (mgfa). _____	24
Ecuación 11. Volumen o concentración requerida para una dilución. _____	25
Ecuación 12. Porcentaje de adsorción o remoción. _____	26

INDICE DE ANEXOS

Anexo 1. Residuos de cáñamo (tallos, ramas y espigas) _____	49
Anexo 2. Precursor cortado en trozos de 1-2 cm y pesado _____	49
Anexo 3. Lavado del precursor con agua destilada _____	50
Anexo 4. Muestras desecadas para realizar estudio de % de humedad _____	50
Anexo 5. Muestras sometidas a análisis Proximal _____	51
Anexo 6. Impregnación por inmersión de H ₃ PO ₄ al 85% _____	51
Anexo 7. Filtrado después de la inmersión del precursor _____	51
Anexo 8. Medición de pH a la solución de H ₃ PO ₄ post filtrado _____	52
Anexo 9. Carbón activado a 450 °C _____	52
Anexo 10. Monolito de carbón activado de cáñamo _____	52
Anexo 11. Implementación para Titulación Boehm _____	53
Anexo 12. Viraje para Titulación ácido base por neutralización, método directo _____	53
Anexo 13. Lavado y filtrado de Biocarbón de cáñamo _____	54
Anexo 14. Plancha de agitación _____	54
Anexo 15. Tubos Falcon de 25 ml _____	54
Anexo 16. Papel filtro Macherey- Nagel de 125mm _____	55
Anexo 17. Carbón activado de cáñamo vs Biocarbón de cáñamo _____	55
Anexo 18. Horno tubular tipo mufla horizontal con tubo de cuarzo _____	56
Anexo 19. Team Carbon_Foams _____	56

LISTA DE ABREVIATURAS

b: Constante de isoterma de Langmuir (dm^3/mg)

CAC: Carbón activado de Cannabis Sativa L.

CC: Carbón de Cannabis Sativa L.

Ce: Concentración del adsorbato en equilibrio en (mg/L)

Co: Concentración inicial del colorante puesta en contacto con el biosorbente en (mg/L)

Kf: Capacidad de adsorción (mg/g)

K_F: Constante de Freundlich

K_L: Constante de Langmuir

K₁: Constante cinética de pseudo-primer orden ($\text{g/mg} \cdot \text{min}$)

K₂: Constante cinética pseudo-segundo orden ($\text{g/mg} \cdot \text{min}$)

n: Intensidad de adsorción

R²: Coeficiente de correlación

pH_{pzc}: pH definido en el punto de carga cero

PZC: Punto de carga cero

q_e: Capacidad de adsorción en equilibrio (mg/g)

q_t: Capacidad de adsorción en equilibrio en un tiempo determinado (mg/g)

Q_{max}: Capacidad máxima de cobertura de monocapa (mg/g)

UV: Ultravioleta

GLOSARIO

ABSORCIÓN: la absorción es el fenómeno a través del cual los átomos, moléculas o iones pasan de una fase, bien sea, líquida o gaseosa a otra líquida o gaseosa

ABSORBANCIA: medida de la atenuación de una radiación al atravesar una sustancia, que se expresa como el logaritmo de la relación entre la intensidad saliente y la entrante.

ADSORCIÓN: fenómeno por el cual un sólido o un líquido atrae y retiene en su superficie gases, vapores, líquidos o cuerpos disueltos.

AQUENIOS: frutos secos del cáñamo (semillas del cáñamo).

ANEMÓFILO: se poliniza por medio del viento.

DIOICA: tiene las flores unisexuales en tallos y troncos separados.

FITOCANABINOIDES: una clase de compuestos caracterizados por 21 átomos de carbono que aparecen únicamente en la naturaleza en la especie *Cannabis sativa* L.

FOLIOLOS: cada una de las piezas separadas en que a veces se encuentra dividido el limbo de una hoja.

FLAVONOIDES: son los pigmentos responsables de los sabores y colores de las plantas.

HURD O SHIVES: nombre que se le da a la caña interna del tallo del cáñamo.

INTERNODOS: segmentos donde crecen las ramas desde el tallo es simplemente la separación entre nudos.

MONOICA: tiene las flores masculinas y femeninas en un mismo tallo.

PECIOLOS: apéndice de la hoja de una planta por el cual se une al tallo.

TERPENOIDES: son los hidrocarburos orgánicos que se encuentran en el cannabis y que le dan a la planta y a sus flores sabores distintos y diversidad aromática.

THC: siglas del tetrahidrocannabinol (también conocido como delta-9-tetrahidrocannabinol), el ingrediente psicoactivo principal del cannabis que causa los efectos “alucinantes”.

TRANSMITANCIA: es una magnitud que expresa la cantidad de energía que atraviesa un cuerpo en la unidad de tiempo.

TRICOMAS: Son pequeñas esferas de resina de cannabis que recubren las hojas, los cogollos y las ramas de tu planta de cannabis, dándole un aspecto blanco y helado.

INTRODUCCIÓN

Los carbones activados son materiales basados en carbono de bajo costo de producción, fáciles de sintetizar y modificar sus propiedades superficiales como la porosidad o su estructura morfológica, además de que su demanda incrementa constantemente ya que es un adsorbente muy empleado en múltiples procesos de separación y purificación.¹ Para preparar carbones activados se emplean bio-residuos dopados de heteroátomos, por métodos simples de pirólisis o de nivel industrial para lograr morfologías superficiales únicas.²

La adsorción es una estrategia a emplearse en la descontaminación de aguas residuales con colorantes, su proceso es sencillo, económico y factible. Esta depende de las propiedades fisicoquímicas del adsorbente para lo cual, el de uso más común es el carbón activado, su síntesis se da a partir de materia prima celulósica mediante activación física por vapor de agua, CO₂ o aire, mientras que la activación química se la realiza por impregnación de KOH, ZnCl₂ y H₃PO₄, además presentan mayor rendimiento y su requerimiento energético de producción es inferior en comparación con la activación física, se presenta como la opción más ventajosa y efectiva para la depuración de contaminantes en efluentes.^{3,4}

El incremento de las poblaciones generará mayor demanda en la producción alimentaria además de la producción en los sectores industriales, agrícolas o energéticos, entre otros que provocaran problemas mayores al ambiente por no realizar la correcta depuración de sus efluentes residuales.⁵ La industria alimentaria, agrícola y del cuero emplean colorantes en sus procesos, sin embargo los procesos de la industria textil son los que emplean mayor cantidad de colorantes, estos tienden a ser resistentes ante la oxidación por agentes convencionales, tratamientos térmicos o procesos de digestión aerobia, a causa de esta problemática se han planteado buscar soluciones eficientes para la decoloración de las descargas a efluentes.⁶

En muchos países alrededor del mundo la industria textil mueve la economía generando tasas anuales de demanda del 2.8%, provocando un creciente impacto al equilibrio ecológico de los ecosistemas acuáticos y a la salud, pues estos efluentes de descarga contienen productos químicos nocivos y esencialmente colorantes que son mutagénicos cancerígenos y tóxicos, estos colorantes pueden ser no iónicos, aniónicos o catiónicos como el azul de metileno que es de los que predominan en los procesos de la industria textil.^{3, 7}

El problema principal se centra en que el medio ambiente carece de la capacidad para asimilar estos contaminantes que son descargados a los cuerpos hídricos generando un impacto a la flora y fauna a causa de las actividades humanas por lo cual los procesos a emplearse para la eliminación de efluentes líquidos no deben generar toxicidad ni alteraciones en el ecosistema, de preferencia deben ser fáciles de implementar y que sean económicos.⁶

Los cultivos de cáñamo (*Cannabis sativa L.*) son considerados cultivos energéticos y muy prometedores, presentan una tasa anual de crecimiento acelerado y elevados rendimientos de biomasa y de energía.⁸ No necesita pesticidas, su rápido desarrollo se da bajo cualquier clima y requiere moderadas cantidades de fertilizantes y agua, volviéndolo un cultivo de gran valor y amigable con el entorno.⁹

De las semillas del cáñamo es posible refinar bio-diésel, además de las fibras o líber del cáñamo se obtienen textiles.⁴ La industria textil basada en la conversión del cáñamo solo utiliza cerca del 50% en peso del porcentaje de cáñamo generando una tasa elevada de residuos proporcional a las cantidades que emplean.¹

En general los procesos industriales del cáñamo aprovechan las fibras largas o líber que recubre el tallo de la planta solo representan un 35% en peso, mientras que el 65% del peso corresponde al tallo leñoso, también se emplean las semillas en la producción de aceites, cervezas, combustibles, cosméticos, alimentos, proteínas en polvo, harinas sin gluten, alimentos balanceados para animales, entre otras aplicaciones.⁸

La progresiva demanda de fuentes energéticas renovables como alternativas, ha inducido a la investigación en desarrollar técnicas eficientes para la conversión de biomasa residual en materiales de valor agregado.¹⁰

Los residuos de cáñamo generados durante las cosechas en los campos de cultivo carecen de un uso determinado, por lo general son quemados después de las cosechas contaminando el medio ambiente y desperdiciando un recurso con alto grado de celulosa y lignina, además de una estructura nano porosa natural, posicionándose como un residuo ideal para producir carbón activado, contribuyendo de esta manera a la implementación integral de desechos agrícolas, además de generar un valor agregado a un residuo casi inútil permitiendo así incrementar la eficiencia económica en estos sectores de producción.⁴

Con este precepto se optará por la síntesis de carbón activado empleando residuos de cáñamo (*Cannabis sativa L.*) mediante activación química con H_3PO_4 al 85 % como agente deshidratante ^{8,4}, y una vez obtenido el absorbente emplearlo en la remoción de azul de metileno en soluciones acuosas concentradas.^{6,3}

OBJETIVOS DE LA INVESTIGACIÓN

Objetivo General

Obtener carbón activado empleando residuos de cáñamo (*Cannabis sativa L.*) mediante activación química para remoción de azul de metileno en soluciones acuosas.

Objetivos Específicos

- Caracterización proximal del precursor (contenido de humedad, carbono fijo, volátiles, cenizas,)
- Preparar biocarbón y carbón activado a partir de residuos de cáñamo (*Cannabis sativa L.*) mediante activación química por impregnación de ácido fosfórico al 85% y pirólisis controlada en atmósfera anóxica de gas N₂.
- Determinar la capacidad máxima de adsorción y retención del carbón activado en soluciones acuosas de azul de metileno mediante, estudios de pH, isotermas y cinética de adsorción.

1. MARCO TEÓRICO

1.1 Cáñamo (*Cannabis sativa* L.)

Este cultivo fue reconocido y nombrado por el padre de la taxonomía, un prestigioso botánico suizo llamado Carl Linnæus en el año 1753 en su investigación *Sistema Naturae*, denominó a la especie *C. sativa* (*Cannabis sativa*), en la actualidad su taxonomía la describe como *Cannabis sativa* L. en la que el término L. hace honor a Linnæus y al igual que el Lúpulo pertenecen a la familia de las *Cannabaceae*.¹¹

La Marihuana pertenece a la especie *Cannabis sativa* L., presenta propiedades psicoactivas por su alto contenido de THC (delta-9-tetrahidrocannabinol), mientras que el cáñamo industrial no produce efectos intoxicantes debido a que su contenido de THC permitido y regulado por la ley, debe ser inferior al 1% para el aprovechamiento de sus subproductos de interés.^{12, 13} La ilustración 1 nos presenta una planta de cáñamo con algunos de sus productos de interés.

Ilustración 1. a) Cáñamo, b) Semillas de cáñamo, c) Fibra de cáñamo, d) Harina o polvo de cáñamo.



Fuente: ¹²

1.1.1 Características

Este cultivo es anemófilo, es la única especie de ciclo anual que presenta esta característica al ser dioica requiere del polen de la planta macho para fertilizar las flores de la planta hembra, sin embargo, se han logrado preseleccionar especies monoicas que no requieren de polinización asistida y son las más empleadas en cultivos de Cáñamo Industrial.¹¹ La ilustración 2 nos muestra las 3 características de género del cáñamo.

Ilustración 2. a) Planta macho presenta sacos de polen, b) Planta hembra presenta pistilos polinizables, c) Planta hermafrodita presenta ambas características.



Fuente: Elaboración propia.

Se han logrado identificar más de quinientos componentes bioactivos de los que destacan los fitocannabinoides, terpenoides, flavonoides y los ácidos grasos omega 3 y 6, los cuales ayudan a reducir las posibilidades de una enfermedad cardiovascular mejorando la salud.¹⁴

1.1.2 Morfología

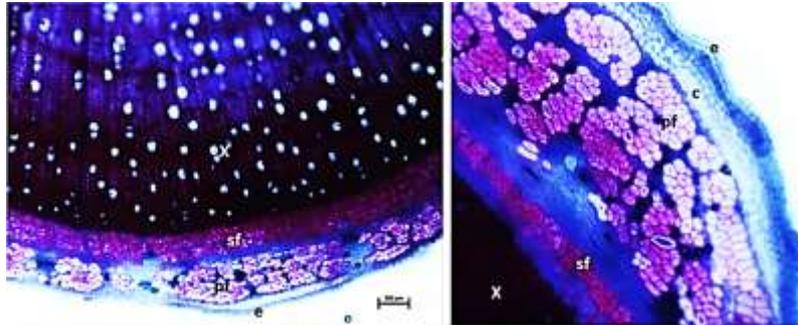
Tabla 1. Acorde a sus morfologías características se derivan en cuatro subespecies.¹¹

CARACTERÍSTICAS MORFOLÓGICAS DEL CANNABIS						
ESPECIES	ALTURA	PECIOLOS	INTERNODOS	FOLIOLOS	AQUENIOS	COLOR
Cannabis sativa	6 m	Cortos	Largos	5 a 9 (136mm)	>3.7 mm de largo	Opaca verde
Cannabis indica	3 m	Más cortos	Más cortos	7 a 11 (92 mm)	3.7 mm de largo	Verde marrón
Cannabis ruderalis	0.5 m	Cortos	—	5 a 7 (60mm)	Pequeños	Opaca verde
Cannabis afghanica	1.5 m	Largos	Cortos	7 a 11 (130mm)	< 3.0mm de largo	Gris brillante

Fuente: Elaboración propia.

En la ilustración 3 una vista microscópica a dos aumentos, permite apreciar la estructura interna de una sección transversal del tallo de cáñamo.

Ilustración 3. Estructura interna del tallo de cáñamo, e) epidermis, sf) fibras secundarias, pf) fibras primarias.



Fuente: ¹⁵

Claramente se logra apreciar una estructura con abundante porosidad natural muy bien organizada.

1.1.3 Composición

La estructura del tallo de cáñamo está constituida por sus fibras o *líber* que alcanzan un 20-35% en peso, además presentan mayor cantidad de hemicelulosa, celulosa y pectinas, mientras que el centro leñoso conocido como *hurd o shives* representa un 65-75% en peso y presenta gran contenido de lignina que es la encargada de volver rígido al tallo, estas variaciones se deben a la diversidad de cepas que produce la especie, cuenta con un alto contenido de carbono, lo que indica que posee un contenido menor de cenizas y una poderosa densidad energética.¹² Una vez extraídas las fibras bastas de interés industrial, quedan las cañas de la parte interna del tallo del cáñamo, este residuo recibe el nombre de *Hurd*.¹⁶ Cuenta con porcentajes en peso aproximados del 36-41% para celulosa, un 31-37% de hemicelulosa y del 12-21% de lignina.⁸ Tiene elevados niveles de CBD y muy bajos de THC, además su olor y sabor característico se debe a la presencia de terpenos y terpenoides en sus tricomas.¹⁷

En la tabla 2 se presenta la composición química del cáñamo en una recopilación bibliográfica citada por (Diakité et al.,2021).

Tabla 2. Composición química del cáñamo.

Fuentes	Celulosa	Hemicelulosa	Lignina	Cenizas
Hussain et al., 2018	44.0	18.0 - 27.0	22.0 - 28.0	1.0 – 2.0
Vignon et al., 1995	44.0	18.0	28.0	2.0
Thomsen et al., 2005	48.0	21.0 - 25.0	17.0 - 19.0	-
Gandolfi et al., 2013	44.0	25.0	23.0	1.2
Garcia-Jaldon, 1995	48.0	12.0	28.0	2.0
Arufe et al., 2021	49.0	21.6	8.1	4.1
Arufe et al., 2021	46.1	21.5	8.5	2.8
Cappelletto et al., 2001	51.6	21.5	12.9	6.6
Godin et al., 2010	47.5	6.4	8.0	8.8
Viel et al., 2018	49.9	21.4	9.5	0.6

Fuente: ¹⁸

1.1.4 Ventajas del cáñamo

Es un cultivo que no presenta requerimientos de herbicidas o pesticidas, evitando la degradación de organismos del suelo o problemas ambientales. Mientras los cultivos se desarrollan, extienden profundamente sus raíces permitiéndole gran remoción de metales como el cadmio, plomo, níquel entre otros que son absorbidos y acumulados, mejorando los suelos y aumentando su valor, todo gracias a este agente fito-remediador que se lo ha reconocido como recurso energético renovable que aporta elevadas concentraciones de biomasa.¹⁹

1.1.5 Aplicaciones

El cáñamo o cáñamo Industrial hace referencia a las especies de *Cannabis sativa L.* no psicoactivas, es un cultivo anual exageradamente abundante de carácter industrial y de muy bajo costo.¹⁵ Actualmente el cáñamo representa un gran interés económico para los procesos industriales de combustibles ²⁰, biogás ²¹, aceites ¹⁴, medicinas ²², alimentos ²³, textiles ²⁴, papel, materiales de construcción ²⁵, pinturas, tintes, barnices, y detergentes.⁹

1.1.6 Biomasa residual

El *Hurd* o caña de cáñamo aparece como un subproducto que resulta de los múltiples procesos industriales del cáñamo, se le considera un residuo estimado del 70-80% con relación al tallo, comparado con otras fuentes residuales de carbono resulta ser el precursor ideal para producir carbones activados debido a su estructura única de poros y microporos ordenados y conectados.²⁶ Los residuos que presentan elevadas cantidades de lignina son los precursores más óptimos para la síntesis de carbones activados.⁵

1.2 Carbón Activado

Es una materia carbonosa y porosa derivada de un proceso de pirólisis, su estructura de micro cristales es muy semejante al grafito, entre sus principales características consta su textura porosa muy desarrollada, grupos funcionales superficiales, área específica y presentan velocidades de adsorción muy rápidas que ocurren como fenómenos de difusión en su interior.²⁷

El carbón activado surge como una técnica de aprovechamiento de la biomasa residual como fuente lignocelulósica, las características fisicoquímicas de estos precursores de carbonos se han estudiado en gran cantidad con el fin de definir los métodos de síntesis más adecuados que le darán las características micro y nano-texturales, propiedades de absorción y enfoque de aplicación.²⁸

1.2.1 Pirólisis

Es el proceso o tratamiento para la descomposición térmica de materia orgánica en atmosfera anóxica por calentamiento lento, con el propósito de obtener materiales ricos en carbono. Las macromoléculas que se degradan por acción termoquímica son la hemicelulosa, celulosa y lignina. Quien presenta menor estabilidad térmica es la hemicelulosa, se descompone muy rápido entre los 200-350 °C, luego le precede la celulosa, esta se descompone rápidamente a temperaturas de 300-400 °C y finalmente la lignina, se degrada lentamente desde temperaturas que oscilan entre los 200-500 °C, volviéndola la macromolécula de interés que más contribuye en los procesos de pirólisis para carbonos activados.⁵

1.2.2 Comparativa de activación de los carbonos

Los métodos empleados para la activación de los materiales carbonosos son tratamientos con ozono, por plasma, activación física y activación química, todos presentan ventajas y desventajas. La activación física es la que se emplea a nivel industrial para la producción de carbonos activados, es la opción más ecológica, no presenta químicos y exhibe porosidad bien desarrollada, sin embargo, su rendimiento de carbono es muy bajo, requiere temperaturas elevadas lo que refleja en mayor consumo de energía, por otro lado, el proceso de carbonización por activación química requiere menor tiempo de operación, consume mucho menos energía, presenta mejores rendimientos de carbono, y una área superficial superior con porosidad ajustable.²⁹

La activación del precursor se da por contacto directo del precursor con el agente químico activante, los más empleados son el $ZnCl_2$, H_2SO_4 , $NaOH$, KOH y H_3PO_4 . Para la activación del precursor se puede dar por contacto físico de mezclas sólido-sólido como el caso de los hidróxidos alcalinos, otra vía de contacto sería por impregnación de un agente deshidratante, si el grado de impregnación es mayor, el tamaño medio de sus poros y su área superficial específica también lo serán, cada agente activador requiere una temperatura de activación diferente, las más frecuentes oscilan entre 450-750 °C.⁵

La activación química presenta mayor área superficial y mejor porosidad.³⁰ La activación de los múltiples residuos lignocelulósicos usualmente se la realiza con ácido fosfórico (H_3PO_4) que reacciona con la lignina y la celulosa hidrolizando los compuestos, permitiendo la deshidratación que incrementa el volumen de porosidad.³¹

1.3 Análisis preliminar o proximal

Este análisis permite determinar los contenidos de humedad y porcentajes de carbono fijo, volátiles y cenizas, presentes en un precursor, la presencia de un elevado contenido de carbono fijo y de volátiles garantiza un gran desarrollo de su porosidad.³²

1.4 Método Boehm

Es una técnica de titulación por volumetría de neutralización ácido base, para determinar grupos funcionales superficiales y los sitios ácidos y básicos en los materiales carbonosos. La neutralización con $NaOH$ es muy eficaz para grupos carboxílicos, lactonas y fenoles. No se ha estandarizado una metodología a pesar de ser una técnica ampliamente usada.³³

1.5 pH de potencial de carga cero (pH_{PZC})

El punto de carga cero permite identificar la afinidad del bioadsorbente para captar cationes o aniones, es el valor de pH que indica que los sitios activos positivos y negativos son iguales, en ese punto la carga neta superficial es cero.³⁴ Ciertos materiales carbonosos presentan más afinidad para la recuperación de aniones o cationes acorde a sus grupos funcionales a un pH determinado, esta técnica permite establecer esos valores de pH.³⁵

1.6 pH

El pH describe el valor del $(-\log_{10})$ de un ion hidronio asociado a una dilución. En general describe la concentración de iones hidronio en una solución y se le conoce como potencial de Hidrógeno.³⁶

1.7 Adsorción

Es un fenómeno de contacto y adhesión a nivel superficial, describe la retención de un adsorbato por acción de la microporosidad de un sólido adsorbente. El equilibrio de adsorción estima la cantidad adsorbida en una solución concentrada al granel durante un determinado tiempo de contacto con el adsorbente. En general su correlación matemática gráficamente se describe representando su fase solida frente a la concentración residual.³⁷

1.8 Isotermas y modelos matemáticos de adsorción

Las isotermas de adsorción presentan una curva que describe la retención de una sustancia en un medio solido poroso a un pH y temperatura constante, generan una idea de la afinidad del adsorbente, propiedades superficiales y mecanismos de adsorción. Se cuenta con diferentes modelos matemáticos que permiten describir y comprender las isotermas experimentales, compara los coeficientes de correlación obtenidos en el experimento con los datos teóricos que presentan los modelos aplicados. Denotan el equilibrio de una solución (adsorbato) en la que un adsorbente alcanza su máxima retención.³⁸ Los carbones activados alcanzan su estado de saturación cuando la tasa de adsorción es igual a la de desorción, en equilibrio su concentración inicial aumentara hasta llegar a ese punto.³ Con el fin de estimar la relación de equilibrio entre un adsorbato y un adsorbente se emplean modelos de isotermas de adsorción como los de Langmuir y Freundlich, mediante su aplicación se consiguen parámetros para comprender la afinidad y heterogeneidad de la superficie del carbón activado y su mecanismo de adsorción.³⁹

1.8.1 Langmuir

Este modelo estima un fenómeno de adsorción homogéneo de los sitios que presentan afinidad hacia el adsorbato su sorción es constante sin que el adsorbato se transfiera hacia otros sitios de la superficie, se satura cuando toda su superficie de retención es ocupada.³⁷

La grafica de la isoterma de Langmuir se establece mediante los parámetros de adsorción (q) y concentración en equilibrio (Ce), el ajuste de datos experimentales se realizó mediante la ecuación no lineal.

La ecuación 1 representa el modelo no-lineal de Langmuir que se emplea en los estudios de adsorción.

Ecuación 1. Modelo no lineal de Langmuir

$$q = Q_0 * b * C_e / (1 + (b * C_e)) \quad (1)$$

Aquí (q) representa la cantidad en (mg/g) de azul de metileno adsorbido, (C_e) es la concentración en equilibrio en (mg/L), (Q₀) indica la máxima capacidad de adsorción en (mg/g) y por último (b) sería la constante de Langmuir en (L/mg).⁴⁰

1.8.2 Freundlich

Es el modelo empírico de isoterma de adsorción más antiguo que se aplica a superficies heterogéneas como el carbón activado en concentraciones bajas e intermedias debido a la limitada capacidad de absorción por el absorbente.

La ecuación 2 representa el modelo no lineal de Freundlich empleado en estudios de adsorción.

Ecuación 2. Modelo no lineal de Freundlich

$$q = k_f * C_e^{1/n} \quad (2)$$

En donde (q) representa la cantidad en (mg/g) de azul de metileno adsorbido por el absorbente, (C_e) es la concentración en equilibrio en (mg/L), (k_f) es la constante de Freundlich y (n) representa la intensidad de adsorción.³⁸

1.8.3 Cinética

Los modelos cinéticos de dos parámetros a emplearse se desarrollan a partir de los datos analizados en el estudio de adsorción, los modelos más empleados para estudiar cinética de adsorción en contaminantes son PPO y PSO.²⁷

La ecuación 3 representa el modelo cinético de Pseudo Primer Orden (PPO) que relaciona la cantidad de adsorción respecto al tiempo.

Ecuación 3. Modelo cinético de pseudo primer orden (PPO).

$$q_t = q * (1 - e^{-k_1 \cdot t}) \quad (3)$$

Dónde (q) es la cantidad adsorbida en equilibrio por cada gramo de adsorbente sus unidades son (mg/g), (q_t) sería (q) respecto al tiempo (mg/g), k₁ es la constante de la velocidad de adsorción de pseudo primer orden (g/(mg*min)), misma que será determinada mediante análisis de regresión no lineal de q_t vs t.

La ecuación 4 representa el modelo cinético de Pseudo Segundo Orden (PSO), que relaciona la cantidad de adsorción respecto al tiempo.

Ecuación 4. Modelo cinético de pseudo segundo orden (PSO).

$$q_t = q^2 * k_2 * t / (1 + q * k_2 * t) \quad (4)$$

Este modelo destaca por estimar la carga en equilibrio, dónde (q) es la cantidad adsorbida en equilibrio por cada gramo de adsorbente se expresa en (mg/g), (qt) sería (q) respecto al tiempo (mg/g), k₂ es la constante de la velocidad de adsorción de pseudo segundo orden (g/(mg*min)), misma que será determinada mediante análisis de regresión no lineal de (qt vs t).⁴⁰

Estos modelos son los predilectos para estudios de cinética de adsorción en múltiples contaminantes.²⁷

1.9 Espectroscopia UV visible

La zona del espectro de luz denominado (UV) ultravioleta se estima en un rango de (190-380 nm), el espectro de luz visible está en un rango de (380-750 nm), mientras la luz infrarroja cercana se encuentra entre los (800-2500 nm). La ley Lambert-Beer decreta que la absorbancia de una solución es directamente proporcional a la concentración de la solución. Debido a este precepto la espectrometría UV/VIS puede usarse para determinar la concentración de una muestra. En general un espectrofotómetro es utilizado para cuantificar sustancias empleadas en múltiples industrias o contaminantes presentes en el agua, por medio de fotodetectores y un diodo que emite luz a colores para tener la zona de las distintas frecuencias de luz.⁴¹

1.10 Colorantes

Son sustancias de origen natural o artificial capaces de matizar estructuras, células, o tejidos, su estructura química se constituye de dos grupos funcionales, un auxócromo y un cromóforo.⁴²

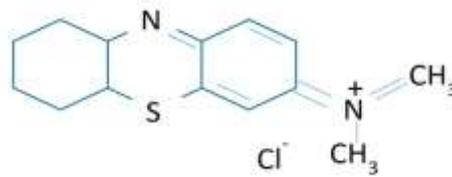
Este tipo de contaminante orgánico peligroso causa efectos negativos a los ecosistemas y a la salud, es muy toxico con capacidad mutagénica y cancerígena además al ser descargados a cuerpos de agua detienen los procesos biológicos, fotoquímicos, y de fotosíntesis para la vida acuática. Estos colorantes se emplean a nivel industrial en procesos de producción de textiles, papel, impresión, polímeros y pinturas.

Entre sus principales colorantes están el naranja de metilo, el Rodamine B y el azul de metileno, solo la industria de textiles a escala global emplea 10,000 toneladas en colorantes y el 1% es descargado a efluentes sin tratamiento alguno.⁴³

1.10.1 Azul de metileno

Su propiedad colorante depende del catión, a nivel molecular el grupo amino es el grupo funcional activo. En la ilustración 4 se aprecia el diseño de la molécula de metiltionina y su carácter catiónico.

Ilustración 4. Cloruro de Metiltionina (Azul de metileno).



Fuente: ⁴²

El colorante catiónico azul de metileno regularmente se lo emplea para matizar la seda, el algodón y la lana, es un contaminante presente en sus aguas residuales.⁴⁴ Eliminar este colorante de la descarga previa a los efluentes es un problema crucial para el medio ambiente.⁷

2. METODOLOGÍA

2.1 Localización de la investigación

La presente investigación se desarrolló en los laboratorios de investigaciones de la Facultad de Ciencias Químicas y de la Salud en la Universidad Técnica de Machala (UTMACH).

2.2 Materiales, Reactivos y Equipos

2.2.1 *Materiales a utilizarse*

- Papel filtro liso
- Papel parafilm
- Papel filtro cuantitativo Macherey Nagel (125 mm)
- Embudos de vidrio
- Tubos falcón de (15 y 50) mL
- Vasos de precipitación de (25, 50, 100 y 1000) mL
- Matraz Erlenmeyer de (25, 100, 250, 500) mL
- Balones volumétricos de (25, 50, 100, 250, 500) mL
- Pipetas graduadas de (2 y 5) mL
- Pipeta volumétrica 25 mL
- Pipetas Pasteur cuenta gotas
- Crisoles
- Morteros
- Pera de succión
- Gradillas
- Piseta
- Espátula
- Pinzas
- Buretas de 25 mL
- Soportes con pinza
- Varillas de agitación
- Luna de reloj
- Micropipetas de (10, 100 y 1000) μ L
- Papel aluminio
- Toallas absorbentes
- Lápiz graso

- Tijeras
- Celda de cuarzo
- Agitadores magnéticos (pescaditos)
- Tubo de cuarzo para pirolisis
- Reguladores de presión
- Mangueras de presión
- Válvulas de bola
- Filtro para gases de pirolisis

2.2.2 *Reactivos Empleados*

- Alcohol absoluto
- Ácido fosfórico (H₃PO₄) al 85%
- Hidróxido de sodio (NaOH) 0.1 N
- Ácido clorhídrico (HCl) 0.1 N
- Carbonato de sodio (Na₂CO₃) 0.05M
- Bicarbonato de sodio (NaHCO₃) 0.05M
- Hidróxido de sodio (NaOH) 0.05 M
- Ácido clorhídrico (HCl) 0.05M
- Estándar de azul de metileno (1000 ppm)
- Fenolftaleína
- Rojo de metileno
- Gas nitrógeno ultra puro
- Agua desionizada
- Agua destilada
- (35 % v/v)
- CO₂
- Gas N₂
- HCl 0.1 N
- Hidróxido de sodio 0.1N

2.2.3 *Equipos Manipulados*

- Balanza analítica (RADWAG AS 220.R2 PLUS)
- Balanza de precisión (JADEVER SKY)
- Plancha de agitación (INFORS HT CELLTRON)
- Plancha de agitación magnética (SIMAREC)

- pH metro (OHAUS STARTER 5000)
- Estufa (MEMMERT VN 6400 4051785)
- Espectrofotómetro UV mini - 1240 (SHIMADZU)
- Campana de extracción
- Desecador de campana
- Regulador de caudal de presión (COLE PALMER)
- Horno tubular tipo mufla horizontal (ELABORACIÓN PROPIA)
- Horno mufla al vacío (MAGRICO)
- Cocinetas eléctricas

2.2.4 *Equipo de protección personal*

- Bata anti fluidos
- Guantes
- Gafas de protección
- Cofia
- Mascarilla
- Guantes de carnaza 14289

2.3 Análisis proximal del precursor (Residuos de cáñamo)

2.3.1 *Estimación del % de Humedad*

Se llevó a cabo el experimento basándolo en la norma ASTM D2867-14, para ello se colocó en una estufa 4 capsulas de porcelana a peso constante con 10 gramos del precursor en cada una, por el lapso de una hora a 110 °C de temperatura, luego se retiraron las capsulas y se las enfriaron en un desecador de campana. La medición de la masa resultante nos permitirá conocer el porcentaje de humedad. La ecuación 5 representa la estimación del porcentaje de humedad.

Ecuación 5. Porcentaje de humedad (% H)

$$\% H = ((m_{ic} - m_{sc}) / m_{ic}) * 100 \quad (5)$$

Donde, (m_{ic}) = masa inicial de cáñamo, (m_{sc}) = masa seca de cáñamo, donde, (m_{ci}) y (m_{sc}) son los pesos de las muestras sin contar los pesos de las capsulas.

2.3.2 Estimación del % de Volátiles

El análisis se lo basó en la norma ASTM 5832-08, para su desarrollo se escogió al azar 2 de las cápsulas con la masa de cáñamo seca resultantes del proceso en el que se estimó el porcentaje de humedad y se las ubicó dentro de la mufla a 500 °C durante 15 minutos una vez alcanzada la temperatura, posterior al proceso se retiraron las capsulas y se las enfrió en el desecador de campana para luego pesarlas y el peso obtenido representa a la materia no volátil con la cual se puede estimar el porcentaje de materia volátil. La ecuación 6 representa la estimación del porcentaje de volátiles.

Ecuación 6. Porcentaje de Volátiles (% V)

$$\% V = ((m_{sc} - m_{nvc}) / m_{sc}) * 100 \quad (6)$$

(m_{sc}) = masa seca del cáñamo, (m_{nvc}) = masa no volátil del cáñamo, donde, (m_{sc}) y (m_{nvc}) son los pesos de las muestras tratadas sin el peso de la capsula.

2.3.3 Estimación del contenido de cenizas

Esta determinación se basó en la norma ASTM D2866-11, con el propósito de obtener el contenido de ceniza de una muestra se debe quemar por completo toda la muestra en atmosfera oxigenada, para ello se tomaron las dos capsulas restantes del proceso de estimación del porcentaje de humedad y se las calcinó a 500 °C durante tres horas, posterior a ello se las enfrió en el desecador de campana, y con el peso obtenido se podrá calcular el porcentaje de cenizas. La ecuación 7 representa la estimación del porcentaje de cenizas.

Ecuación 7. Porcentaje de cenizas (% C).

$$\% C = (m_{cc} / m_{sc}) * 100 \quad (7)$$

(m_{cc}) = masa de cenizas del cáñamo, (m_{sc}) = masa seca de cáñamo, donde, (m_{cc}) y (m_{sc}) son los pesos de las muestras tratadas sin el peso de la capsula.

2.3.4 Porcentaje de carbono fijo (% C_f)

Para poder estimar el porcentaje de carbono fijo se estima la diferencia de sus factores estimados con referencia al 100% de la masa de cáñamo inicial. La ecuación 8 permite deducir el porcentaje de carbono fijo.

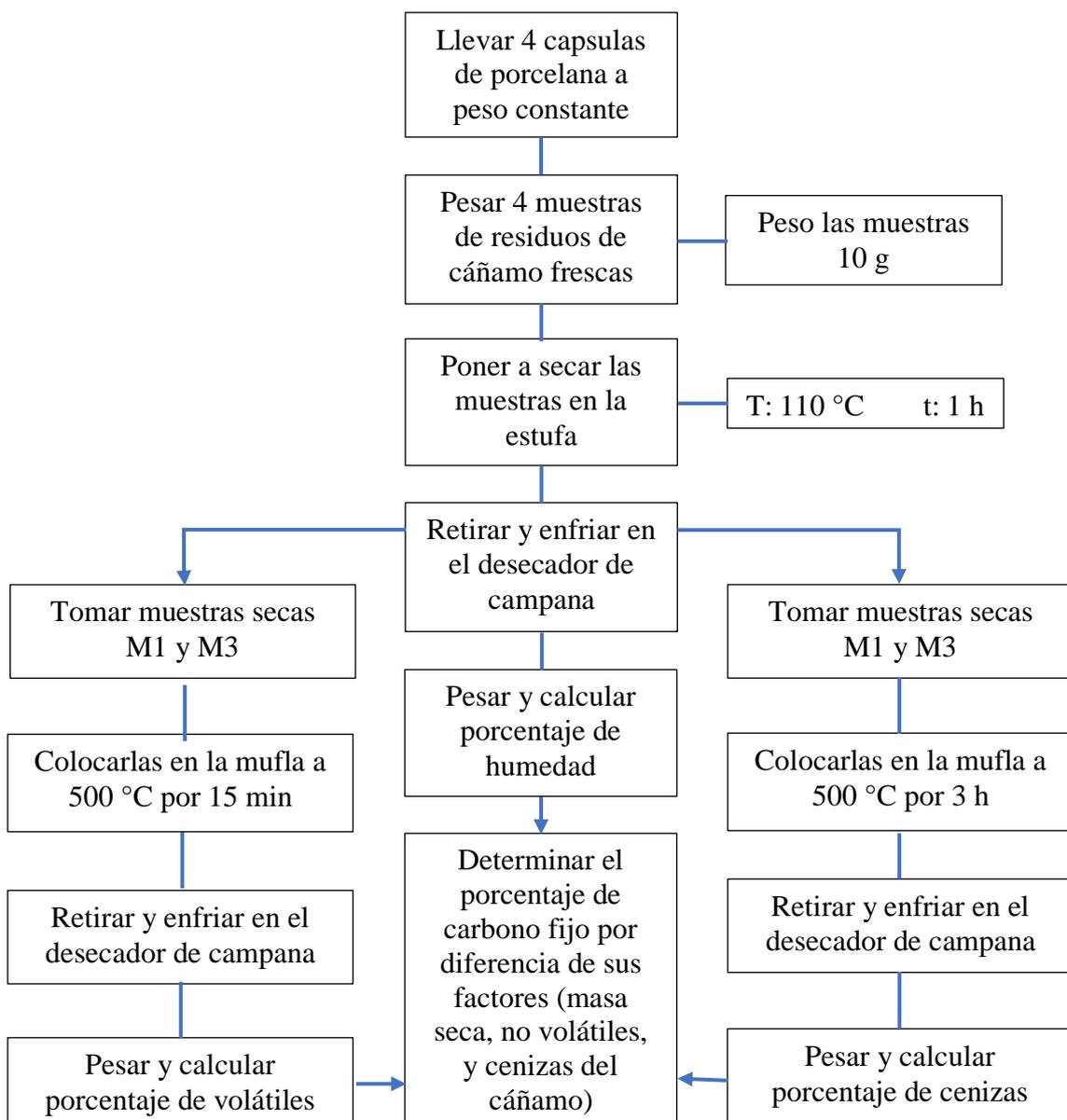
Ecuación 8. Porcentaje de carbono fijo (% Cf).

$$\% Cf = 100 \% - (\% H + \% V + \% C) \quad (8)$$

Para estimar el (% Cf) se lo realiza calculando la diferencia del porcentaje de masa inicial (100 %) con la suma de los porcentajes promedios de humedad, volátiles y cenizas (% H, % V, % C).⁴⁵

La ilustración 5 describe el proceso de la descomposición térmica en el análisis proximal de los residuos de cáñamo.

Ilustración 5. Diagrama de flujo para el análisis proximal de los residuos de cáñamo.



Fuente: Elaboración propia.

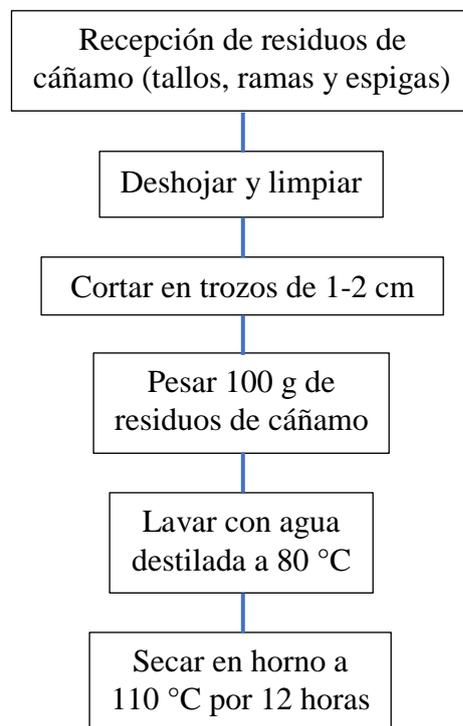
2.4 Obtención de biocarbón y carbón activado

2.4.1 Pretratamiento del precursor

Los residuos de cáñamo (*Cannabis Sativa L*), utilizados como precursor lignocelulósico fueron recolectadas en la ciudad de Machala (Ecuador). Inicialmente, los residuos lignocelulósicos (tallos, ramas y espigas) fueron deshojados, clasificados y cortados en trozos de 1 a 2 cm, se pesaron y lavaron con agua destilada a 80 °C durante 4 horas para eliminar posibles alcaloides⁴⁶, materia mineral, partículas de polvo e impurezas no deseadas, luego se secó en una horno al vacío durante 12 horas a 110 °C para reducir la humedad presente³.

En la ilustración 6 se detalla el flujo del pretratamiento y acondicionamiento de los residuos de cáñamo (tallos, ramas y espigas).

Ilustración 6. Diagrama de flujo para el pretratamiento de los residuos de cáñamo.



Fuente: Elaboración propia.

Una vez acondicionado el precursor se procedió a destinarlos a los procesos de pirólisis.

2.4.2 Métodos de activación aplicados

Se aplicó dos métodos de activación, uno químico y el otro físico. Para el método químico se utilizó H₃PO₄ al 85 % y el para el método físico se empleó una corriente continua de gas N₂ a 50 mL/min durante el proceso de pirólisis.⁹

2.4.3 Obtención de carbón por activación química de la muestra

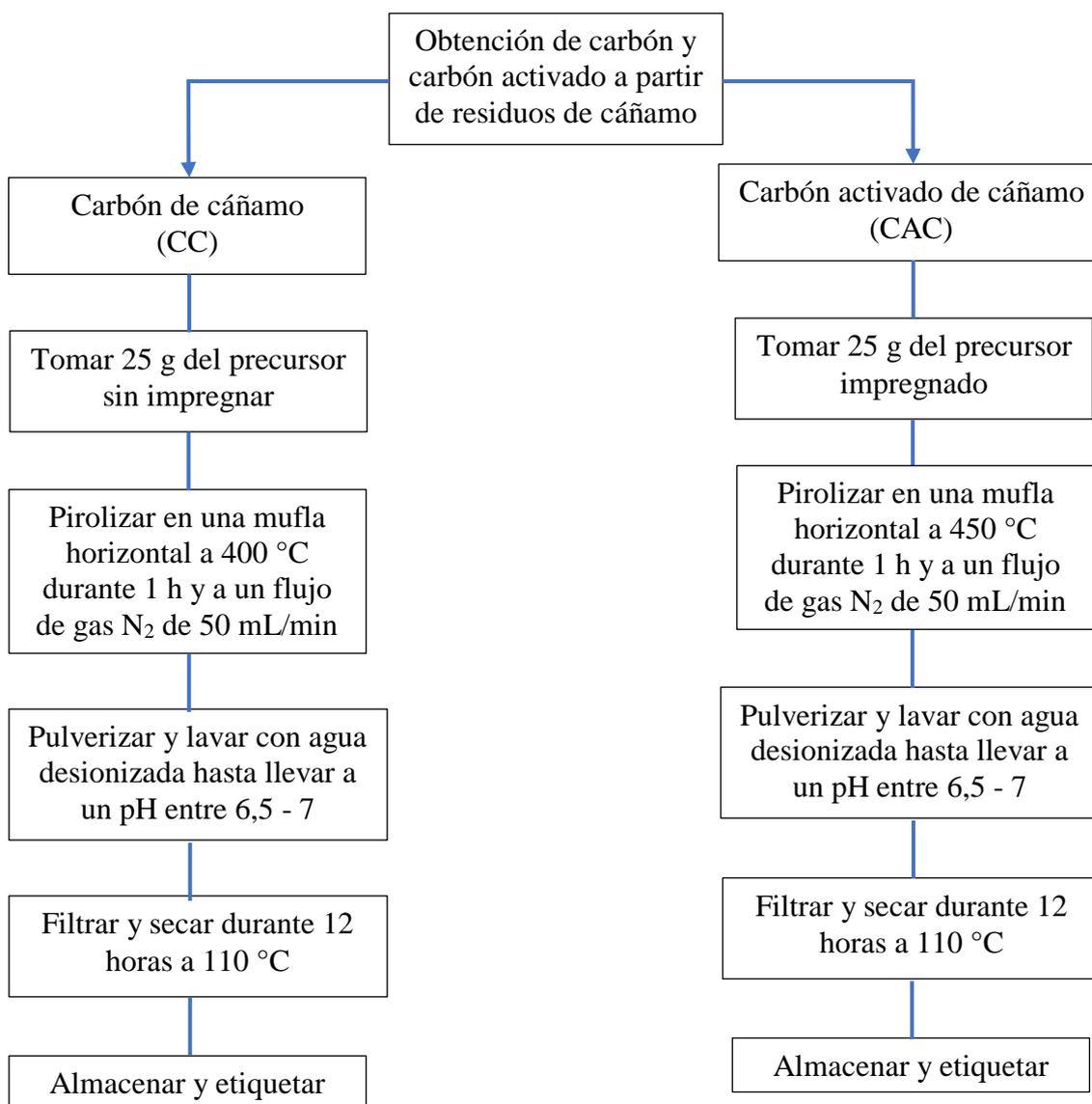
La muestra de cáñamo (*Cannabis sativa L.*) se impregnó por inmersión con H_3PO_4 concentrado al 85 % como agente deshidratante, durante una hora en agitación constante, luego, las muestras fueron filtradas y secadas en una estufa a 105 °C, durante un lapso de 12 horas, seguido se procedió a la pirólisis de las muestras en un horno tubular tipo mufla horizontal experimental. Se utilizó una capsula alargada de cerámica con capacidad aproximada de 3-5 gramos de materia impregnada. Durante la pirólisis se controló el flujo del gas N_2 , éste se mantuvo a 50 (mL /min), la velocidad del calentamiento se incrementó de 5-10 (°C /min), el proceso se mantuvo a una temperatura de 450 °C que le permite la máxima adsorción de gas nitrógeno ⁹, por un lapso de una hora, finalizado el proceso se deja enfriar manteniendo el flujo de nitrógeno, y se retira la muestra pirolizada para pulverizarla en un mortero, luego se lava con agua desionizada hasta ajustar su pH entre 6.5-7, se filtra y se seca en una estufa a 110 °C por 12 horas, finalmente se almacena y etiqueta.¹

2.4.4 Obtención de biocarbón por Activación Física de la muestra

La activación física fue realizada utilizando flujo continuo de gas nitrógeno manteniendo una oxidación lenta, los residuos de cáñamo fueron sometidos a pirólisis en atmósfera anóxica. Durante la pirólisis se controló el flujo del gas N_2 que se mantuvo a 50 (mL /min), la velocidad del calentamiento se incrementó de 5-10 (°C /min), el proceso se mantuvo a una temperatura de 400 °C por un lapso de una hora, finalizado el proceso pirogénico se deja enfriar manteniendo el flujo de N_2 , y se retira la muestra pirolizada para pulverizarla en un mortero, luego se lava con agua desionizada hasta ajustar su pH entre 6.5-7, se filtra y se seca en una estufa a 110 °C por 12 horas, finalmente se almacena y etiqueta.⁴⁷

La ilustración 7 describe el proceso de obtención de carbón y carbón activado a partir de residuos de cáñamo, empleando pirólisis en flujo de gas nitrógeno, y acondicionamiento para disposición final.

Ilustración 7. Diagrama de flujo para la obtención de carbón y carbón activado.



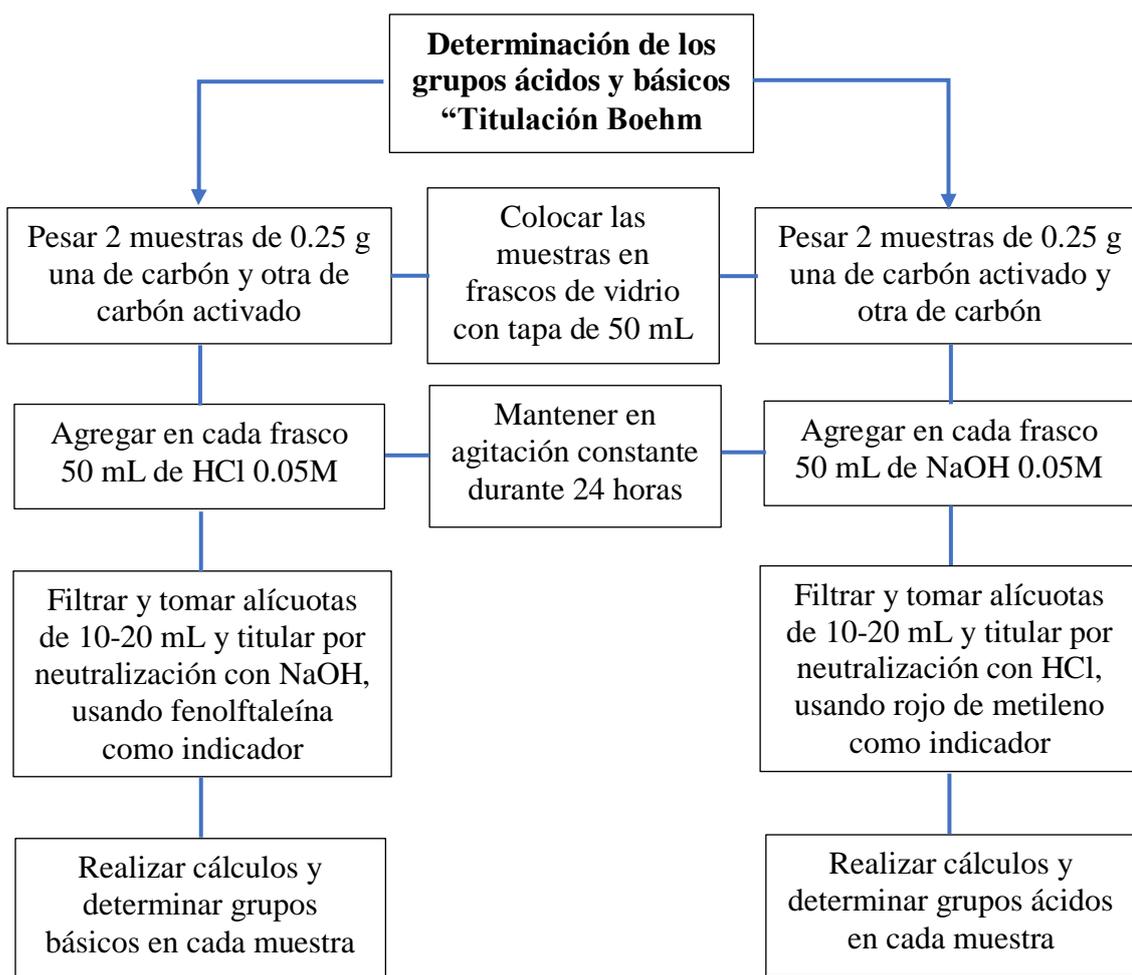
Fuente: Elaboración propia.

2.5 Estimación de grupos básicos y ácidos en los carbones

Para determinar los grupos básicos y ácidos de los carbones obtenidos se realizó una titulación Boehm directa por neutralización ácido-base, se procedió a pesar dos muestras de biocarbón y dos de carbón activado cada una de 0.25 g, se las ubico en frascos de vidrio etiquetados y con tapa, en un frasco con muestra de biocarbón y en otro frasco con muestra de carbón activado, se agregó 50 mL de una solución de HCl 0.05M, de igual manera a las muestras restantes se les agrega 50 mL de solución de NaOH 0.05M a cada frasco.

Se mantuvo los frascos en agitación por 24 horas, posterior a ello se filtró y se tomó alícuotas de 10-20 mL de (NaOH tratado con los carbones) para titular el excedente de cada solución de NaOH neutralizándolas con HCl empleando rojo de metileno como indicador, también se tomó alícuotas de 10-20 mL de (HCl tratado con los carbones) para titular el excedente de cada solución de HCl neutralizándolas con NaOH empleando fenolftaleína como indicador.³³

Ilustración 8. Diagrama de flujo para determinación de grupos ácidos y básicos.



Fuente: Elaboración propia.

Los datos que se obtienen de la práctica se los implementa en las ecuaciones para determinación de grupos ácidos y básicos.

La ecuación 9 permite determinar los moles de grupos funcionales básicos.

Ecuación 9. Moles de grupos funcionales básicos (mgfb).

$$mgfb = (((Ca * Va) - (V_{eqNaOH} * C_{NaOH}) * (Va / V_{alícuota a})) / mc) \quad (9)$$

La ecuación 10 permite determinar los moles de grupos superficiales ácidos.

Ecuación 10. Moles de grupos funcionales ácidos (mgfa).

$$mgfa = (((Cb * Vb) - (C_{HCl} * V_{eqHCl}) * (Vb / V_{alícuota b})) / mc) \quad (10)$$

Donde, C_a y V_a , son la concentración y el volumen del ácido que reaccionó con los carbones, $V_{eqNaOH} * C_{NaOH}$, representan al volumen y concentración del agente básico titulante, V_a y $V_{alícuota a}$, indican el volumen del ácido que reaccionó con los carbones y el volumen de la alícuota de ácido que reaccionó con los carbones. Mientras para C_b y V_b , son la concentración y el volumen de la base que reaccionó con los carbones, $V_{eqHCl} * C_{HCl}$, representan al volumen y concentración del agente ácido titulante, V_b y $V_{alícuota b}$, indican el volumen del ácido que reaccionó con los carbones y el volumen de la alícuota de ácido que reaccionó con los carbones y mc es la masa del carbón empleada en cada reacción.³³

2.6 Potencial de carga cero (pHpzc)

El análisis de (pHpzc) se estableció para los carbones obtenidos para ello se utilizó 0,1 g de muestra de cada carbón y se agregó en tubos falcón 25 mL de agua destilada ajustada a rangos de pH inicial (3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, y 11) aplicando gotas de HCl e NaOH 0,1N. Se mantuvo en agitación constante por un periodo de 24 horas, a 150 rpm y a 25°C. Lo siguiente fue filtrar para separar el sólido que reaccionó en la solución y se tomó lectura del pH final para las gráficas (pHi vs pHf) y ((pHi – pHf) vs pHi).³

2.7 Estudio de adsorción de azul de metileno

Una vez obtenidos los adsorbentes, se elaboró una solución madre de azul de metileno concentrada a 1000 mg/L (solución patron) para el desarrollo del estudio de adsorción.

2.7.1 Preparación de azul de metileno ($C_{16}H_{18}ClN_3S$)

Se pesó 0.5 g de cloruro de metiltionina (azul de metileno) en una luna de reloj, con la ayuda de una piseta se disolvió con agua destilada y se agregó en un balón de 500 mL de capacidad volumétrica hasta aforar, obteniéndose una solución estándar de 1000 mg/L. Para la preparación de las diluciones aplicadas a los estudios de adsorción se empleó la siguiente relación volumétrica.

La ecuación 11 permite relacionar el volumen o concentración de una solución requerida a partir de una más concentrada a emplearse para diluir.

Ecuación 11. Volumen o concentración requerida para una dilución.

$$C_r * V_r = C_e * V_e \quad (11)$$

Donde, C_r = Concentración requerida, V_r = Volumen requerido, C_e = Concentración empleada y V_e = Volumen empleado.

2.7.2 Preparación de la curva de calibración para azul de metileno

Para determinar el pico de absorbancia máximo se preparó en tubos falcón soluciones patrón de 25 mL por triplicado a concentraciones de (1, 2, 4, 6, 8, y 10) mg/L de azul de metileno, tomando alícuotas en una celda de cuarzo se realizó un barrido de absorbancia en el espectrofotómetro UV-VIS-1240 (Shimadzu) y en función de la longitud de onda se obtuvo la longitud de adsorción máxima para proceder a realizar la curva de calibración.

Una vez obtenida la lectura de la longitud de absorción máxima, se procedió a calibrar el UV-VIS a una longitud de onda (λ) de 664 nm, para ello se procedió a dar lectura a las diluciones preparadas y se estableció la curva de calibración para el estudio de adsorción de azul de metileno. Se debe dar lectura a un blanco (agua destilada) para encerrar y obtener las concentraciones correspondientes a la lectura.⁴⁸

2.7.3 Capacidad de adsorción de azul de metileno

Se realizó un estudio aplicado para determinación de comportamiento de los adsorbentes sobre el analito a diferentes concentraciones, para establecer la mayor adsorción posible a determinada concentración, para ello se consideró como parámetro de la literatura citada un pH de (8)⁴⁹, (coincidiendo con el carácter básico del colorante catiónico), se preparó diluciones de 25 mL concentradas a (50, 100, y 200) mg/L para cada adsorbente analizado, se pesó y aplicó 0,025 g de cada adsorbente para las diluciones preparadas a estas concentraciones.

Las lecturas de absorbancia representan el valor (y) en la ecuación de la recta obtenida en la curva de calibración, reemplazando obtenemos el valor de la concentración en equilibrio (C_e), estos datos nos permiten determinar el porcentaje de remoción. Si las lecturas de (y) exceden el valor de la pendiente (m) se debe de diluir aplicando factor de dilución. Una vez obtenido los valores de concentración máxima de remoción, se plantean los análisis secuenciales.

2.7.4 Estudio de pH

Partiendo de los datos del estudio previo, se preparó diluciones de 25 ml concentradas a 100 (mg/L) y se las ajusto con gotas HCl e NaOH 0,1N para los pH (3, 5, 7, y 9), se pesó 0.025 g de cada adsorbente para cada pH, el ensayo se realizó por duplicado las muestras se mantuvieron en agitación constante por 24 horas, este análisis permite determinar el pH óptimo para la realización de los estudios de equilibrio y cinética de adsorción.⁵⁰

2.7.5 Estudios de isothermas en equilibrio

Para el estudio de adsorción de los carbones, se pesó 0.025 g de cada material adsorbente y se preparó muestras de 25 mL por duplicado a concentraciones de (300, 400, 500, 750, y 1000) mg/L para cada material adsorbente, todas las muestras se preparan a un pH 8 ajustando con gotas HCl e NaOH 0,1N y se mantienen en agitación constante durante 3H a 150 rpm. La determinación del porcentaje de adsorción se obtiene mediante la siguiente formula.³

Ecuación 12. Porcentaje de adsorción o remoción.

$$\% \text{ Adsorción } (\% q) = ((C_o - C_e) / C_o) * 100 \quad (12)$$

Para ajustar los datos experimentales se emplearon isothermas de Langmuir y Freundlich.

2.7.6 Estudios cinéticos

Para el modelado cinético se prepararon dos balones de 500 mL de azul de metileno concentrado a 100 mg/L y de pH 8, se pesó 0.5 g de cada material adsorbente para conservar la dosificación de 1g/L. Se aplicó el material y se mantuvo en agitación magnética durante 4 horas, se tomó alícuotas de 10 mL cada 10 min durante un periodo de dos horas, a partir de ese punto se tomaron las alícuotas cada 20 min, una vez obtenidos los resultados se ajustaron los datos a los modelos cinéticos de Pseudo Primer Orden y Pseudo Segundo Orden relacionando la capacidad de adsorción respecto al tiempo.⁶

3. RESULTADOS Y DISCUSIONES

3.1 Caracterización física (análisis proximal del precursor)

En la tabla 3 se detallan los resultados obtenidos de la descomposición térmica de las muestras de cáñamo.

Tabla 3. Datos recopilados del análisis proximal.

Muestras	M 1	M 2	M 3	M 4
mic	10	10	10	10
msc	9.243	9.222	9.214	9.221
mnvc	2.19		2.388	
mcc		0.1116		0.1816

Fuente: Elaboración propia.

Este tratamiento térmico secuencial eliminó de las muestras la humedad, la materia volátil y la materia combustionante generando residuos de materia seca, materia no volátil y cenizas respectivamente.

En la tabla 4 se presentan los valores obtenidos en la determinación de porcentajes de humedad, volátiles y cenizas, además se obtuvo el porcentaje de carbono fijo por diferencia.

Tabla 4. Resultados de análisis proximal.

Muestras	% Humedad	% Volátiles	% Cenizas	% Carbono fijo
M 1	7.57	76.30	-	-
M 2	7.78	-	1.21	-
M 3	7.86	74.08	-	-
M 4	7.79	-	1.97	-
Promedios	7.75	75.19	1.59	15.47

Fuente: Elaboración propia.

El análisis proximal presentó 1.59 % en contenido de cenizas y un promedio de 15.47 % de carbono fijo, estas características físicas del precursor son factores determinantes para la producción de carbones activados, al comparar los resultados obtenidos por (Williams y Reed, 2003) en su análisis proximal al cáñamo obtuvieron parámetros de 7.7 % H – 74.9 % V – 1.6 % C y 15.8 % C_f, estos valores se asemejan a los determinados.

3.2 Carbones obtenidos

En la figura 1 se visualizan los subproductos pirolizados a partir del cáñamo.

Figura 1. Carbones obtenidos a partir del cáñamo.



Fuente: Elaboración propia.

Se obtuvieron dos tipos de carbón, para ello se pirolizaron residuos de cáñamo (tallos, ramas, espigas). Se sintetizó un tipo de carbón por activación con ácido fosfórico al 85 % y el otro sin activación para la comparativa de los estudios, la síntesis se desarrolló en atmosfera inerte de gas N₂, a temperaturas de 400 y 450 °C para la pirolización del biocarbón y del carbón activado respectivamente, el tiempo de carbonización fue de 1 hora, las muestras impregnadas con H₃PO₄ formaron aglutinamientos lo cual dio lugar a la formación de monolitos de carbón activado.

En la figura 2 se muestra los residuos de cáñamo sin activar y los activados bajo ellos están sus productos carbonizados.

Figura 2. Carbones obtenidos.



Fuente: Elaboración propia.

Donde A) es la muestra sin activar de cáñamo, B) es la muestra de cáñamo activada, C) es el bio-carbón obtenido de la pirolisis de la muestra sin activar, y D) es el monolito de carbón activado resultante de la pirolisis de la masa de cáñamo impregnada.

3.3 Caracterización química de los adsorbente

3.3.1 Determinación de grupos ácidos y básicos

Para la determinación de los grupos superficiales de los adsorbentes se empleó el método de titulación Boehm, el burbujeó de gas N₂ sirvió para expulsar el CO disuelto y el CO₂ presente en las muestras, las cantidades funcionales de ambos carbonos resultaron positivas esto indica que los grupos básicos están presentes en estas muestras (ácidos carboxílicos, lactonas y fenoles), los valores de los grupos ácidos resultaron negativos para ambos carbonos lo que indica ausencia de ellos, o que están presentes pero en cantidades muy pequeñas difíciles de cuantificar por volumetría.

En la tabla 5 se muestran los resultados obtenidos en la titulación por neutralización ácido base.

Tabla 5. Resultados de Titulación Boehm, método directo.

Adsorbente	Viraje (mL)	Alícuota (mL)	Grupos ácidos (mmol g ⁻¹)	Viraje (mL)	Alícuota (mL)	Grupos básicos (mmol g ⁻¹)
Bio-carbón de cáñamo	30.2	10	-5.05	3	20	8.5
Carbón activado de cáñamo	54.6	20	-4.325	3.7	10	6.3

Fuente: Elaboración propia.

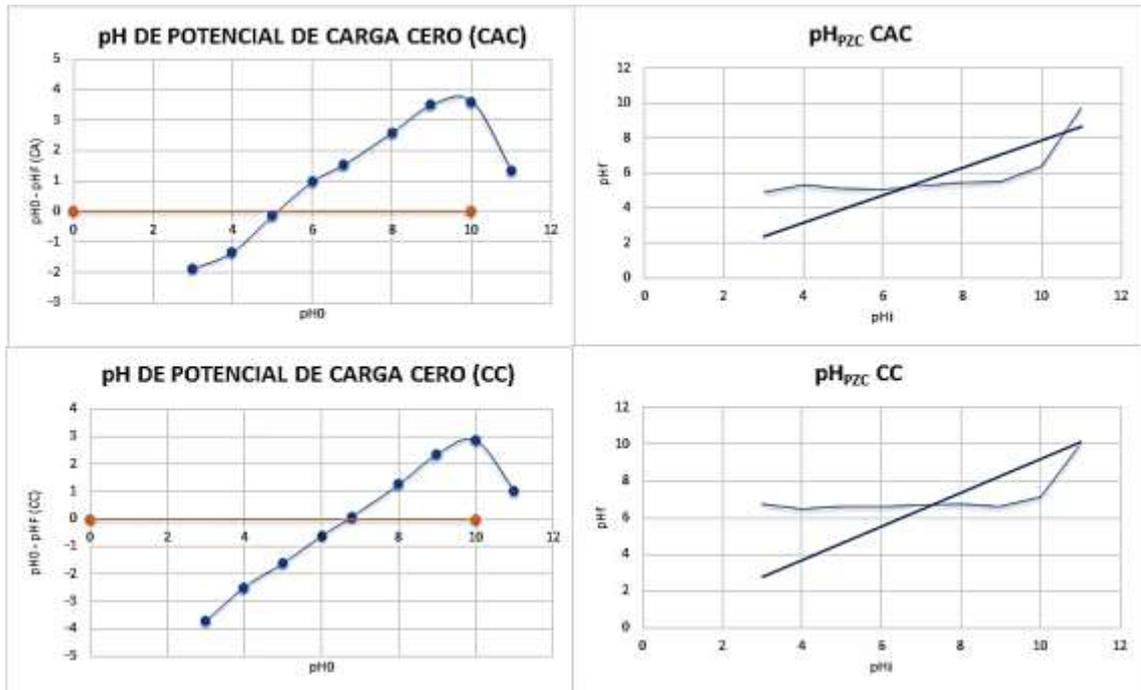
Los carbonos demostraron tener afinidad alcalina dado sus valores negativos en los caracteres ácidos, esto indica que no hay presencia tales grupos superficiales en la química superficial de los adsorbentes, otra estimación a considerar es que la sensibilidad del método no permita cuantificar o detectar los valores por volumetría, esto quiere decir que la disociación de los grupos ácidos, originan los aniones que atraen a los compuestos catiónicos hacia la superficie y agrietamientos de los adsorbentes. Los grupos ácidos del bio-carbón de cáñamo presentaron un valor de (-5.05 mmol/g) mientras que el carbón activado de cáñamo mostró un valor de (-4.325 mmol/g), por otro lado, los grupos básicos del bio-carbón de cáñamo presentaron (8.05 mmol/g) mientras el carbón activado de cáñamo reveló (6.3 mmol/g), estos datos indican que los grupos funcionales que predominan en los adsorbentes son los carboxílico, fenólico y lactónico, por tanto se deduce que son más aptos para atraer y captar partículas catiónicas debido a sus cargas.³³

3.3.2 Determinación del pH de potencial de carga cero

El pH de punto de carga cero (pH_{PZC}) es el valor de pH en que las interacciones en el adsorbente con las partículas de carga neta son cero.⁷

En la figura 3 el valor de pH_{PZC} indica el comportamiento de los adsorbentes ante el pH en el punto de intercepción de la línea independiente respecto al pHo.

Figura 3. Potencial de carga cero (pH_{PZC}) para carbón activado de cáñamo (CAC) y bio-carbón de cáñamo (CC).



Fuente: Elaboración propia.

Acorde a la figura 3 se logra apreciar que el pH_{PZC} para CAC está situado a un pH de 5, esto indica que el material adsorbente promueve la unión de iones negativos en valores de pH inferiores al pH_{PZC} puesto que el adsorbente tiene carga positiva en este rango, mientras que por encima del pH_{PZC} el adsorbente tiene carga negativa por ende se considera apto para cargas catiónicas, este razonamiento se basa en que las cargas iguales se repelen mientras que las opuestas se atraen. Para el adsorbente CC el pH_{PZC} está ubicado a un pH aproximado a 7, sosteniendo los mismos argumentos se aporta que el CC para atraer cargas catiónicas debe trabajar con pH superiores a 7⁵⁰.

3.4 Curva de calibración para estudios de adsorción

3.4.1 Barrido para azul de metileno

Se encontró la longitud de absorción máxima mediante las lecturas de las diluciones de azul de metileno concentradas a (1, 2, 4, 6, 8, y 10) mg /L.

En la tabla 6 se observa las lecturas de absorvancia realizadas por triplicado para el barrido de azul de metileno.

Tabla 6. Lectura de absorbancia para azul de metileno.

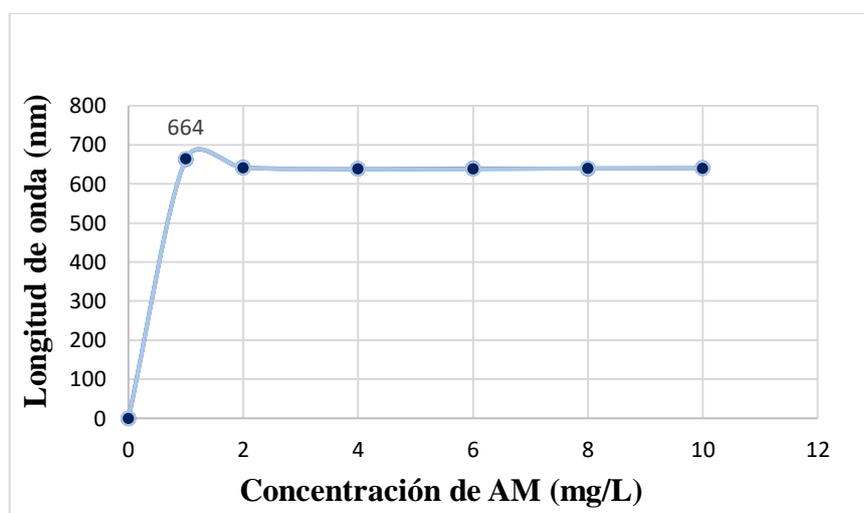
Co (mg/L)	A	B	C
0	0	0	0
1	663	663.5	664
2	641	642	641
4	638	639	639
6	639.5	638	638
8	639	640	639.5
10	639.5	640.5	639.5

Fuente: Elaboración propia.

Se midió por triplicado la absorbancia de las diluciones de azul de metileno obteniéndose una longitud de onda máxima de 664 (nm).

La figura 4 representa los picos de absorbancia determinados en el espectrofotómetro UV-VIS.

Figura 4. Longitud de onda máxima para azul de metileno.



Fuente: Elaboración propia.

La lectura de absorción máxima se presentó a una longitud de onda (λ) de 664 nm, dato que se empleó para el ajuste de la curva de calibración, este hallazgo coincide con lo previamente reportado.⁴⁸

Se calibró el UV-VIS a una longitud de onda de 664 nm, en la tabla 8 se puede visualizar las lecturas de absorbancia obtenidas de las diluciones de azul de metileno.

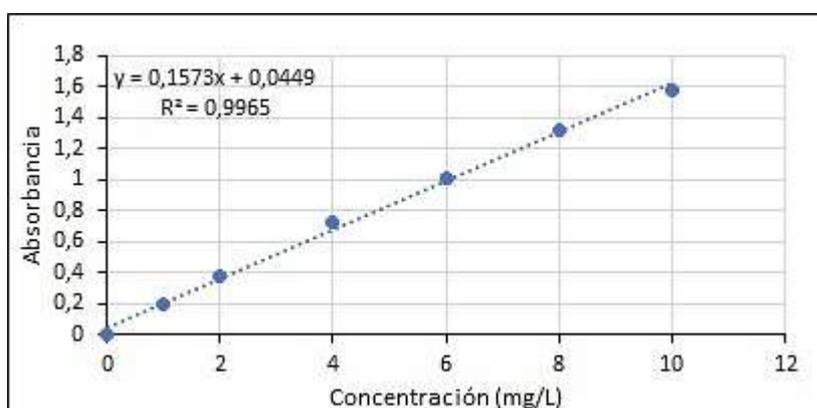
Tabla 7. Datos de absorbancia para curva de calibración de azul de metileno a (664 nm).

Co (mg/L)	A	B	C	Promedio	Desv. Stand.
0	0	0	0	0	0
1	0.186	0.188	0.2	0.19133333	0.007571878
2	0.376	0.367	0.396	0.37966667	0.014843629
4	0.702	0.731	0.73	0.721	0.016462078
6	1.028	0.975	1.016	1.00633333	0.027790886
8	1.318	1.327	1.308	1.31766667	0.009504385
10	1.583	1.568	1.568	1.573	0.008660254

Fuente: Elaboración propia.

Las lecturas de adsorbancia obtenidas permiten plantear la curva de calibración por medio de la gráfica de absorbancia vs concentración la cual se representa en la figura 5.

Figura 5. Resultados de la curva de calibración.



Fuente: Elaboración propia.

Por medio de este ensayo se obtienen los rangos para las lecturas de absorbancia y la ecuación de la recta que nos permite interpretar las lecturas de absorbancias como concentraciones reemplazando (λ) en la variable (y) se obtienen por despeje los valores de (x) que corresponden a las concentraciones.

Los valores de absorbancia que se registraron por encima del valor de la pendiente de la ecuación se les aplicó el factor de dilución hasta que su lectura de absorbancia se encontraba por debajo de ese valor. El valor para R^2 resultó ser muy favorable para el ajuste lineal.

3.5 Estudios de adsorción

3.5.1 Resultados del estudio para capacidad de adsorción de azul de metileno

El pH_{PZC} nos dio un estimado de pH para realizar un estudio de capacidad de adsorción, se empleó un pH de 8 dado que es ideal para ambos adsorbentes en soluciones catiónicas, acorde con el pH_{PZC} . Se preparó en tubos falcón diluciones de 25 mL a concentraciones de (50, 100, y 200) mg /L, se pesó 0.025 g de cada adsorbente para cada dilución, y se mantuvo en agitación constante durante 2 horas a 25°C. Se filtró y se registró las lecturas de absorbancias para identificar a que concentración presentan mejor remoción los adsorbentes. En la tabla 8 se observan los resultados de la concentración en equilibrio, retención y porcentaje de adsorción.

Tabla 8. Datos de estudio para remoción de concentración máxima.

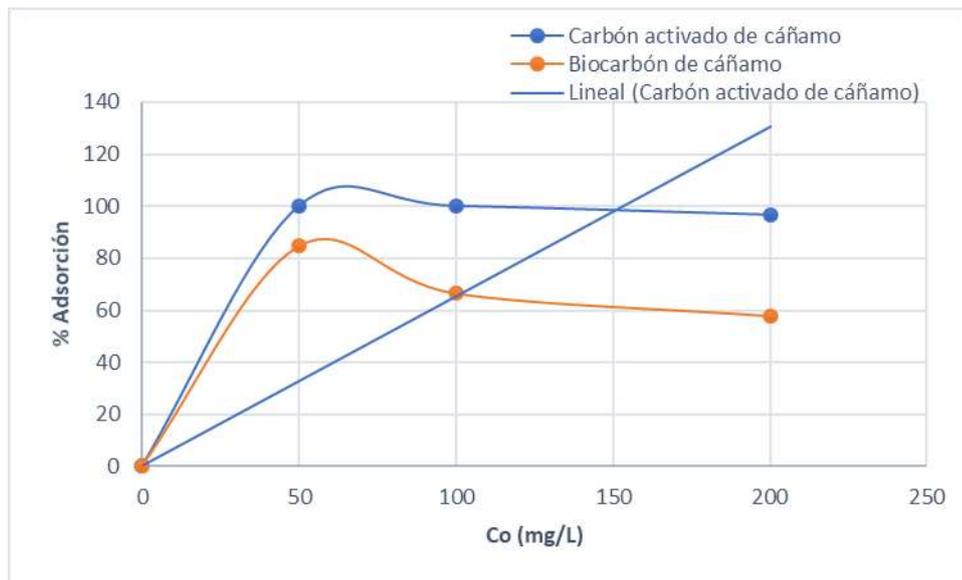
Muestra	Co (mg/L)	Abs. (y)	Ce (mg/L)	q (mg/g)	% Adsorción
CAC	50	0.045	0.000635728	49.99936427	99.99872854
	100	0.046	0.006993007	99.99300699	99.99300699
	200	1.106	6.745708837	193.2542912	96.62714558
CC	50	1.248	7.648442467	42.35155753	84.70311507
	100	2.24	33.55218767	66.44781233	66.44781233
	200	2.362	54.48318364	145.5168164	72.75840818

Fuente: Elaboración propia.

Estos datos permiten plantear la gráfica del comportamiento que presentan los adsorbentes a diferentes concentraciones y la determinación de su máxima capacidad de adsorción o remoción.

En la figura 6 se puede observar la relación de máxima adsorción que presentan las dos propuestas de adsorbentes, la gráfica relaciona los porcentajes de adsorción a diferentes concentraciones.

Figura 6. Comportamiento de los adsorbentes a diferentes concentraciones.



Fuente: Elaboración propia.

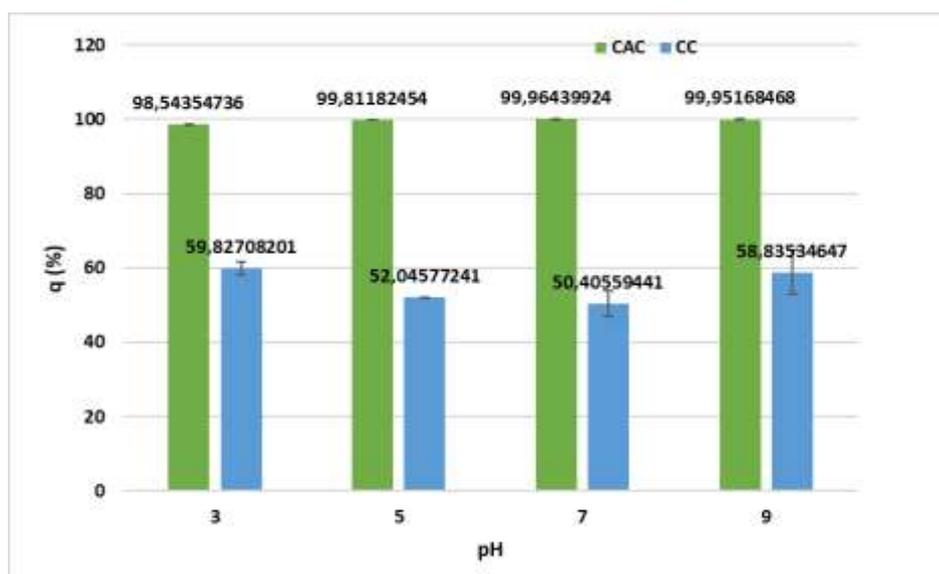
En la figura 6 podemos apreciar la tendencia de absorción del CAC respecto a la remoción de concentración máxima del CC, de este análisis se puede recatar que a una concentración de 100 (mg/L) el CAC y el CC presentan mayor remoción y esta concentración será la aplicada a la cinética de estudio y al estudio de pH.

3.5.2 Resultados del estudio de pH

Se estudió la influencia del pH sobre la capacidad de retención de los materiales adsorbentes, para ello se prepararon diluciones concentradas a 100 mg/L y se las ajustó a pH (3, 5, 7, y 9) para cada adsorbente, con esto se determinó que el pH más óptimo para la remoción de azul de metileno en CAC y en CC se encuentra entre 7 y 9, estos datos coinciden con el anterior estudio, donde se determinó que a un pH 8 y a 100 mg/L de concentración se obtuvieron porcentajes superiores a los rescatados en este estudio, coincidiendo con la literatura citada⁵⁰.

En la figura 7 se puede observar el comportamiento de los adsorbentes respecto a la variación de pH.

Figura 7. Estudio de pH.



Fuente: Elaboración propia.

El CAC presenta mayor porcentaje de adsorción a pH 7 y 9, este dato es coincidente con el estudio de máxima adsorción donde a un pH 8 se encontró un valor superior a los reportados en el estudio de pH, el CC presenta su valor más alto a un pH 3, sin embargo presenta características similares a pH entre 7 y 9, dato que también resultó coincidente al presentar mayor capacidad de adsorción a pH 8, acorde a los hallazgos previos y a lo ya referido.⁶

3.5.3 Resultados de isothermas en equilibrio

Se determinó las concentraciones en equilibrio (C_e) y la capacidad de remoción (q), se aplicaron los modelos de isothermas de Langmuir y Freundlich, el ajuste lineal (R^2) más adecuado para el CAC resultó ser el modelo de Freundlich y para el CC se ajustó más al modelo de Langmuir. Este estudio nos permitió ver la capacidad de adsorción de azul de metileno en soluciones acuosa empleando CAC y CC.

La tabla 9 presenta los resultados de concentración en equilibrio y remoción, obtenidos en las isothermas de adsorción.

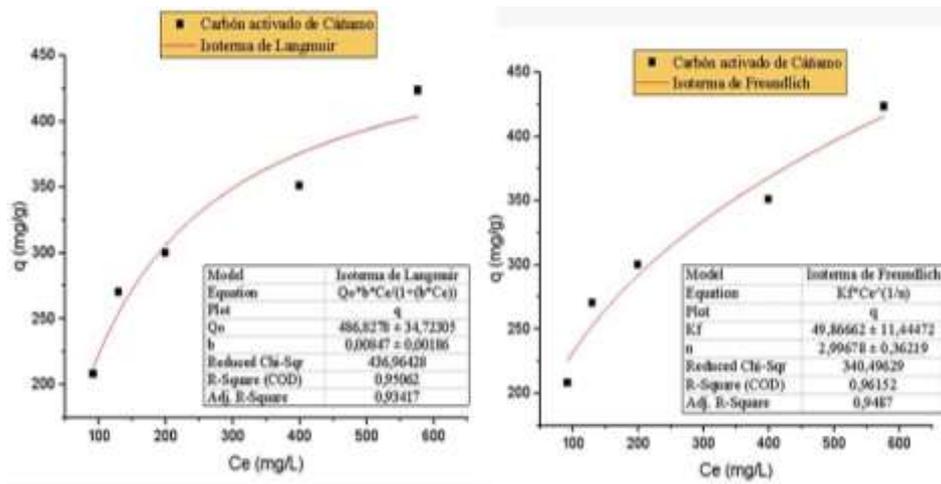
Tabla 9. Resultados de isotermas de adsorción.

Adsorbentes	Co (mg/L)	Ce (mg/L)	q (mg/g)
CAC	300	91.6287	208.37
	400	129.3986	270.60
	500	199.8194	300.18
	750	399.1659	350.83
	1000	576.3890	423.61
CC	300	240.6713	59.32
	400	321.2078	78.79
	500	425.7597	74.24
	750	663.394	86.60
	1000	919.3388	80.66

Fuente: Elaboración propia.

Los datos obtenidos de concentración en equilibrio y de remoción permitirán plantear los modelos matemáticos de Langmuir y Freundlich para las gráficas de las figuras 8 y 9.

Figura 8. Isotermas de Langmuir y Freundlich, para CAC.

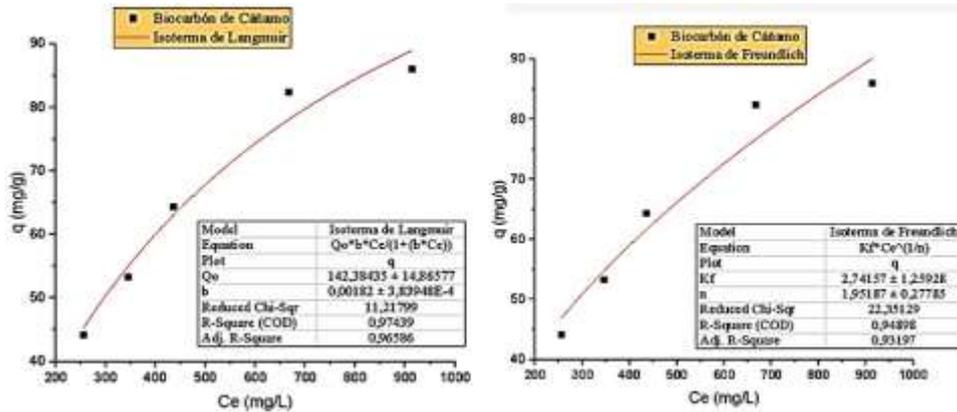


Model	Isoterma de Langmuir	Model	Isoterma de Freundlich
Equation	$Q_0 \cdot b \cdot C_e / (1 + (b \cdot C_e))$	Equation	$K_f \cdot C_e^{1/n}$
Plot	q	Plot	q
Qo	486,8278 ± 34,72305	Kf	49,86662 ± 11,44472
b	0,00847 ± 0,00186	n	2,99678 ± 0,36219
Reduced Chi-Sqr	436,96428	Reduced Chi-Sqr	340,49629
R-Square (COD)	0,95062	R-Square (COD)	0,96152
Adj. R-Square	0,93417	Adj. R-Square	0,9487

Fuente: Elaboración propia.

En la figura 8 se puede observar que el ajuste de correlación lineal para el carbón activado tiende más al modelado matemático de Freundlich con un $R^2 = 0.9615$, una cantidad de adsorción de 49.86 mg/g y la intensidad de adsorción fue de 2.99.

Figura 9. Isotermas de Langmuir y Freundlich, para CC.



Model	Isoterma de Langmuir
Equation	$Q_0 \cdot b \cdot C_e / (1 + b \cdot C_e)$
Plot	q
Qo	142,38435 ± 14,86577
b	0,00182 ± 3,83948E-4
Reduced Chi-Sqr	11,21799
R-Square (COD)	0,97439
Adj. R-Square	0,96586

Model	Isoterma de Freundlich
Equation	$K_f \cdot C_e^{(1/n)}$
Plot	q
Kf	2,74157 ± 1,25928
n	1,95187 ± 0,27785
Reduced Chi-Sqr	22,35129
R-Square (COD)	0,94898
Adj. R-Square	0,93197

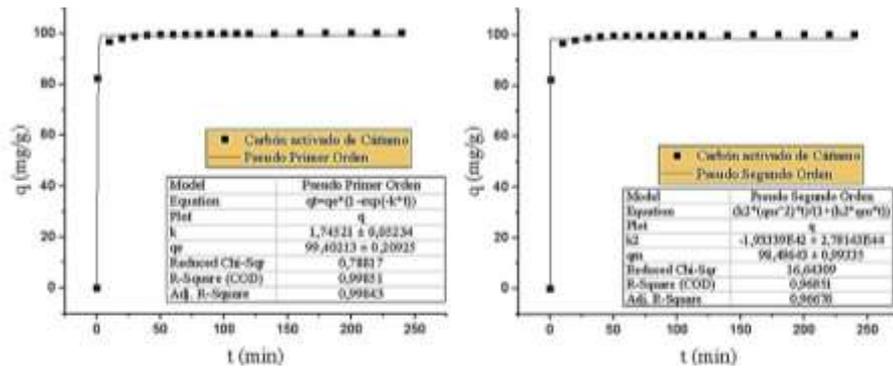
Fuente: Elaboración propia.

En la figura 9 se visualiza que el CC presenta un ajuste lineal mas adaptado al modelo de Langmuir con un $R^2 = 0.97439$, con capacidad maxima de adsorción de 142.38 g de azul de metileno por cada gramo empleado.

3.5.4 Resultados de estudios cinéticos

Se obtuvieron los datos de concentración en equilibrio y de adsorción en función del tiempo, los adsorbentes mostraron su efectividad y rápida acción en la remoción de soluciones catiónicas. El CAC presentó un porcentaje de remoción del 99.99 % con una efectividad de remoción inmediata respecto al tiempo, mientras que el CC presentó un porcentaje de remoción del 42 %, la cinética se realizó a una concentración de 100 mg/L. A partir de los datos de adsorción vs tiempo se planteo los modelos cinéticos PPO y PSO para CAC y CC, los planteamientos se visualizan en la figura 10 y 11.

Figura 10. Modelos cinéticos de PPO y de PSO para CAC.



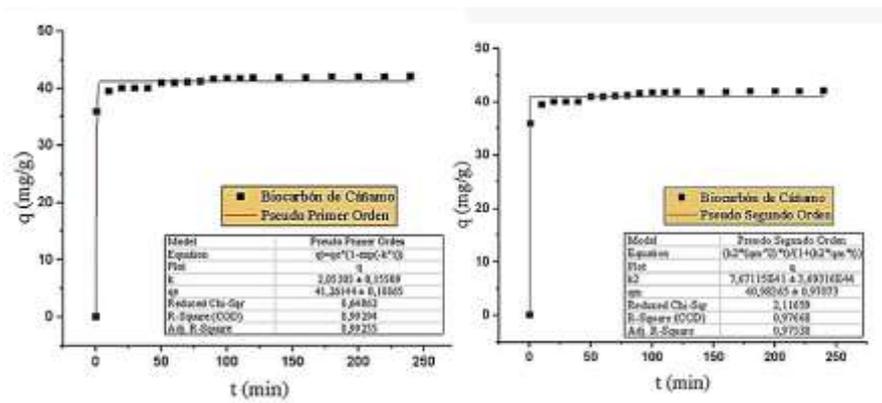
Model	Pseudo Primer Orden
Equation	$qt=qe*(1-\exp(-k*t))$
Plot	q
k	$1,74521 \pm 0,05234$
qe	$99,40213 \pm 0,20925$
Reduced Chi-Sqr	0,78817
R-Square (COD)	0,99851
Adj. R-Square	0,99843

Model	Pseudo Segundo Orden
Equation	$(k2*(qm^2)*t)/(1+(k2*qm*t))$
Plot	q
k2	$-1,93339E42 \pm 2,78143E44$
qm	$98,48643 \pm 0,99335$
Reduced Chi-Sqr	16,64309
R-Square (COD)	0,96851
Adj. R-Square	0,96676

Fuente: Elaboración propia.

En la figura 10 se puede observar que el índice de correlación lineal para el CAC se ajusta más a la cinética de PPO, para una máxima remoción de 99.4 % en 100mg/L de concentración.

Figura 11. Modelos cinéticos de PPO y de PSO para CC.



Model	Pseudo Primer Orden
Equation	$qt=qe*(1-\exp(-k*t))$
Plot	q
k	$2,05305 \pm 0,15509$
qe	$41,26144 \pm 0,18865$
Reduced Chi-Sqr	0,64062
R-Square (COD)	0,99294
Adj. R-Square	0,99255

Model	Pseudo Segundo Orden
Equation	$(k2*(qm^2)*t)/(1+(k2*qm*t))$
Plot	q
k2	$7,67115E41 \pm 3,69316E44$
qm	$40,98265 \pm 0,97073$
Reduced Chi-Sqr	2,11659
R-Square (COD)	0,97668
Adj. R-Square	0,97538

Fuente: Elaboración propia.

En la figura 11 se visualiza que el índice de correlación lineal para el CC se ajusta más al modelo cinético de PPO con un máximo de remoción del 41.2 % en 100 mg/L de concentración del analito.

Los hallazgos presentados en las isotermas de adsorción y en la cinética se presentan más óptimos que los ya referidos.⁹

3.6 Consumo de analito y adsorbentes en el estudio

Esta tabla 10 se representa el consumo total de la solución estándar (analito) y gasto total de adsorbentes (CAC y CC).

Tabla 10. Resultados de consumo de analito y adsorbentes en el estudio.

Estudios implementados	Solución patrón de AM (ml)	Carbón activado de cáñamo (g)	Carbón de cáñamo (g)
Curva de calibración	2.325	-----	
Potencial de carga cero	----	0.9	0.9
Titulación Boehm	----	0.5	0.5
Estudio de pH	40	0.2	0.2
Estudio de adsorción	17.5	0.075	0.075
Isotermas	295	0.25	0.25
Cinética	100	0.5	0.5
Gasto total	454.825	2.425	2.425

Fuente: Elaboración propia.

4. CONCLUSIONES

- La caracterización proximal del cáñamo (*Cannabis sativa* L.) mostró un contenido de 7.75 % para humedad, 15.45 % de carbono fijo, 1.59% de cenizas y 75.19 % para volátiles, indicándonos que es un precursor ideal para la conversión de carbones por su bajo contenido de cenizas y considerable valor porcentual de carbono fijo.
- Se logró la conversión de residuos de cáñamo en bio-carbón, y carbón activado con ácido fosfórico mediante tratamiento térmico a 400-450°C respectivamente durante 1 hora, en atmosfera inerte.
- La caracterización química de la superficie de los adsorbentes se realizó mediante titulación Boehm obteniéndose que los carbones presentan afinidad alcalina lo cual resulto favorable para este estudio, puesto que tienen la capacidad de atraer, adsorber y retener partículas catiónicas.
- Se determinó el punto de carga cero para el CAC a un pH 5 y para el CC a un pH aproximado a 7, esto significa que los carbones a pH inferiores al PZC captan iones negativos, mientras que por encima del valor de PZC retienen los iones catiónicos.
- El ajuste lineal de Freundlich el resultó ser el más adecuado para CAC con un R^2 de 0.96 y para CC se ajustó más al modelo de Langmuir con un R^2 de 0.97 valores que proponen una buena correlación de los datos experimentales obtenidos.
- Se emplearon los modelos cinéticos de PPO y PSO para ello el ajuste lineal más adecuado para CAC fue el modelo PSO mientras que el CC se ajustó más al modelo PPO.

- Este estudio cumplió el objetivo de valorar la transformación de residuos de cáñamo a carbón activado empleando activación química para ser aplicado en adsorción de soluciones colorantes de azul de metileno.
- El cáñamo (*Cannabis sativa* L.) resultó ser un precursor muy prometedor ideal para la preparación de carbones activados de calidad y podría ser empleado para tratar problemas de contaminación de efluentes por colorantes catiónicos.

5. RECOMENDACIONES

- Se debería aplicar más investigaciones a este precursor dado que es un material muy versátil que es considerado un residuo agroindustrial.
- Se exhorta la implementación de planes piloto para la investigación de los subproductos que pueden ser estudiados a partir de este precursor.
- Se recomienda la aplicación de licencias de grado investigativo en conjunto con la Institución para indagar más los campos de aprovechamiento de la química verde empleando este recurso desde su siembra, producción, e inclusive sus residuos derivados de su implementación.
- Comprometer a los organismos a cargo, ceder las licencias respectivas a nuestra Universidad para que pueda ser aplicada en las diferentes investigaciones de las facultades en sus campos de interés.
- Otra recomendación sería indagar en áreas de interés similar como los materiales de grafeno o los superconductores y súper acumuladores.
- Este campo a desarrollar a partir de este cultivo requiere toda un área como parte del desarrollo de la química verde.
- La aplicación de este estudio permitió el desarrollo de este material que es solo un aporte del amplio campo que ocupa en el área de la investigación de este recurso.

BIBLIOGRAFÍA

- (1) Rosas, J. M.; Bedia, J.; Rodríguez-Mirasol, J.; Cordero, T. HEMP-derived activated carbon fibers by chemical activation with phosphoric acid. *Fuel* **2009**, *88* (1), 19–26. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2008.08.004>.
- (2) Sundriyal, S.; Shrivastav, V.; Pham, H. D.; Mishra, S.; Deep, A.; Dubal, D. P. Advances in bio-waste derived activated carbon for supercapacitors: Trends, challenges and prospective. *Resour. Conserv. Recycl.* **2021**, *169* (December 2020). <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2021.105548>.
- (3) Zubir, M. H. M.; Zaini, M. A. A. Twigs-derived activated carbons via H₃PO₄/ZnCl₂ composite activation for methylene blue and congo red dyes removal. *Sci. Rep.* **2020**, *10* (1), 1–17. <https://doi.org/10.1038/s41598-020-71034-6>.
- (4) Zhang, J.; Gao, J.; Chen, Y.; Hao, X.; Jin, X. Characterization, preparation, and reaction mechanism of hemp stem based activated carbon. *Results Phys.* **2017**, *7*, 1628–1633. <https://doi.org/10.1016/j.rinp.2017.04.028>.
- (5) Alcañiz-Monge, J.; Román-Martínez, M. D. C.; Lillo-Ródenas, M. Á. Chemical Activation of Lignocellulosic Precursors and Residues: What Else to Consider? *Molecules* **2022**, *27* (5). <https://doi.org/10.3390/molecules27051630>.
- (6) Daza Barranco, L. M.; Orrego M., J. F.; Fernández Hincapie, J. J. Preparación y Caracterización de Carbones Activados a partir de un Carbón Mineral de la Cuenca del Cesar (Colombia). *Rev. Politécnica* **2018**, *14* (26), 75–88. <https://doi.org/10.33571/rpolitec.v14n26a7>.
- (7) Viscusi, G.; Lamberti, E.; Gorrasi, G. Design of sodium alginate/soybean extract beads loaded with hemp hurd and halloysite as novel and sustainable systems for methylene blue adsorption. *Polym. Eng. Sci.* **2022**, *62* (1), 129–144. <https://doi.org/10.1002/pen.25839>.
- (8) Branca, C.; Di Blasi, C.; Galgano, A. Experimental analysis about the exploitation of industrial hemp (*Cannabis sativa*) in pyrolysis. *Fuel Process. Technol.* **2017**, *162*, 20–29. <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2017.03.028>.
- (9) Yang, R.; Liu, G.; Xu, X.; Li, M.; Zhang, J.; Hao, X. Surface texture, chemistry

- and adsorption properties of acid blue 9 of hemp (*Cannabis sativa* L.) bast-based activated carbon fibers prepared by phosphoric acid activation. *Biomass and Bioenergy* **2011**, *35* (1), 437–445. <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2010.08.061>.
- (10) Maniscalco, M. P.; Volpe, M.; Messineo, A. Hydrothermal carbonization as a valuable tool for energy and environmental applications: A review. *Energies* **2020**, *13* (15). <https://doi.org/10.3390/en13164098>.
- (11) Fassio, A.; Rodríguez, M. J.; Ceretta, S. Cáñamo (*Cannabis sativa* L.). *Uruguay INIA* **2013**, *103*, 96.
- (12) Parvez, A. M.; Lewis, J. D.; Afzal, M. T. Potential of industrial hemp (*Cannabis sativa* L.) for bioenergy production in Canada: Status, challenges and outlook. *Renew. Sustain. Energy Rev.* **2021**, *141* (August 2019), 110784. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2021.110784>.
- (13) ARCSA (Agencia Nacional de Regulación y Control Sanitario). *Resolucion-ARCSA-DE-002-2021-MAFG_Normativa-Tecnica-Sanitaria-para-la-regulacion-y-control-de-productos-terminados-de-uso-y-consumo-humano-que-contengan-Cannabis-No-Psicoactivo-o-Canamo*; 2021; Vol. 3.
- (14) Izzo, L.; Pacifico, S.; Piccolella, S.; Castaldo, L.; Narváez, A.; Grosso, M.; Ritieni, A. Chemical analysis of minor bioactive components and cannabidiolic acid in commercial hemp seed oil. *Molecules* **2020**, *25* (16). <https://doi.org/10.3390/molecules25163710>.
- (15) Morin-Crini, N.; Loiacono, S.; Placet, V.; Torri, G.; Bradu, C.; Kostić, M.; Cosentino, C.; Chanet, G.; Martel, B.; Lichtfouse, E.; Crini, G. Hemp-based adsorbents for sequestration of metals: a review. *Environ. Chem. Lett.* **2019**, *17* (1), 393–408. <https://doi.org/10.1007/s10311-018-0812-x>.
- (16) de Vega, A.; Ligeró, P. Formosolv fractionation of hemp hurds. *Ind. Crops Prod.* **2017**, *97*, 252–259. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2016.12.021>.
- (17) Thurman, E. M. *Analysis of terpenes in hemp (Cannabis sativa) by gas chromatography/mass spectrometry: Isomer identification analysis*, 1a ed.; Elsevier B.V., 2020; Vol. 90. <https://doi.org/10.1016/bs.coac.2020.04.013>.
- (18) Diakité, M. S.; Lenormand, H.; Lequart, V.; Arufe, S.; Martin, P.; Leblanc, N. Cell

- wall composition of hemp shiv determined by physical and chemical approaches. *Molecules* **2021**, *26* (21). <https://doi.org/10.3390/molecules26216334>.
- (19) Shen, P.; Gao, Z.; Fang, B.; Rao, J.; Chen, B. Ferreting out the secrets of industrial hemp protein as emerging functional food ingredients. *Trends Food Sci. Technol.* **2021**, *112* (March), 1–15. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2021.03.022>.
- (20) John, C. B.; Solamalai, A. R.; Jambulingam, R.; Balakrishnan, D. Estimation of fuel properties and characterization of hemp biodiesel using spectrometric techniques. *Energy Sources, Part A Recover. Util. Environ. Eff.* **2020**, *00* (00), 1–18. <https://doi.org/10.1080/15567036.2020.1842559>.
- (21) Moscariello, C.; Matassa, S.; Esposito, G.; Papirio, S. From residue to resource: The multifaceted environmental and bioeconomy potential of industrial hemp (*Cannabis sativa* L.). *Resour. Conserv. Recycl.* **2021**, *175* (September), 105864. <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2021.105864>.
- (22) Espinosa-Jovel, C. Cannabinoids in epilepsy: clinical efficacy and pharmacological considerations. *Neurol. (English Ed.)* **2021**, Núm. xxxx. <https://doi.org/10.1016/j.nrleng.2020.02.012>.
- (23) Fuentes Pérez, E. M.; Acurio-Arcos, L. P. El Cañamo (*Cannabis sativa* L.) para uso industrial y farmacéutico: una visión desde la industria alimentaria. *CienciAmérica* **2020**, *9* (4), 7. <https://doi.org/10.33210/ca.v9i4.350>.
- (24) Vandepitte, K.; Vasile, S.; Vermeire, S.; Vanderhoeven, M.; Van der Borght, W.; Latré, J.; De Raeve, A.; Troch, V. Hemp (*Cannabis sativa* L.) for high-value textile applications: The effective long fiber yield and quality of different hemp varieties, processed using industrial flax equipment. *Ind. Crops Prod.* **2020**, *158* (June). <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2020.112969>.
- (25) Hernández-Zamora, M. F.; Jiménez-Martínez, S. I.; Sánchez-Monge, J. I. Materiales alternativos como oportunidad de reducción de impactos ambientales en el sector construcción. *Rev. Tecnol. en Marcha* **2021**, *34*, 3–10. <https://doi.org/10.18845/tm.v34i2.4831>.
- (26) Liu, S.; Ge, L.; Gao, S.; Zhuang, L.; Zhu, Z.; Wang, H. Activated carbon derived from bio-waste hemp hurd and retted hemp hurd for CO₂ adsorption. *Compos. Commun.* **2017**, *5* (May), 27–30. <https://doi.org/10.1016/j.coco.2017.06.002>.

- (27) Othmani, A.; John, J.; Rajendran, H.; Mansouri, A.; Sillanpää, M.; Velayudhaperumal Chellam, P. Biochar and activated carbon derivatives of lignocellulosic fibers towards adsorptive removal of pollutants from aqueous systems: Critical study and future insight. *Sep. Purif. Technol.* **2021**, *274* (March). <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2021.119062>.
- (28) González-García, P. Activated carbon from lignocellulosics precursors: A review of the synthesis methods, characterization techniques and applications. *Renew. Sustain. Energy Rev.* **2018**, *82* (xxxx), 1393–1414. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2017.04.117>.
- (29) Lobato-Peralta, D. R.; Duque-Brito, E.; Ayala-Cortés, A.; Arias, D. M.; Longoria, A.; Cuentas-Gallegos, A. K.; Sebastian, P. J.; Okoye, P. U. Advances in activated carbon modification, surface heteroatom configuration, reactor strategies, and regeneration methods for enhanced wastewater treatment. *J. Environ. Chem. Eng.* **2021**, *9* (4). <https://doi.org/10.1016/j.jece.2021.105626>.
- (30) Wong, S.; Ngadi, N.; Inuwa, I. M.; Hassan, O. Recent advances in applications of activated carbon from biowaste for wastewater treatment: A short review. *J. Clean. Prod.* **2018**, *175*, 361–375. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2017.12.059>.
- (31) Heidarinejad, Z.; Dehghani, M. H.; Heidari, M.; Javedan, G.; Ali, I.; Sillanpää, M. Methods for preparation and activation of activated carbon: a review. *Environ. Chem. Lett.* **2020**, *18* (2), 393–415. <https://doi.org/10.1007/s10311-019-00955-0>.
- (32) Paredes-Celi, J. A.; Romero-Rincón, L. M.; De Bedout-Ordóñez, J. D.; Bernal-Ruíz, C. M. Análisis próximos y petrografía orgánica del carbón de la formación Los Cuervos en el sector de Chucarima (Chitagá, Norte de Santander) Colombia. *Boletín Ciencias la Tierra* **2019**, Núm. 45, 34–40. <https://doi.org/10.15446/rbct.n45.76114>.
- (33) Goertzen, S. L.; Thériault, K. D.; Oickle, A. M.; Tarasuk, A. C.; Andreas, H. A. Standardization of the Boehm titration. Part I. CO₂ expulsion and endpoint determination. *Carbon N. Y.* **2010**, *48* (4), 1252–1261. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2009.11.050>.
- (34) Fiol, N.; Villaescusa, I. Determination of sorbent point zero charge: Usefulness in sorption studies. *Environ. Chem. Lett.* **2009**, *7* (1), 79–84.

<https://doi.org/10.1007/s10311-008-0139-0>.

- (35) Bakatula, E. N.; Richard, D.; Neculita, C. M.; Zagury, G. J. Determination of point of zero charge of natural organic materials. *Environ. Sci. Pollut. Res.* **2018**, *25* (8), 7823–7833. <https://doi.org/10.1007/s11356-017-1115-7>.
- (36) Myers, R. J. One-hundred years of pH. *J. Chem. Educ.* **2010**, *87* (1), 30–32. <https://doi.org/10.1021/ed800002c>.
- (37) Foo, K. Y.; Hameed, B. H. Insights into the modeling of adsorption isotherm systems. *Chem. Eng. J.* **2010**, *156* (1), 2–10. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2009.09.013>.
- (38) Carrilo, H.; Martínez, D.; Llive, W.; Yanez, E.; Gavilanez, T.; Dieguez, K. . Estudio de la adsorción de azul de metileno en medio acuoso mediante el uso de cáscara de yuca “Manihot esculenta” como bioadsorbente. *UTCiencia* **2018**, *5* (3), 174–187.
- (39) Kong, J.; Yue, Q.; Huang, L.; Gao, Y.; Sun, Y.; Gao, B.; Li, Q.; Wang, Y. Preparation, characterization and evaluation of adsorptive properties of leather waste based activated carbon via physical and chemical activation. *Chem. Eng. J.* **2013**, *221*, 62–71. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2013.02.021>.
- (40) Lapo, B.; Demey, H.; Carchi, T.; Sastre, A. M. Antimony removal from water by a chitosan-iron(III)[ChiFer(III)] biocomposite. *Polymers (Basel)*. **2019**, *11* (2), 1–14. <https://doi.org/10.3390/polym11020351>.
- (41) Avila-Camacho, F. J.; Moreno-Villalba, L. M.; Cerón-Montes, G. I.; Garrido-Hernández, A.; Cardoso-Chávez, C. A.; Pacheco-Piña, C. J. Diseño de un espectrofotómetro UV-VIS de bajo costo para la industria bioquímica: Una Revisión. *Pädi Boletín Científico Ciencias Básicas e Ing. del ICBI* **2021**, *9* (Especial2), 19–28. <https://doi.org/10.29057/icbi.v9iEspecial2.7788>.
- (42) Corrales Ramírez, L. C.; Caycedo Lozano, L. Principios físicoquímicos de los colorantes utilizados en microbiología Principios físicoquímicos de los colorantes. *Nova* **2020**, *18* (33), 73–100. <https://doi.org/10.22490/24629448.3701>.
- (43) Zamora, C.; J. Sosa, A.; Lozano, T.; Garcia, R.; García, A.; Morales Zamudio, L.; Lopez, E.; Flores, S.; A. Guerrero, C.; Barragan, R. Adsorción de azul de metileno usando un óxido de grafeno purificado. *Quim. Hoy* **2019**, *9* (2), 7.

<https://doi.org/10.29105/qh9.2-252>.

- (44) Liu, B.; Du, C.; Chen, J. J.; Zhai, J. Y.; Wang, Y.; Li, H. L. Preparation of well-developed mesoporous activated carbon fibers from plant pulp fibers and its adsorption of methylene blue from solution. *Chem. Phys. Lett.* **2021**, *771* (February). <https://doi.org/10.1016/j.cplett.2021.138535>.
- (45) Dizbay-Onat, M.; Vaidya, U. K.; Balanay, J. A. G.; Lungu, C. T. Preparation and characterization of flax, hemp and sisal fiber-derived mesoporous activated carbon adsorbents. *Adsorpt. Sci. Technol.* **2018**, *36* (1–2), 441–457. <https://doi.org/10.1177/0263617417700635>.
- (46) Wang, P.; Gong, Z.; Ye, K.; Gao, Y.; Zhu, K.; Yan, J.; Wang, G.; Cao, D. N-rich biomass carbon derived from hemp as a full carbon-based potassium ion hybrid capacitor anode. *Appl. Surf. Sci.* **2021**, *553* (December 2020). <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2021.149569>.
- (47) Marrot, L.; Candelier, K.; Valette, J.; Lanvin, C.; Horvat, B.; Legan, L.; DeVallance, D. B. Valorization of Hemp Stalk Waste Through Thermochemical Conversion for Energy and Electrical Applications. *Waste and Biomass Valorization* **2022**, *13* (4), 2267–2285. <https://doi.org/10.1007/s12649-021-01640-6>.
- (48) Muñoz, A.; Adame, R.; Limón, P.; Sandoval, I. Determinación del valor de sorción de azul de metileno para fillers mediante la técnica de espectrofotometría visible. *Rioc* **2016**, *6* (2016), 16–21.
- (49) Aranguri-Llerena, G.; Reyes-Lázaro, W. Adsorption of cyanide contained in aqueous solution using activated carbon obtained from coffee residue: Absorption efficiency, equilibrium and kinetic model. *Sci. Agropecu.* **2019**, *10* (3), 315–325. <https://doi.org/10.17268/sci.agropecu.2019.03.01>.
- (50) Castellar, G.; Angulo, E.; Zambrano, A.; Charris, D. Equilibrio de adsorción del colorante azul de metileno sobre carbón activado. *Rev. U.D.C.A Actual. Divulg. Científica* **2013**, *16* (1), 263–271. <https://doi.org/10.31910/rudca.v16.n1.2013.882>.

ANEXOS

Anexo 1. Residuos de cáñamo (tallos, ramas y espigas)



Anexo 2. Precursor cortado en trozos de 1-2 cm y pesado



Anexo 3. Lavado del precursor con agua destilada



Anexo 4. Muestras desecadas para realizar estudio de % de humedad



Anexo 5. Muestras sometidas a análisis Proximal



Anexo 6. Impregnación por inmersión de H_3PO_4 al 85%



Anexo 7. Filtrado después de la inmersión del precursor



Anexo 8. Medición de pH a la solución de H_3PO_4 post filtrado



Anexo 9. Carbón activado a 450 °C



Anexo 10. Monolito de carbón activado de cáñamo



Anexo 11. Implementación para Titulación Boehm



Anexo 12. Viraje para Titulación ácido base por neutralización, método directo



Anexo 13. Lavado y filtrado de Biocarbón de cáñamo



Anexo 14. Plancha de agitación



Anexo 15. Tubos Falcon de 25 ml



Anexo 16. Papel filtro Macherey- Nagel de 125mm



Anexo 17. Carbón activado de cáñamo vs Biocarbón de cáñamo



Anexo 18. Horno tubular tipo mufla horizontal con tubo de cuarzo



Anexo 19. Team Carbon_Foams

