

---

## Obtención y caracterización de un compuesto de carbón activado y una nanoaleación de Fe/Cu como adsorbente

J. Trujillo-Reyes<sup>\*</sup>, V. Sánchez-Mendieta, A. Colín-Cruz, R.A. Morales-Luckie

Facultad de Química, Universidad Autónoma del Estado de México (UAEM); Paseo Colón, esquina con Paseo Tollocan S/N.

Recibido 22 mayo 2007, revisado 12 septiembre 2007, aceptado 10 noviembre 2007

---

*Collection and characterization of a composite PAC and nanoalloy fe/ cu as adsorbent*

### Abstract

At the moment, the problem of the pollution of the water affects the world-wide population. The removal of industrial residual water polluting agents requires of special and advanced treatments; that is the reason why the interest of finding better ways and efficient low-cost materials that allow the removal of chemical substances of water has been growing, in order to decrease the generated environmental impact; it is here where the adsorbent materials play a very important role in the contaminated water purification.

The composite that was prepared with activated carbon from the residual sludge pyrolysis and a nanoalloy of Fe/Cu, together with raw materials were characterized by SEM (scanning electronic microscopy) for the determination of the structure and morphology, EDS (energy dispersion spectroscopy) for elementary analysis of the activated carbon and the nanoalloy separately as well as the composite, and dispersion of light to know the particle size of all the materials. The results obtained by SEM were the expected ones since a very porous material with a particle size of 100 nm approximately is observed in the micrographs and in the spectrum of energies of the elements in the activated carbon sample it is verified that the most abundant element is carbon, with an average of 57,82 % in weight, followed by oxygen with 23,78 %, then silicon with 8,87 % and different metals in low concentrations like iron, chromium and titanium; nevertheless, in the composite analysis, the abundant signals of Fe and Cu were observed.

*Key words:* activated carbon, sewage sludge, adsorbent materials, metallic nanoalloys

### Resumen

Actualmente, el problema de la contaminación del agua afecta a la población mundial. La remoción de contaminantes de aguas residuales industriales requiere de tratamientos especiales y avanzados; por lo que ha ido creciendo el interés por encontrar mejores maneras y nuevos materiales eficientes y de bajo costo que permitan la remoción de sustancias químicas del medio acuoso logrando minimizar el impacto ambiental generado; es aquí donde los materiales adsorbentes juegan un papel muy importante en cuanto a purificación de aguas contaminadas.

El compuesto que se preparó con carbón activado proveniente de la pirólisis de lodos residuales y una nanoaleación de Fe/Cu, el cuál junto con las materias primas, se caracterizaron por MEB (microscopía electrónica de barrido) para la determinación de la estructura y morfología, EDS (espectrometría de dispersión de energía) para análisis elemental tanto del carbón activado y la nanoaleación por separado así como del compuesto, y dispersión de luz para conocer el tamaño de partícula de todos los materiales. Los resultados obtenidos por MEB fueron los esperados ya que en las micrografías se observa un material muy poroso con un tamaño de partícula de 100 nm aproximadamente y en el espectro de energías de los elementos presentes en la muestra de carbón activado se verifica que el elemento más abundante es el carbono, con un promedio del 57.82 % en peso, seguido por el oxígeno con 23.78 %, después el silicio con 8.87 % y trazas de

---

\* Autor de correspondencia  
E-mail: quixojess@yahoo.com.mx

metales como hierro, cromo y titanio; sin embargo, en el análisis hecho al compuesto se observaron las señales abundantes de Fe y Cu.

*Palabras Claves:* carbón activado, lodos residuales, materiales adsorbentes, nanoaleaciones metálicas

## Introducción

Se sabe que las industrias generan aguas residuales contaminadas, y la cantidad de agua empleada varía, dependiendo del proceso y del equipamiento utilizado por cada planta industrial. Existen varios métodos para remover contaminantes del medio acuoso, tales como la degradación microbiana, sedimentación, neutralización, ozonización, coagulación, métodos electroquímicos, dilución, filtración, etc. Sin embargo, todos estos métodos han tenido limitaciones y ha ido creciendo el interés por encontrar mejores maneras y nuevos materiales eficientes y de bajo costo que permitan la remoción de sustancias químicas del medio acuoso logrando minimizar el impacto ambiental generado; es aquí donde los materiales adsorbentes juegan un papel muy importante en cuanto a purificación de aguas contaminadas.

Igualmente, los procesos de producción de las industrias generan lodos residuales; estos productos de desecho requieren ser tratados o depositados en un lugar adecuado, debido a que la presencia de sales, metales pesados, materia orgánica, colorantes y otros compuestos ocasionan daños tanto al ambiente como a la salud de los seres vivos. Sin embargo, son una alternativa para el tratamiento de aguas residuales, ya que la cantidad no es una limitante, sino más bien un problema debido a su exceso, por lo que se tiene una oportunidad económica interesante en su aprovechamiento. Por otra parte, al darle valor a este desecho, se evitaría que su disposición se hiciera de manera inadecuada, acarreado graves problemas para el ambiente.

Por otro lado, el empleo de sistemas a nanoescala, son actualmente un área de investigación importante debido a sus diversas aplicaciones en ciencia y tecnología, ya que son agregados de un pequeño número de átomos, son reactivas y tienen una alta área superficial; por lo que la nanotecnología tiene aplicación en diferentes campos, entre los que destacan los materiales, la electrónica, la biomedicina y la energía. Se han utilizado como catalizadores o reductores de colorantes, materiales con una dureza y resistencia mucho más alta, ordenadores mucho más veloces y

de mayor capacidad, entre otros. El objetivo del presente trabajo es la obtención y caracterización de un material compuesto de carbón activado y una nanoaleación de Fe/Cu para su utilización como adsorbente en el tratamiento de aguas residuales.

## Material y métodos

Se sabe que una de las etapas de un proceso de purificación de aguas residuales, consiste en la remoción del contenido de sólidos en el agua tratada. Dicha remoción se lleva a cabo mediante un proceso físico, químico o microbiológico, el cual ocasiona la aglutinación y sedimentación de los sólidos disueltos en el agua, al sedimentarse forman lodos que tienen un alto contenido de humedad, gran cantidad de materia orgánica y nutrientes como nitrógeno y fósforo, en ocasiones se encuentran metales pesados que se presentan en concentraciones bajas si proceden de aguas residuales domésticas y en concentraciones altas en aguas residuales industriales; por lo que el destino definitivo de los lodos es importante.

El carbón activado se obtuvo a partir de un tratamiento térmico llamado pirólisis y se realizó con lodos residuales de RECICLAGUA S.A. de C.V., la cuál es una planta de tratamiento de aguas residuales industriales ubicada en el Parque Industrial Toluca-Lerma en el municipio de Lerma, Estado de México.

Antes de iniciar el proceso térmico, primeramente se eliminó el exceso de agua mediante un secado al sol en una plataforma de concreto colocando el lodo sobre una cubierta plástica durante 15 días a una temperatura promedio de 22.5 °C. Posterior a esto, se adicionaron aproximadamente 500 g de lodo en un reactor construido en lámina de acero inoxidable, al cual se acopló un tubo del mismo material, una salida para gases mediante un refrigerante y un codo de vidrio; el refrigerante se conectó a un sistema de enfriamiento para mantener la temperatura a 10 °C ± 0.1 °C. Una vez cargado el reactor, se metió a la mufla a una temperatura de 500 °C durante un tiempo de una hora + 15 min. Después del tratamiento térmico de los lodos residuales, las cenizas obtenidas se tamizaron hasta

tener un tamaño entre 20 y 40 mesh que corresponde a un diámetro de partícula de 0.42 a 0.84 mm, debido a que el carbón activado comercial posee dicho tamaño y servirá a manera de comparación. Terminado esto, el carbón activado se lavó con una solución de HCl al 5 % y se dejó secar en una estufa a 60 °C durante 5 días.

Por otro lado, la preparación del compostito se realizó in situ, es decir, en un vaso de precipitados se adicionaron soluciones de  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  y  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , y con agitación constante a esta mezcla se le agregó el carbón activado obtenido de la pirólisis, ajustando el pH a 7 con NaOH 1 M; finalmente se llevó a cabo la reducción utilizando  $\text{NaBH}_4$ , dejando en agitación durante un minuto. El precipitado formado se filtró al vacío lavando de dos a tres veces con agua desionizada, y por último con acetona para desplazar el agua y se colocó en viales. Para la caracterización de los materiales se utilizaron diversas técnicas instrumentales, como MEB de alto vacío para la determinación de la estructura y morfología tanto de las materias primas como del compuesto, EDS para análisis elemental y dispersión de luz para conocer el tamaño de partícula de los materiales.

### Resultados y discusión

A continuación se muestran los resultados obtenidos con la microscopía electrónica de barrido de alto vacío (MEB) para las materias primas y el

composito Finalmente se muestran los resultados obtenidos por dispersión de luz para conocer el tamaño de partícula de cada uno de los materiales.

Posteriormente se muestran los espectros obtenidos por la espectrometría de dispersión de energía (EDS), así como la tabla donde se observa la composición elemental para cada uno de los materiales; en por ciento en peso y por ciento atómico.

Con respecto a las micrografías mostradas anteriormente se debe aclarar que se utilizaron electrones retrodispersados debido a que se quería una imagen en la que se pudiera observar además de la información topográfica, la elevación del contraste de las profundidades del material, por lo que se recubrió la muestra con una capa delgada de oro y se utilizó un voltaje de 25 KV.

En la fig. 1 se presenta la nanoaleación de Fe/Cu a 10000 x donde se pueden observar partículas aglomeradas, creando macroporos y mesoporos, sin embargo al hacer la medición conforme a la escala presentada, se verifica que las partículas miden aproximadamente de 70 a 100 nm, por lo que efectivamente se le puede llamar nanoaleación. Igualmente en la fig. 2 se muestra el espectro obtenido del análisis elemental por dispersión de energía de Rayos X para la misma muestra y se puede observar que efectivamente se encuentran los metales Fe y Cu en la estructura del carbón activado. Cabe resaltar que esta medición se realizó por triplicado analizando tres diferentes zonas a 500

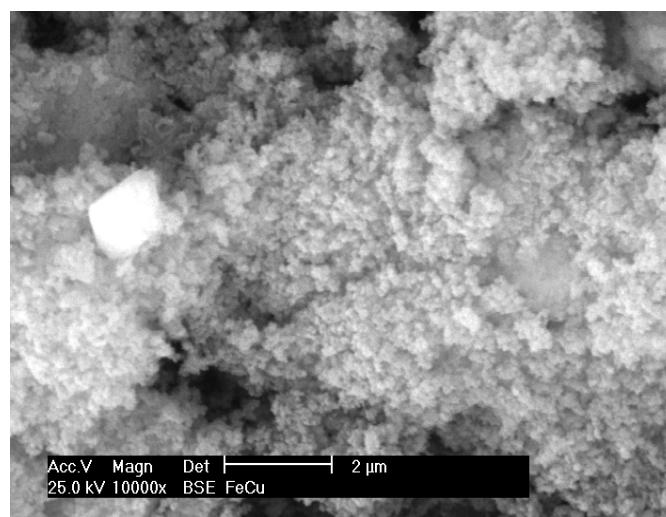


Figura 1. Micrografía de la nanoaleación de Fe/Cu, tomada con electrones retrodispersados, a 10000 x y 25 kV de voltaje.

X, por lo que en la tabla 1 se presenta el promedio de los porcentajes tanto en peso como atómico para los diferentes elementos analizados. Por otra parte, en la fig. 3 se presenta una gráfica donde se puede verificar que el tamaño de partícula promedio de las nanopartículas metálicas efectivamente oscila en  $0.0733 \mu\text{m}$ , que equivalen a  $73.3 \text{ nm}$ . Continuando con los resultados obtenidos para el carbón activado obtenido bajo el tratamiento térmico, se presenta en la fig. 4 una micrografía a

las mismas condiciones que la de la nanoaleación metálica. En dicha figura se puede observar que se trata de un material poroso y heterogéneo en cuanto a composición ya que se puede afirmar mediante el análisis elemental que existen diversos elementos como carbono, oxígeno, silicio, en su mayor proporción y trazas de metales como el cromo, titanio, sodio, entre otros. En la fig. 5 se presenta la gráfica que relaciona el número de partículas con su respectivo tamaño; por lo que se observa que

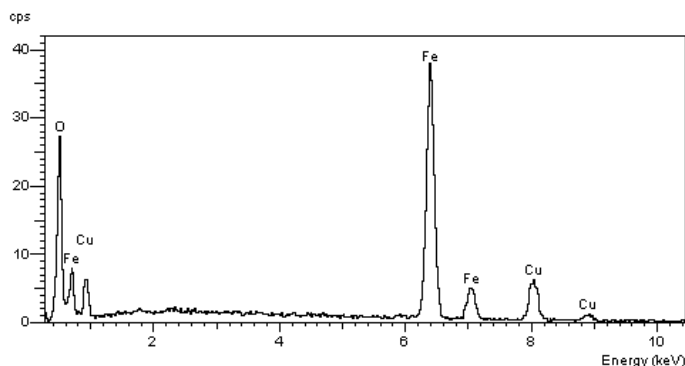


Figura 2. Espectro de la nanoaleación de Fe/Cu, donde se relaciona la energía en KeV y la intensidad o cuentas por segundo.

Tabla 1. Composición elemental de la nanoaleación de Fe/Cu, donde se muestran tanto el porcentaje en peso como el porcentaje atómico de cada elemento.

ELEMENTO	EDS por área 500x	
	% EN PESO	% ATÓMICO
O	28.352353	58.71915
Fe	54.5442998	32.36182
Cu	17.1033487	8.919025

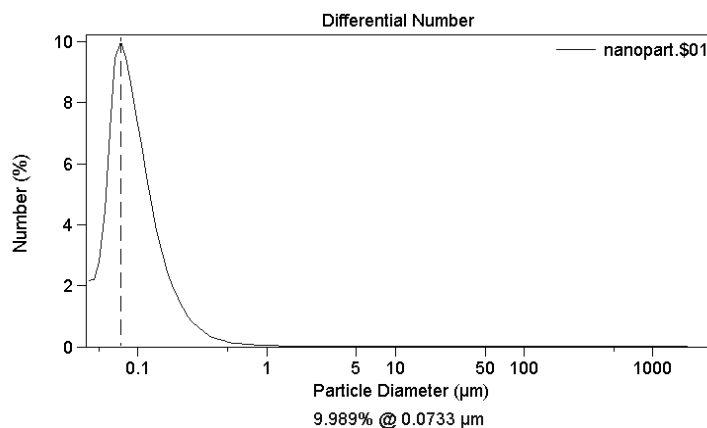


Figura 3. Gráfica de la nanoaleación de Fe/Cu, donde se relaciona el tamaño de partícula en ( $\mu\text{m}$ ) y el porcentaje del número de partículas con dicho diámetro.

existen diferentes tamaños de partícula, sin embargo las más abundantes tienen 153.8  $\mu\text{m}$ , esto genera una alta área superficial del material. Finalmente, la micrografía del compuesto se presenta en la fig. 6 tomada bajo las mismas características que para las materias primas; en ella se observa que la nanoaleación de Fe/Cu recubre tanto los poros del carbón activado como su superficie, lo que hace de este material un material bastante poroso con una alta superficie interna y externa activa, y estas son características de los materiales adsorbentes, por lo que este nuevo material compuesto se pretende utilizarlo para la remoción de contaminantes en aguas residuales. Conforme los resultados del análisis elemental se verifica que efectivamente se encuentra el carbón

activado embebido en la nanoaleación metálica ya que se encuentran los picos característicos del Fe y Cu así como del carbono y silicio encontrados en el carbón activado por separado. Igualmente en la gráfica del tamaño de partícula se encuentra que ha disminuido a 2.313  $\mu\text{m}$  debido a que se ha combinado con la nanoaleación metálica.

### Conclusiones

Se obtuvieron satisfactoriamente las materias primas para la preparación del material compuesto, es decir, el carbón activado proveniente de la pirólisis de lodos residuales y la nanoaleación de Fe/Cu, así como del compuesto. Se caracterizaron los materiales obtenidos por diversas técnicas



Figura 4. Micrografía del carbón activado proveniente de la pirólisis de lodos residuales, tomada con electrones retrodispersados, a 10000 x y 25 kV de voltaje.

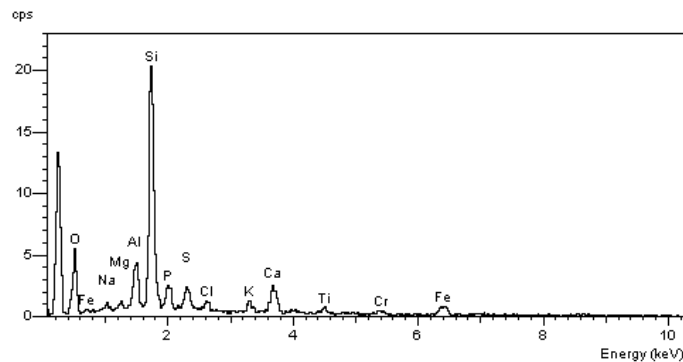


Figura 5. Espectro del carbón activado proveniente de la pirólisis de lodos residuales, donde se relaciona la energía en KeV y la intensidad o cuentas por segundo.



Figura 6. Micrografía de compuesto preparado con carbón activado proveniente de la pirólisis de lodos residuales y la nanoaleación de Fe/Cu, tomada con electrones retrodispersos, a 10000 x y 25 kV de voltaje.

instrumentales y, mostraron que el carbón activado obtenido posee características similares a un carbón activado comercial; se pudo distinguir que el elemento más abundante es carbono, exhibiendo un elevado grado de porosidad y alta superficie interna. Igualmente se observó por medio de la microscopía electrónica de barrido que la nanoaleación de Fe/Cu recubre los granos de carbón activado, generando así un material realmente poroso y con una alta superficie activa, siendo estas las características responsables de las propiedades adsorbentes de los materiales.

#### Agradecimientos

Se agradece a la Secretaría de Investigación y Estudios Avanzados de la Universidad Autónoma del Estado de México por el financiamiento y apoyo brindado bajo el proyecto número 2342 / 2006 que se desarrolla en el Laboratorio de Ciencias Ambientales de la Facultad de Química de la UAEM.

#### Bibliografía

Colín-Cruz, A; López-Castañares, R; Olea-Cardoso, O; Barrera-Díaz, C. y Valdez-Flores, C., Products generated from the thermal treatment of sewage sludge. Specialised conference on sludge management: regulation, treatment, utilization and disposal., México, Internacional Water Association, 164-171, 2001.

- Hsieh, C. y Teng, H., Influence of Mesopore volume and Adsorbate Size on Adsorption Capacities of Activated Carbons in Aqueous Solutions, *Carbon*, 38: 863 - 869, 2000.
- Jiang, X; Liu, Y; Sun, X; Tian, F; Sun, F; Liang, C; You, W; Han, C. y Li, C; Activated carbons chemically modified by concentrated H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> for the adsorption of the pollutants from wastewater and the dibenzothiophene from fuel oils, *China, Ind. Langmuir*, 19: 731 - 736, 2003 Kargi, F. y Ozmihci, S; Biosorption performance of powdered activated sludge for removal of different dyestuff, *Turquia, Ind. Enzyme and Microbial Technol.*, 35: 267 - 271, 2004.
- Klabunde, K.J; 2001. *Nanoscale Materials in Chemistry*, Wiley Interscience, USA, pp. 1-13.
- Lanny, A.P; 1992., *Enciclopedia Hispánica (Tomo I)*, Enciclopedia Británica Publishers, Inc., USA.
- Ma, L.M; Ding, Z.G; Gao, T.Y; Zhou, R.F; Xu, W.Y. y Liu, J; Discoloration of methylene blue and wastewater from a plant by a Fe/Cu bimetallic system, *China, Ind. Chemosphere*, 55: 1207 - 1212, 2004.
- Ozin G.A; Arsenault A.C; 2005; *Nanochemistry, a chemical approach to nanomaterials*, RSC publishing, Cambridge, pp. 1-44.
- Rao, C.N.R. y Cheetham, A. K; *Science and technology of nanomaterials: current status and future prospects*, *Ind. J. Mater. Chem*, 11: 2887 - 2894, 2001.
- Rio, S; Faur, B.C; Lecoq, L. y Lecloirec, P; *Structure Characterization and Adsorption Properties of Pyrolyzed Sewage Sludge*, *Francia, Ind. Environ. Sci. Technol.* 39: 4249 - 4257, 2005.