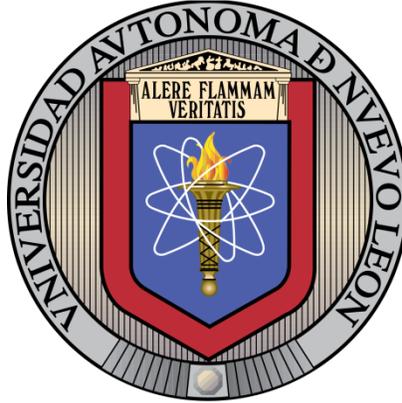

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA
SUBDIRECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO



“Preparación De Carbón Activado Modificado Con
Nanopartículas De Cobalto A Partir De Cáscara De Naranja Vía
Pirólisis Rápida”

POR

EDGAR DE JESÚS FLORES CANTÚ

COMO REQUISITO DE TITULACION PARA EL POSGRADO DE
MAESTRÍA EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA CON ORIENTACIÓN
EN NANOTECNOLOGÍA

SAN NICOLÁS DE LOS GARZA, N.L., AGOSTO 2024

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA
SUBDIRECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO



“Preparación De Carbón Activado Modificado Con
Nanopartículas De Cobalto A Partir De Cáscara De Naranja Vía
Pirólisis Rápida”

POR

EDGAR DE JESÚS FLORES CANTÚ

COMO REQUISITO DE TITULACION PARA EL POSGRADO DE
MAESTRÍA EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA CON ORIENTACIÓN
EN NANOTECNOLOGÍA

SAN NICOLÁS DE LOS GARZA, N.L., AGOSTO 2024

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica
Posgrado

Los miembros del Comité de Evaluación de Tesis recomendamos que la Tesis “Preparación De Carbón Activado Modificado Con Nanopartículas De Cobalto A Partir De Cáscara De Naranja Vía Pirólisis Rápida.”, realizada por el estudiante Edgar de Jesús Flores Cantú, con número de matrícula 1679579, sea aceptada para su defensa comorequisito parcial para obtener el grado de Maestría en Ciencias de la Ingeniería con Orientación en Nanotecnología.

El Comité de Evaluación de Tesis

Dr. Leonardo Chávez Guerrero
Director

Dr. Rodolfo Morales Ibarra
Revisor

Dra. Saida Mayela García Montes
Revisor

Dr. Moisés Hinojosa Rivera
Revisor

Vo.Bo.


Dr. Simón Martínez Martínez
Subdirector de Estudios de Posgrado

Institución 190001

Programa 557511

Acta Núm. 4426

Ciudad Universitaria, a 15 de octubre de 2024.

Dedicatoria

A mi pareja, Joy.

Gracias por estar aquí, apoyándome y nunca perder la fe en mí.
Juntos alcanzaremos un mejor futuro.

Agradecimientos

A mi asesor de tesis Dr. Leonardo Chávez Guerrero.

Por guiarme y apoyarme en este proceso y ayudarme a seguir mi sueño de investigación científica.

Al Dr. Moisés Hinojosa Rivera

Por guiarme durante el proceso de admisión y siempre brindar su atención y apoyo.

Al director de la carrera Dr. Francisco Aurelio Pérez González.

Por alentarme a seguir adelante a pesar de las dificultades que se me presentaron.

Al Conahcyt

Por la beca.

Gracias por todo su apoyo durante este proceso.

Sin su ayuda este viaje no habría sido posible.

Índice

1. Dedicatoria.....	4
2. Agradecimientos.....	5
3. Índice.....	6
4. Abreviaturas.....	7
5. Índice de figuras.....	8
6. Resumen.....	10
7. Abastract.....	12
8. Introducción.....	14
8.1. Motivación.....	14
8.2. Justificación.....	14
9. Antecedentes.....	16
10. Estado del arte.....	20
11. Hipótesis y objetivos.....	22
12. Sección experimental.....	23
12.1. Materiales y procedimiento experimental.....	23
12.2. Técnicas de caracterización.....	25
13. Resultados y discusión.....	27
13.1. DRX.....	27
13.2. SEM.....	32
13.3. BET.....	38
14. Conclusiones.....	44
15. Referencias.....	45
16. Anexos.....	50

Abreviaturas

Carbón Activado (CA)

Nano Partículas (NP)

Nano Partículas de Cobalto (NPCo)

Carbón Activado con Nano Partículas de Cobalto (CANPCo)

Índice de figuras

Fig. 1: Estructuras de carbono microporoso [2]

Fig. 2: Nanopartícula de cobalto encapsulado en polietileno [6]

Fig. 3: Nanopartículas de núcleo cobalto coraza carbón [7]

Fig. 4: Demuestra los pasos para la preparación de las muestras antes de cargarlas en el horno. (A) Cáscara de naranja como materia prima. (B) Solución de nitrato de cobalto. (C) Rehidratación de la cáscara de naranja. (D) Cáscaras se secan para remover exceso de solución.

Fig. 5: Sistema de horno tubular utilizado en la síntesis. (A) Tubo que introduce el gas argón. (B) Horno tubular. (C) Trampa de gas.

Fig. 6: Tabla de variables de las muestras

Fig. 7: Ejemplo de mediciones de NPCo utilizando el software ImageJ

Fig. 8: Curvas de intensidad de la difracción de rayos X para las muestras de materia prima, control, concentración 1 y concentración 2.

Fig. 9: Análisis XRD de CA formado a partir de cascara de naranja [18]

Fig. 10: Análisis XRD de nanopartículas de $CaCO_3$ [20]

Fig. 11: Análisis XRD de nanopartículas de Co_3O_4 [23]

Fig. 12: Imagen de SEM de la superficie de la muestra de control.

Fig. 13: Imagen de SEM de la superficie de la muestra de concentración 1.

Fig. 14: Imagen de SEM de la superficie de la muestra de concentración 2.

Fig. 15: Distribución normal del tamaño de partículas de la muestra de concentración 1.

Fig. 16: Distribución normal del tamaño de partículas de la muestra de concentración 2.

Fig. 17: Curva BET de adsorción de la materia prima.

Fig. 18: Curva BET de adsorción de la muestra de control.

Fig. 19: Curva BET de adsorción de la muestra de concentración 1.

Fig. 20: Curva BET de adsorción de la muestra de concentración 2.

Fig. 21: Tabla de resultados BET

Fig. 22: Solución acuosa con CANPCo

Fig. 23: Solución acuosa con CANPCo expuesta a un campo magnético

Resumen

El carbón activado (CA) tiene propiedades excelentes de adsorción, lo que lo vuelve un material con multitud de aplicaciones enfocadas a la purificación y captura de toxinas en medios acuosos o gaseosos. El CA es un material que puede obtenerse de materias primas orgánicas a base de celulosa, las cuales tienden a ser abundantes como desechos en industrias alimenticias, sintetizado mediante procesos fisicoquímicos como la pirólisis.

No obstante todas sus excelentes propiedades, este material aún puede ser funcionalizado con nanopartículas para brindarle propiedades distintas o superiores. La funcionalización de CA con nanopartículas (NP) con propiedades magnéticas presenta el potencial para una estructura con la capacidad de ser recolectada por un electroimán después de capturar impurezas, dejando así un medio acuoso limpio y seguro.

Las nanopartículas de cobalto (NPCo) son un candidato excelente para la funcionalización del CA debido a su propiedad de atracción magnética.

Este trabajo buscó lograr una síntesis de CA por medio de pirólisis rápida, en donde las NPCo se formarían durante el mismo proceso, produciendo así un material compuesto de carbón activado con nanopartículas de cobalto (CANPCo). El proceso se llevó a cabo utilizando cáscaras de naranja deshidratada, rehidratadas con solución de nitrato de cobalto con dos concentraciones diferentes, donde fueron expuestas al proceso de pirolisis dentro de un horno a 800 °C.

El material producido fue caracterizado por medio de XRD, SEM y BET para verificar la presencia química de CA y NPCo, observar la estructura y tamaño de las partículas, así como analizar la capacidad de adsorción de las partículas, así como su porosidad.

Los resultados del análisis de difracción de rayos X indicaron que la composición química del CANPCo corresponde a la del CA, además de encontrar picos correspondientes al óxido de cobalto y al carbonato de calcio.

Los resultados encontrados a través de SEM indican que se formaron nanopartículas de estructura rectangular con tamaño promedio de 142.44 nm y 94.38 nm en las muestras de concentración 1 y concentración 2.

Mientras tanto, los análisis de BET encontraron un área superficial de la muestra de control de 256.4 m²/g, muestra de concentración 1 con 337.4 m²/g y muestra de concentración 2 con 325 m²/g respectivamente.

Con estos resultados se concluye que las nanopartículas de cobalto metálicas no se lograron sintetizar, sin embargo, se logró sintetizar nanopartículas de óxido de cobalto que presentaba atracción magnética en la presencia de un imán. Esto demostró que a pesar de que la hipótesis fue incorrecta, se obtuvo un material con propiedades relevantes a lo que se buscaba originalmente.

Abstract

Activated carbon has excellent adsorption properties, which makes it a material with a multitude of applications focused on purification and capture of toxins in liquid and gaseous mediums. Activated carbon is a material that can be obtained from organic precursors based on cellulose, which tend to be abundant as waste in the food industry, synthesized through physicochemical processes like pyrolysis.

Despite all its excellent properties, this material can still be functionalized with nanoparticles to give it different or superior properties. The functionalization of activated carbon with nanoparticles with magnetic properties has the potential to be a structure that can be collected from a liquid medium with an electromagnet after capturing impurities, leaving behind a liquid medium clean and safe.

Cobalt nanoparticles are an excellent candidate for functionalization of activated carbon due to their property of magnetic attraction.

This project seeks to achieve a synthesis of activated carbon through quick pyrolysis, in which the cobalt nanoparticles would form in the same process, producing thus a material composed of activated carbon with cobalt nanoparticles. This process was done using dehydrated orange peels, rehydrated with a solution of cobalt nitrate with two different concentrations, which were then exposed to the pyrolysis process in a furnace at 800 °C.

The produced material was characterized by XRD, SEM and BET, in order to verify the chemical presence of activated carbon and cobalt nanoparticles, observe the structure and size of the particles, as well as analyze the capacity for adsorption of the particles, along with their porosity.

The X ray diffraction analysis indicates that the chemical composition of the produced material corresponds to that of activated carbon, as well as having peaks corresponding to cobalt oxide and calcium carbonate.

The results found through SEM indicate that rectangular shaped particles were formed with average sizes of 142.44 nm and 94.38 nm in the samples with concentration 1 and concentration 2.

Meanwhile, the BET analysis found a surface area on the control sample of 256.4 m²/g, concentration 1 sample of 337.4 m²/g and concentration 2 sample with 325 m²/g respectively.

With these results we can conclude that the metallic cobalt nanoparticles were not formed, however, cobalt oxide nanoparticles were formed presenting magnetic attraction in the presence of a magnet. This demonstrated that despite the hypothesis being incorrect, a material with the relevant properties that were originally desired was obtained.

Introducción

Motivación

Actualmente el desarrollo de la nanotecnología ha llevado a la creación de tecnologías y dispositivos muy útiles, los cuales tienen diversas aplicaciones en todo tipo de ámbitos. Sin embargo, estas nuevas tecnologías corren el riesgo de seguir los pasos de desarrollos del pasado, donde el desarrollo de tecnologías de combustión fósil y la manufactura indiscriminada de plásticos, ha causado un impacto ambiental extremo en la actualidad.

Es por esto que hoy en día, al crear nuevas tecnologías hay que tener conciencia del impacto ambiental que tienen en el medio ambiente y en la salud. Desarrollar estas tecnologías con la intención de recuperarlas del medio ambiente, contenerlas y deshacerse de ellas de forma que no se afecte al ambiente es tan importante como el desarrollo mismo de la tecnología.

El cuidado del medio ambiente es la motivación que guía este proyecto, con la intención de crear un material que aproveche desechos agrícolas como materia prima. Además, este proyecto busca desarrollar un material que sea capaz de remover materiales peligrosos y tóxicos del medio ambiente, gracias a las excelentes propiedades de adsorción del carbón activado, además de las propiedades magnéticas del cobalto.

El desarrollo de tecnologías que apoyen al cuidado del medio ambiente es esencial para el futuro y desarrollo sustentable en todas las industrias, sin importar su ámbito. Materiales diseñados con el objetivo de cuidar al medio ambiente darán paso a nuevas oportunidades y un mejor futuro para toda la humanidad.

Justificación

El carbón activado tiene una capacidad excelente para capturar materiales y compuestos dañinos en el ambiente, debido a sus propiedades fisicoquímicas, como su alta porosidad y su excelente reactividad química. Por otro lado, las

propiedades magnéticas del cobalto permitirían que este material sea fácil de remover y no vuelva a entrar al medio ambiente.

En la actualidad existe una necesidad de materiales que puedan capturar y remover toxinas y contaminantes del medio ambiente de forma segura y confiable. Mantener el agua limpia y segura es esencial, por lo tanto, desarrollar un material con estas propiedades es importante para el cuidado del medio ambiente.

Antecedentes

El carbon activado (CA) es un material altamente poroso formado a partir de precursores de carbono, por medio de activación física o química. Este proceso de activación le brinda al carbono una gran porosidad, lo que le da una capacidad de adsorción muy alta, gracias a las fuerzas de Van der Waals. Además de esto, durante la activación se forman radicales libres que forman lazos químicos con los materiales que se adsorben. Durante la historia de la humanidad, el CA se ha utilizado medicinalmente, para tratar problemas digestivos desde los tiempos de Hipócrates, hasta usos más modernos como filtros para máscaras de gas en la primera guerra mundial [1].

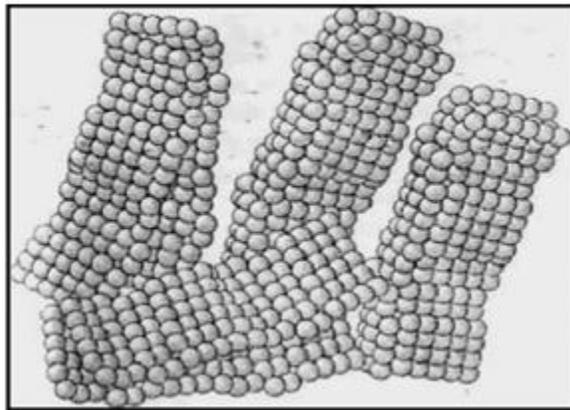


Fig. 1 Estructuras del carbón microporoso [2].

Existe una amplia gama de materiales precursores que provienen de desperdicios agrícolas, como la cascara de palma, el bambú, la cascara de coco, cascara de almendras y de nueces, semillas de granada, entre otros. Estos desperdicios pueden ser aprovechados, debido a su composición base carbono. Estos pueden ser carbonizados y tratados para obtener el material deseado. Yahya, et al. (2015) [2] encontró que muchos materiales orgánicos provenientes de desechos agrícolas pueden ser utilizados para formar CA con alta área superficial y microporosidad (Fig. 1).

Gracias a la estructura porosa de la superficie, el CA es capaz de adsorber con alta eficiencia a otras especies químicas existentes en medios gaseosos o acuosos. Por ejemplo, el CA puede aplicarse en medios acuosos para adsorber metales pesados. En un estudio realizado por Abdulrazak, et al. (2016) [3] se evaluó la capacidad del CA para remover metales pesados. El CA producido por fruta de palma africana logro remover cadmio, cobre, níquel y plomo de forma significativa.

El carbon puede activarse por dos métodos diferentes. Puede ser activado a través de un mecanismo físico o por un mecanismo químico. Al observar el mecanismo físico, la activación toma lugar en dos fases, en las cuales se carboniza la materia prima a temperaturas cercanas a los 1000 °C y subsecuentemente se activa dentro de una atmósfera oxidante como dióxido de carbono, nitrógeno u otras mezclas de aire. Mientras que, con el mecanismo químico, su activación toma lugar cuando el material se lleva a temperaturas menores en el rango de 400 a 900 °C en contacto con compuestos activadores como el ácido fosfórico, hidróxido de sodio, carbonato de potasio, cloruro de zinc, e hidróxido de potasio, como fueron descritos por Heidarinejad, et al. (2020) [4].

Las nanopartículas de cobalto son conocidas por sus excelentes propiedades electromagnéticas, propiedades que dependen directamente del tamaño de partícula [5, 6]. Esto las vuelve útiles con aplicaciones distintas, particularmente en aplicaciones donde se desea dar propiedades magnéticas a algún material con el propósito de remover un contaminante de un medio acuoso [7].

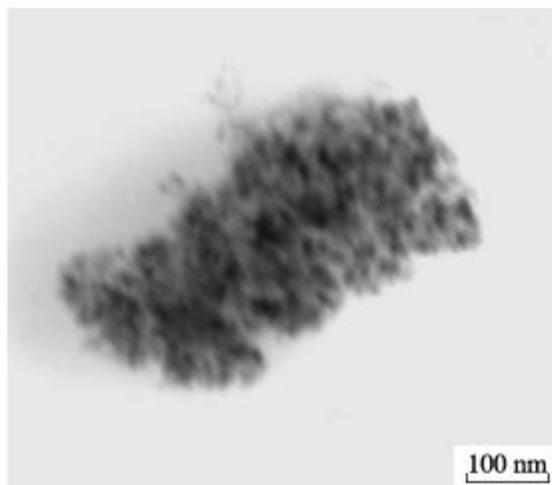


Fig. 2 Nanopartícula de cobalto encapsulado en polietileno [6].

Yang, et al. (2004) [5] estudiaron las propiedades magnéticas de las NPCo y encontraron que estas son dependientes del tamaño de la nanopartícula. Yurkov, et al. (2007) [6] realizaron un estudio donde sintetizaron nanocompuestos con nanopartículas de hierro y cobalto (Fig. 2) dentro de matrices de polietileno. En estos estudios encontraron que la magnetización de los nanomateriales con cobalto era superior a la de los nanomateriales con hierro, además encontraron que las propiedades magnéticas dependen de la densidad de las NPCo en estos materiales.

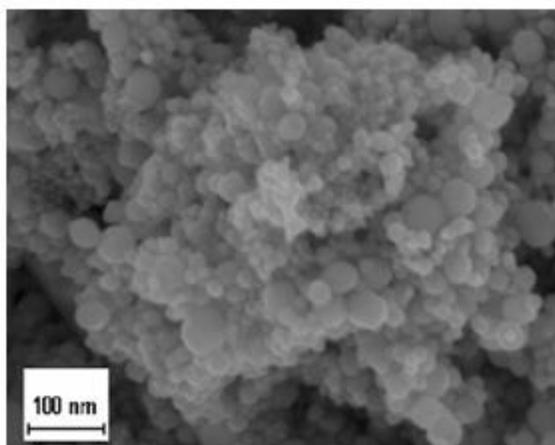


Fig. 3 Nanopartículas de núcleo cobalto coraza carbono [7].

Mattila, et al. (2014) [7] desarrollaron un nanocompuesto con núcleo de cobalto y coraza de carbono (Fig. 3), el cual efectivamente adsorbió impurezas de medios acuosos para removerlas magnéticamente de forma exitosa.

Las nanopartículas se pueden sinterizar utilizando materiales precursores como el nitrato de cobalto, el cual se puede descomponer bajo procesos térmicos en diferentes condiciones. Detallados por Khusnuriyalova, et al. (2021) [8]. En este artículo se observan diversos métodos por los cuales el nitrato de cobalto se puede descomponer para producir nanopartículas de cobalto.

La formación de partículas de CA se ha observado ocurrir a partir de cáscaras de naranja por diferentes métodos. Wei, et al. (2019) [9] sintetizaron partículas de CA por medio de hidrólisis acompañado de diferentes agentes activadores.

Además, hay evidencia de que las partículas de CA se les puede integrar NPCo con el propósito de remover contaminantes de un medio acuoso utilizando campos electromagnéticos. Mohammadi, et al. (2020) [10] desarrollaron un nanocompuesto de CA con NPCo, formado a partir de desperdicios de procesos agrícolas, el cual fue utilizado para remover fenoles de medios acuosos.

Zhang, et al. (2011) [11] demostraron posible la síntesis de un nanocompuesto de carbón activado funcionalizado por níquel para adquirir propiedades magnéticas. En este procedimiento se demostró que el nitrato de níquel, al descomponerse, no solo produce nanopartículas de níquel, si no que la descomposición del precursor además forma una atmosfera que influye a la activación del carbono en un solo paso.

Estado del Arte

Una de las formas más efectivas en la nanotecnología para mejorar o añadir propiedades en las nanopartículas es crear nanocompositos, estas partículas pueden combinar las propiedades de otras nanopartículas para funcionalizar el producto final. El CA es un candidato excelente para formar nanocompositos, y en años recientes se ha utilizado en conjunto NP de hierro, cobalto y sus óxidos, debido a las propiedades eléctricas y magnéticas que estas NP manifiestan [12-17].

Xie, et al. (2022) [12] con el propósito de crear un material con aplicaciones de capacitadores y pseudocapacitores, sintetizaron CA decorados con NP de óxido de cobalto. El carbón activado se obtuvo a partir de biomásas distintas (palo de rosa, mazorca y vaina de semilla de loto), estos fueron después decorados con un proceso de oxidación-precipitación y cristalización. En este trabajo compararon el rendimiento electroquímico de las diferentes muestras producidas.

Ramya, et al. (2022) [13] prepararon exitosamente un compuesto de CA a partir de biomasa obtenida de lodo, con NP de óxido de hierro superparamagnéticas. Esto con el propósito de remover cromo hexavalente en aguas contaminadas.

Yang, et al. (2023) [14] sintetizaron un CA derivado de biomasa de junco, decorado con NP de cobalto, con la intención de activar peroximonosulfato, el cual tiene la capacidad de degradar aguas contaminadas con residuo de ofloxacina contaminante. Se demostró una eficiencia de degradación del 97% de este residuo en medios acuosos.

Gouda, et al. (2023) [15] prepararon CA a partir de madera de sauco, modificado con NP de óxido de cobalto y CA modificado con NP de óxido de níquel. Estas partículas fueron utilizadas como electrodos en supercapacitores. Todas las muestras preparadas exhiben rendimiento distintivo como supercapacitores.

Chen, et al. (2024) [16] desarrollaron NP de cobalto encapsuladas por CA formado a partir de desechos de pintura. Estas partículas fueron utilizadas como catalizador para activar peroximonosulfato, con el propósito de degradar

tetraciclino hydroclorido en un medio acuoso. Lograron remover el 97% de este agente del medio acuoso en un lapso de 5 minutos.

Saha, et al. (2024) [17] sintetizaron tela de CA formada a partir de tela de carbon basada en rayon. A esta tela se le incorporo NP de ferrita de cobalto ($CoFe_2O_4$). Esta tela de CA con NP de ferrita de cobalto fue estudiada para su aplicación como supercapacitor. El material composito presento supercapacitancias considerablemente altas de 1287 F/g y 788 F/g.

Se observa en literatura reciente como las NP incorporadas en CA toma diversas formas, y uno de las aplicaciones en tendencia es la de capacitores y supercapacitores [12, 15, 17]. Otra de sus aplicaciones ha sido como adsorbente de metales pesados en aguas contaminadas, gracias a la propiedad de adsorción del CA, para después removerlas del agua con las propiedades magnéticas de las NP incluidas en el CA [13]. Finalmente, se han aplicado como catalizadores para activar peroximonosulfato en aguas contaminadas con residuos de medicamentos [14, 16].

Hipótesis y Objetivos

Hipótesis: Es posible dopar partículas de CA con nanopartículas de cobalto durante un proceso de pirólisis rápida aplicado a cascara de naranja rehidratada con solución de nitrato de cobalto.

Objetivo General:

- Aplicar el proceso de pirólisis rápida a la cascara de naranja rehidratada con solución de Nitrato de Cobalto.
- Caracterizar el producto obtenido para verificar su estructura y composición química.

Objetivos Específicos:

- Usar la cascara de naranja deshidratada como el precursor del CA por pirólisis rápida, rehidratada con diferentes concentraciones de solución de nitrato de cobalto (0g, 1g y 2g en 100 mL de agua destilada respectivamente).
- Analizar las propiedades estructurales, composición química y capacidad de adsorción de los nanomateriales preparados, utilizando difracción de rayos x (XRD), microscopia electrónica de barrido (SEM) y el método Brunauer-Emmett-Teller de adsorción (BET).
- Observar si la propiedad de atracción electromagnética están presentes en los materiales, utilizando un imán.

Sección Experimental

Materiales y Procedimiento Experimental

Los materiales utilizados fueron nitrato de cobalto [$Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$], agua destilada y cáscara de naranja deshidratada. La cáscara de naranja fue preparada al cortarla en rectángulos de tamaño aproximado de 1 cm largo por 4 cm ancho y 0.3 mm de espesor. Después sometida al método de liofilización por 48 horas.



Fig. 4: Demuestra los pasos para la preparación de las muestras antes de cargarlas en el horno. (A) Cáscara de naranja como materia prima. (B) Solución de nitrato de cobalto. (C) Rehidratación de la cáscara de naranja. (D) Cáscaras se secan para remover exceso de solución.



Fig. 5 Sistema de horno tubular utilizado en la síntesis. (A) Tubo que introduce el gas argón. (B) Horno tubular. (C) Trampa de gas.

	Cantidad de agua (ml)	Cantidad de nitrato de cobalto (g)	Temperatura de pirólisis (°C)	Tiempo de pirólisis (minutos)
Control	100	0	800	10
Concentración 1	100	1	800	10
Concentración 2	100	2	800	10

Fig. 6 Tabla de variables de las muestras

El proceso de síntesis comienza con la materia prima de cáscaras de naranja, 5g de cáscara por cada muestra son rehidratadas por 10 minutos [Fig. 4 (C)] en 100 ml de agua destilada y en soluciones de 100 ml de agua destilada con 1 g de nitrato de cobalto y 100 ml de agua destilada con 2 g de nitrato de cobalto. Son colocadas bajo agitación suave para evitar fracturas de las cáscaras. Una vez rehidratadas, las cáscaras se retiran de la solución y se dejan reposar al aire por 10 minutos para remover el exceso de solución [Fig. 4 (D)]. Una vez listas, las cáscaras se colocan dentro del tubo de cuarzo del horno tubular, modelo Lindberg Blue M, marca Thermo Scientific [Fig. 5 (B)]. Se reemplaza la atmosfera del tubo con argón [Fig. 5 (A)] y se realiza la pirólisis dentro del tubo en el horno a 800 °C por 10 minutos. Estas variables se pueden apreciar en la Fig. 6.

Una vez terminada la pirólisis, el material es recuperado y triturado. Después es lavado en agua destilada utilizando centrifugación a 9000 rpm por 20 min en la centrifuga Thermo IEC Centra. Este proceso se repitió tres veces. Después del lavado el material fue secado en un horno a 100 °C por 24 horas para evaporar el agua residual y tener muestras finales completamente secas.

Técnicas de Caracterización

Se caracterizó por difracción de rayos X (DRX) para observar su composición química. Las muestras en polvo fueron analizadas utilizando radiación Cu-K α ($\lambda = 1.5406\text{\AA}$) en un difractómetro D8 Advance Bruker, con un rango de 2θ de 5° a 90°.

Para obtener imágenes e información de la estructura y morfología de las partículas, se llevó a cabo el proceso de microscopía electrónica de barrido (SEM por sus siglas en inglés). Se prepararon las muestras pegándolas a plataformas de aluminio y cubiertas con una capa de oro por el proceso de “gold sputtering”. Se utilizó el FEI XL30 SFEG con un sistema de energía dispersiva de microanálisis de rayos X, con una aceleración de voltaje de 5-15 kV.

Las imágenes obtenidas por SEM después fueron analizadas con el software ImageJ, con el cual se realizaron mediciones de 50 partículas por muestra, elegidas aleatoriamente. Medidas con el software como se ejemplifica en la Fig. 7



Fig. 7 Ejemplo de mediciones de NPCo utilizando el software ImageJ

Para conocer las propiedades adsorción de la superficie, su porosidad y tamaño de poros, se llevó a cabo un análisis de BET con una Quantachrome Nova, utilizando una atmósfera de nitrógeno a 77.35 °K.

El conjunto de estas técnicas permitirá darnos una caracterización, química y física completa, que nos permita entender el comportamiento de las partículas y al mismo tiempo, comprender el proceso de síntesis de una forma más completa.

Resultados y Discusión

Difracción de rayos X (DRX)

El análisis de difracción de rayos X es importante para conocer la composición química de las muestras. Se realizó un análisis de DRX para cada muestra (Materia prima, control, concentración 1 y concentración 2). Los picos de intensidad muestran señales características de materiales que permiten compararlas con otros materiales para así poder identificar la composición química.

Este proceso se lleva a cabo al impactar la muestra con un haz de rayos X, los cuales se difractan dentro de la estructura de la muestra en cuestión, volviéndose característicos de la muestra en específico. Estos rayos X característicos son después recibidos por un dispositivo que los interpreta matemáticamente en una gráfica de intensidad.

La difracción de rayos X nos muestra diferentes picos presentes en las muestras de materia prima, control y de concentraciones 1 y 2, como se observa en la Fig. 8. Dentro de las curvas de DRX para las muestras de control, concentración 1 y concentración 2 podemos observar picos alineados con variación en sus intensidades.

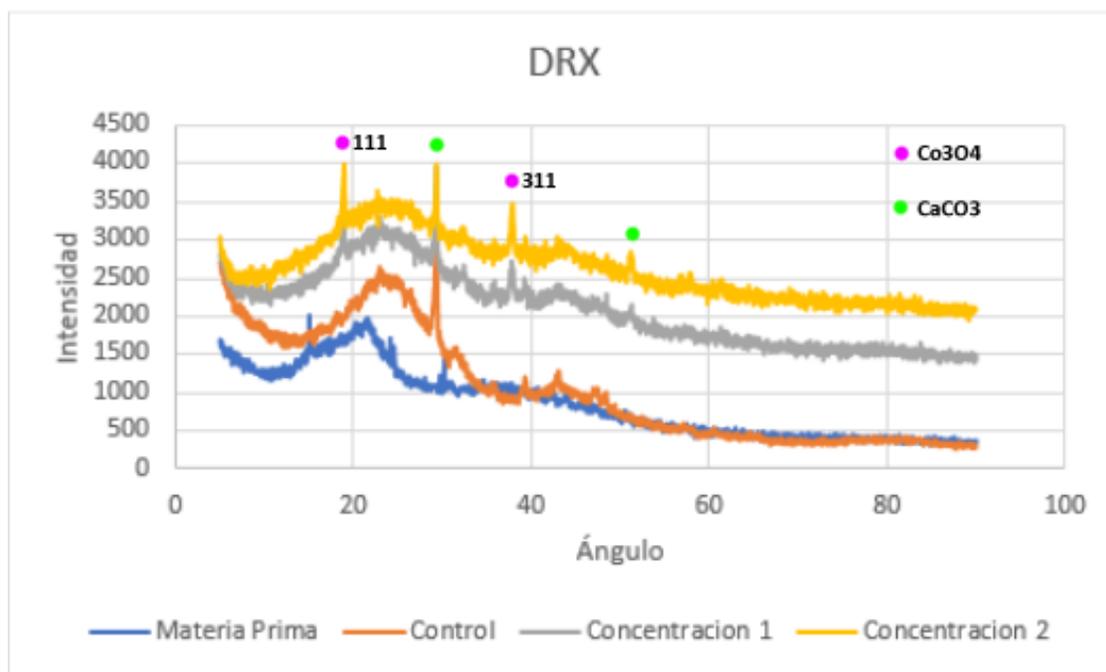


Fig. 8 Curvas de intensidad de la difracción de rayos X para las muestras de materia prima, control, concentración 1 y concentración 2.

Para las curvas de control, concentración 1 y concentración 2 de la Fig. 8 se observa que se encuentran alrededor de los 22° y 42° , y además que son correspondientes a la composición química del carbón activado formado a base de cáscaras de cítrico, como se puede observar en el estudio de Gul, et al (2020) [18] donde produjeron carbón activado utilizando cáscara de *Citrus Senensis*. Su estudio de XRD encontró picos en los ángulos 22.57° y 42° , los cuales son respectivos a los planos (002) y (100), observable en la Fig. 9.

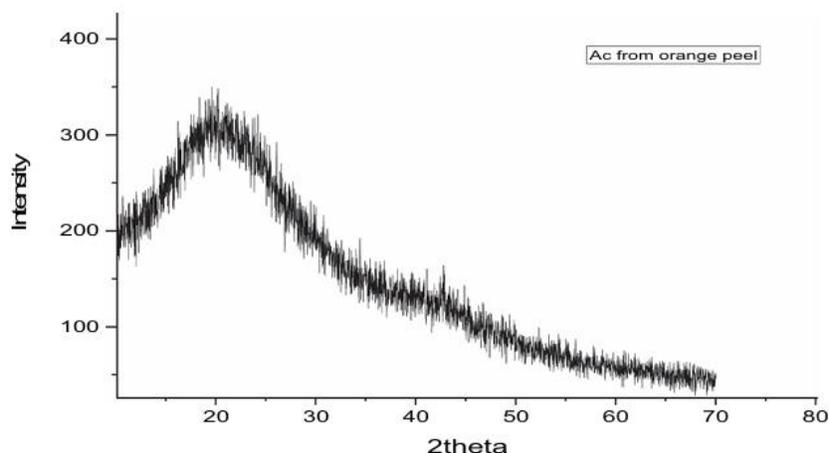


Fig. 9 Análisis XRD de CA formado a partir de cascara de naranja [18]

Mientras que Gehrke, et al, (2021) [19] produjeron CA utilizando *Citrus Bergamia*, al analizarlo identificaron curvas de DRX amorfas similares en el CA. Las curvas presentan una tendencia amorfa con dos picos principales alrededor de los ángulos 23° y 43° , los cuales corresponden a los planos (002) y (100) del grafito respectivamente.

En las curvas de la Fig. 8 podemos encontrar picos de intensidad correspondientes al carbonato de calcio que tiene picos alrededor de los ángulos 29° y 47° . Estos picos son correspondientes con los planos de (104) y (116) respectivamente, como se aprecia en la Fig. 10. Como fue observado por Wang, et al (2006) [20] y Kontrek, et al (2013) [21] donde sintetizaron y caracterizaron nanopartículas de carbonato de calcio ($CaCO_3$).

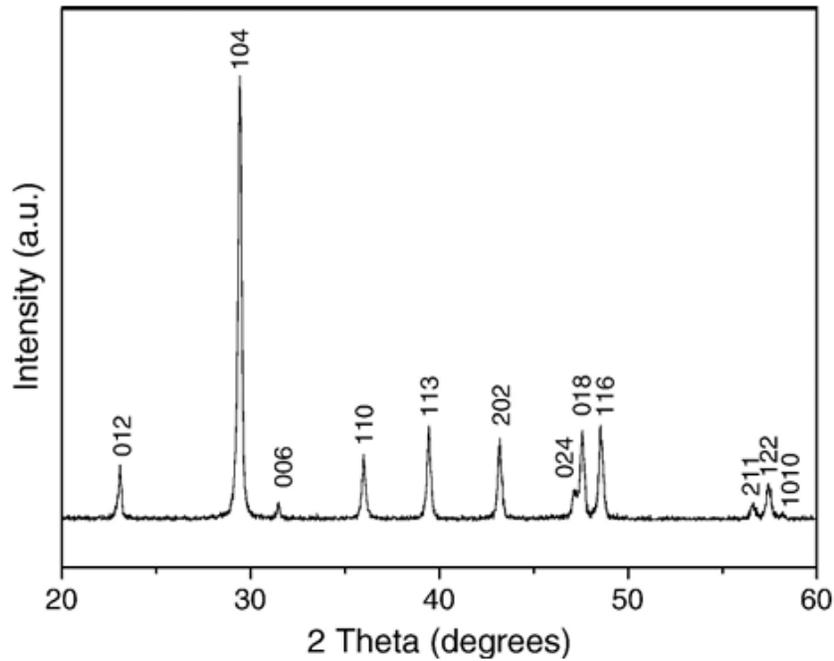


Fig. 10 Análisis XRD de nanopartículas de $CaCO_3$ [20]

Para las curvas de las muestras con concentración 1 y 2 podemos encontrar picos respectivos del óxido de cobalto (II, III) (Co_3Co_4) en los ángulos aproximados de 19° y 39° , que corresponden a los planos (111) y (311) respectivamente, como se ve en la Fig. 11. Estos picos pueden ser encontrados en las nanopartículas de óxido de cobalto producidas por Farhadi, et al (2016) [22] y Prabakaran, et al (2017) [23].

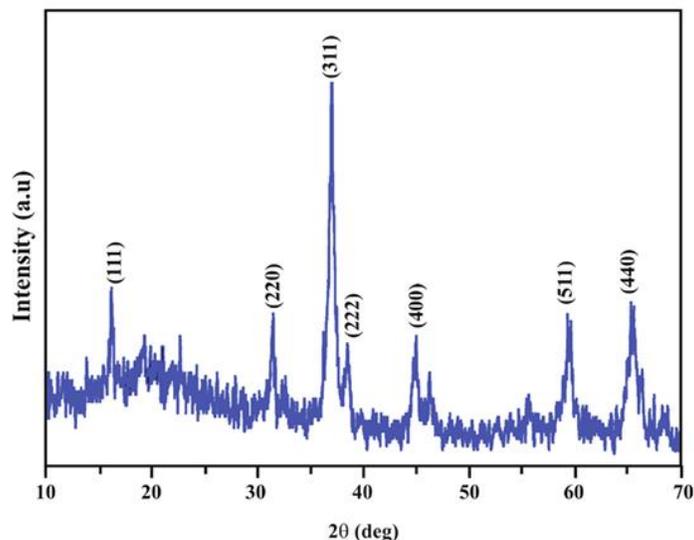


Fig. 11 Análisis XRD de nanopartículas de Co_3O_4 [23]

Se observa una diferencia dramática entre la curva de materia prima y las curvas de control, concentración 1 y concentración 2. Esto indica que un cambio significativo tomo lugar a lo largo del proceso de la pirólisis.

Se puede observar como las curvas de control, concentración 1 y concentración 2 presentan características comunes, con los picos respectivos al carbón activado y la impureza de calcita. Sin embargo, podemos ver como en la muestra de control, los picos de óxido de cobalto están ausentes, lo que nos indica la formación de óxido de cobalto fue exitosa en las muestras de concentración 1 y 2.

También se observa como la intensidad de los picos en la curva de concentración 2 es mayor a los picos de la curva de concentración 1, esto nos indica que estos materiales son más abundantes en la muestra de concentración 2.

Microscopio electrónico de barrido (SEM)

El análisis de SEM es de suma importancia, ya que nos permite observar si el objetivo de formar partículas a nano escala fue exitoso. Este análisis nos revela la morfología de las partículas, su tamaño, estructura y su densidad de población.

Utilizando un microscopio electrónico de barrido, el cual lanza un haz de electrones a la superficie de la muestra. Las imágenes se forman al recibir las señales de rayos X secundarios que se producen cuando los electrones impactan a la muestra siendo estudiada.

En la Fig. 12 se pueden observar estructuras sin forma definida. Mientras que las Fig. 13 y Fig. 14 revelan la formación de nanoestructuras rectangulares con tendencia a aglomerarse. En la Fig. 13 se observa una cantidad de nanoestructuras significativamente menor a la Fig. 14, donde las nanoestructuras son más abundantes. En la Fig. 13 se observa un tamaño de partícula promedio de 142.44 nm, mientras que en la Fig. 14 se observa un tamaño de partícula promedio de 94.38 nm.

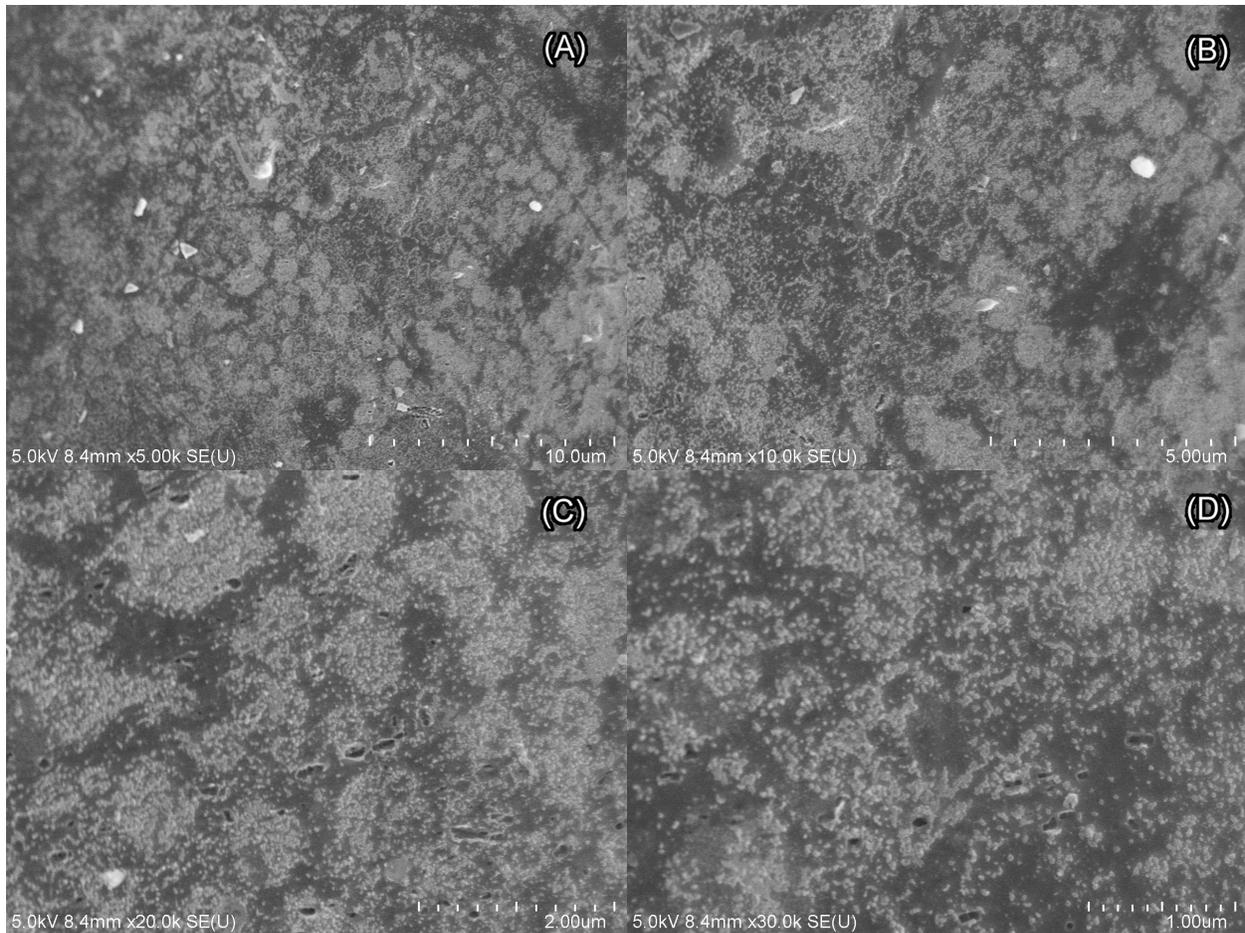


Fig. 12 Imagen de SEM de la superficie de la muestra de control.

En la Fig. 12 se observa a diferentes escalas como la estructura amorfa del carbono se extiende a lo largo de la imagen. Con escasas formaciones blancas amorfas que pueden ser observadas en la Fig. 12 (A) y Fig. 12 (B). Estas formaciones blancas pueden ser producto de impurezas incluidas en la síntesis.

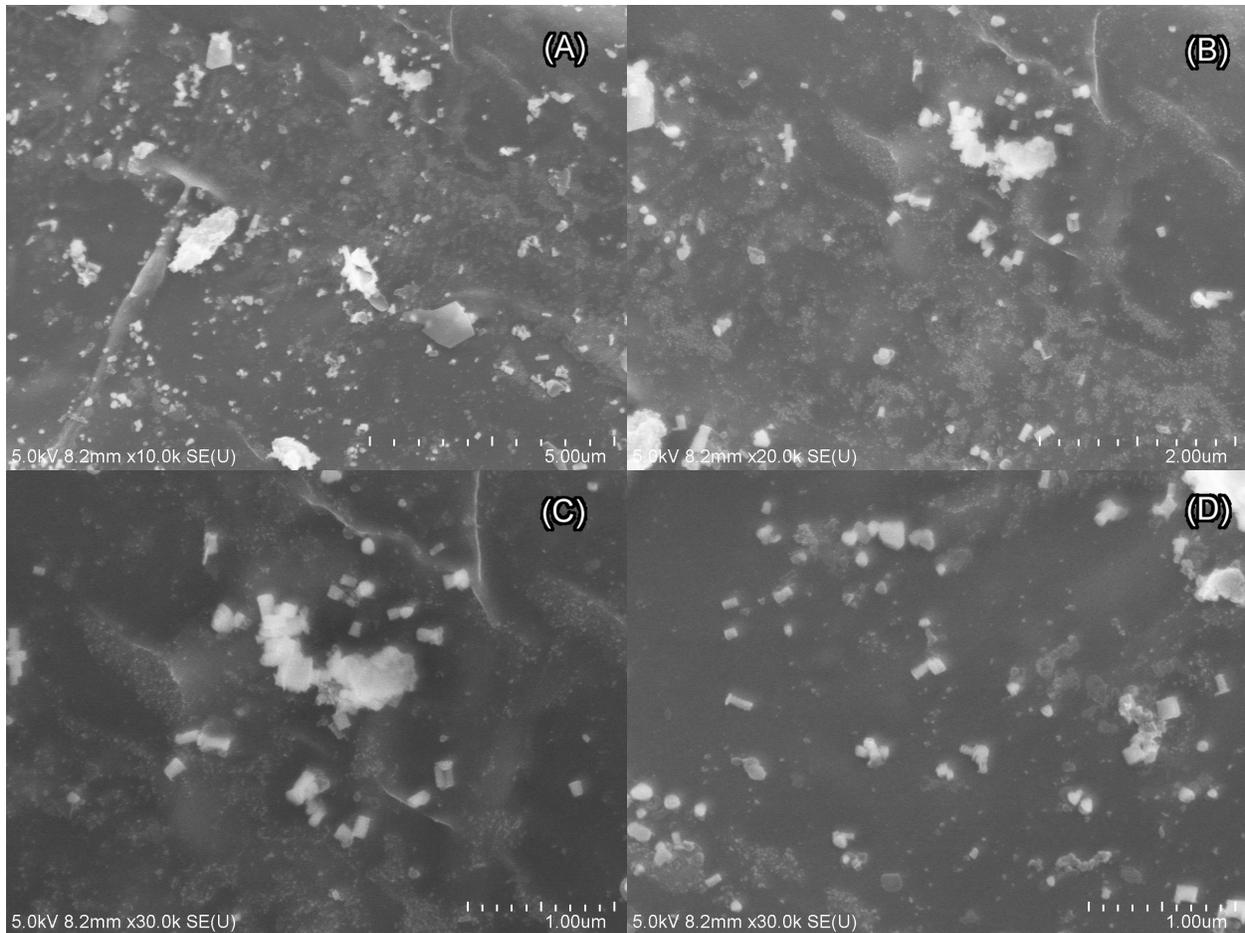


Fig. 13 Imagen de SEM de la superficie de la muestra de concentración 1.

En la Fig. 13 se observa la formación de nano estructuras rectangulares con tamaños promedio de 142.44 nm. No solo se observan las partículas suspendidas en la matriz amorfa de carbono, también se observa aglomeraciones amorfas en las Fig. 13 (A, B, C, D). Es posible que estas aglomeraciones se deban a las mismas impurezas no identificadas que fueron observadas previamente en la Fig. 12 (A, B).

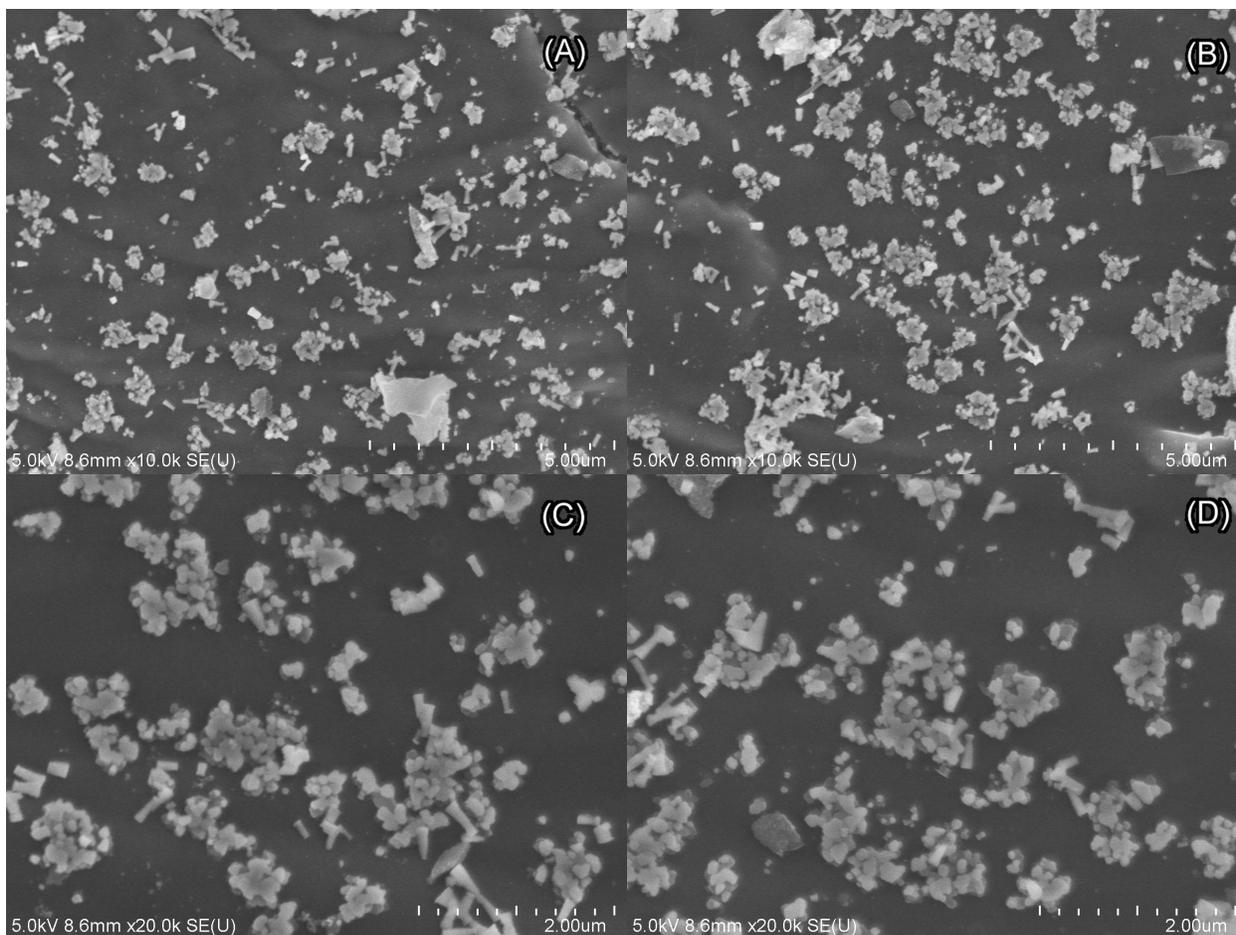


Fig. 14 Imagen de SEM de la superficie de la muestra de concentración 2.

En la Fig. 14 se observa los mismos patrones estructurales que fueron observados en la Fig. 13, sin embargo, la densidad de estas estructuras se incrementó dramáticamente. El tamaño promedio de las partículas fue de 94.38 nm, considerablemente menor al tamaño promedio encontrado en la Fig. 13. En esta muestra se encontró un nivel más alto de aglomeración en comparación con la Fig. 13.

Se encontró que las estructuras de fondo más grandes de las Fig. 12-14 no poseen una forma definida, respectiva a la estructura del carbón activado, como puede ser corroborado en los estudios realizados por Hashemian, et al. (2013) [24] y Dhelipan, et al. (2017) [25]. Donde la estructura amorfa y porosa del carbón activado puede ser observada en partículas de CA producidas a partir de cáscara de naranja.

Cabe detallar que las estructuras blancas amorfas en la Fig. 12 tienen un tamaño y estructura comparable a las estructuras sin forma definida, encontradas en la Fig. 13 y Fig. 14. Esto puede deberse a que una impureza (encontrada en la Fig. 12) este causando aglomeración en las partículas más pequeñas (encontradas en las Fig. 13 y Fig. 14).

Las estructuras más pequeñas en las Fig. 13-14 tienen formas rectangulares, lo cual contrasta con otras nanopartículas de óxido de cobalto producidas con el mismo precursor de nitrato de cobalto [26, 27] las cuales tienen estructuras esféricas.

Bibi, et al. (2017) [26] desarrollaron nanopartículas de óxido de cobalto utilizando nitrato de cobalto y cáscara de granada como material precursor para el agente reductor y estabilizador. Lograron formar NPCo esféricas aglomeradas con tamaños menores a 80 nm.

Yang, et al. (2004) [27] formaron NPCo a partir de nitrato de cobalto y bicarbonato de amonio, los cuales son mezclados en un molino y después calcinados en un crisol. Con tamaños que varían con la temperatura de síntesis, desde 13 nm a 300 °C hasta 38 nm a 600 °C. Las partículas demostraban una forma esférica.

En las Fig. 15 y Fig. 16 se observa la distribución del tamaño de partículas en las diferentes muestras. Estas graficas fueron creadas a partir de la información obtenida en la medición de las nanopartículas usando el software ImageJ, las 50 mediciones fueron promediadas con la función AVERAGE() en Excel, luego se obtuvo la desviación estandarizada con la función STDEV.S(), luego se formó una lista de datos utilizando la función NORM.DIST(), datos con los cuales se formaron las Fig. 15 y Fig. 16. Adicionalmente se le agrego una línea de tendencia polinomial a cada grafica.

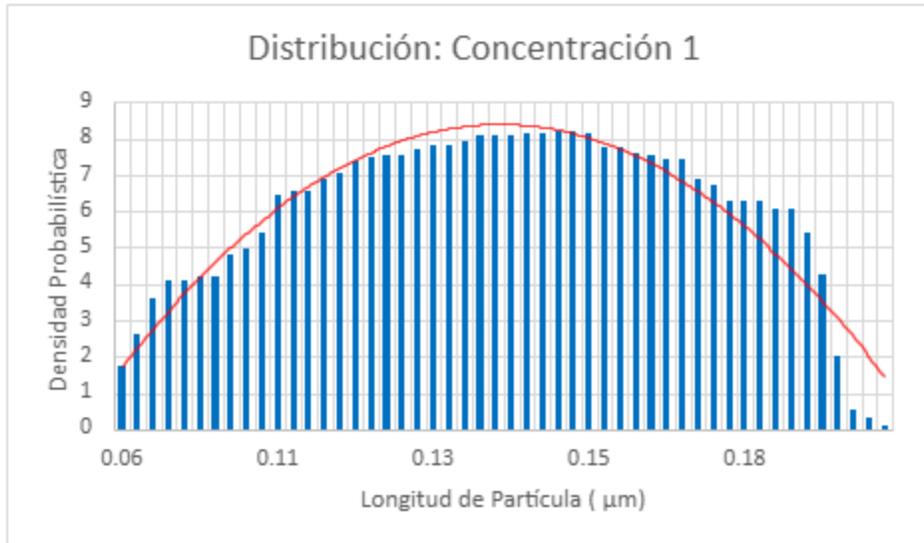


Fig. 15 Distribución del tamaño de partículas de la muestra de concentración 1.

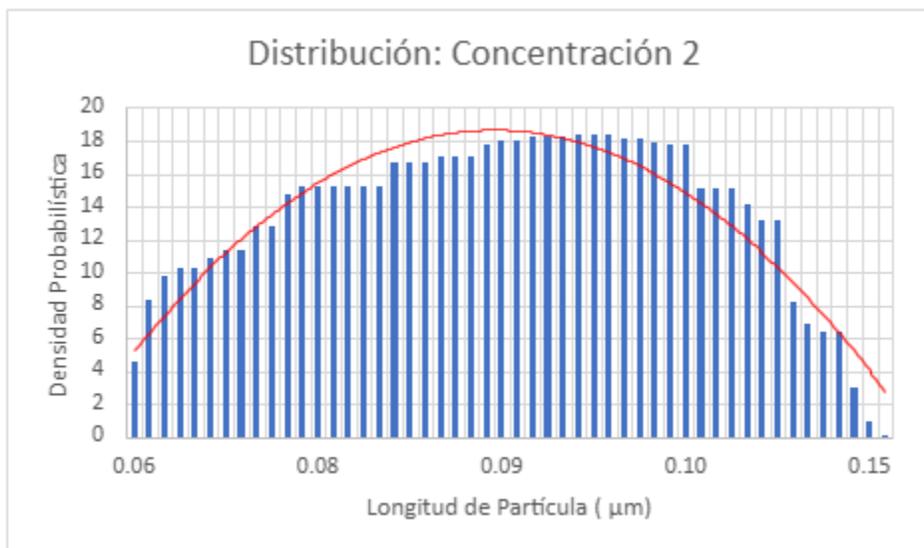


Fig. 16 Distribución del tamaño de partículas de la muestra de concentración 2.

Curva Brunauer-Emmett-Teller (BET)

La propiedad de adsorción es una propiedad importante de las muestras. Para analizar esta propiedad se llevó a cabo un análisis de BET, donde una muestra se coloca en una cámara presurizada con gas nitrógeno a una temperatura constante. El material es impregnado por el gas y a lo largo del tiempo se mide el cambio de presión. La presión de gas dentro de la cámara incrementa, para después disminuir gradualmente. Esto permite observar cuanto gas fue retenido por la superficie adsorbente del material siendo estudiado.

En las Fig. (17-20) se observa en las curvas de adsorción y desorción como el gas es retenido por las porosidades de la materia prima utilizada para este proyecto. Este análisis además brinda información sobre el tamaño y volumen de los poros en la superficie del material, información que fue obtenida a través del software Quantachrome NovaWin.

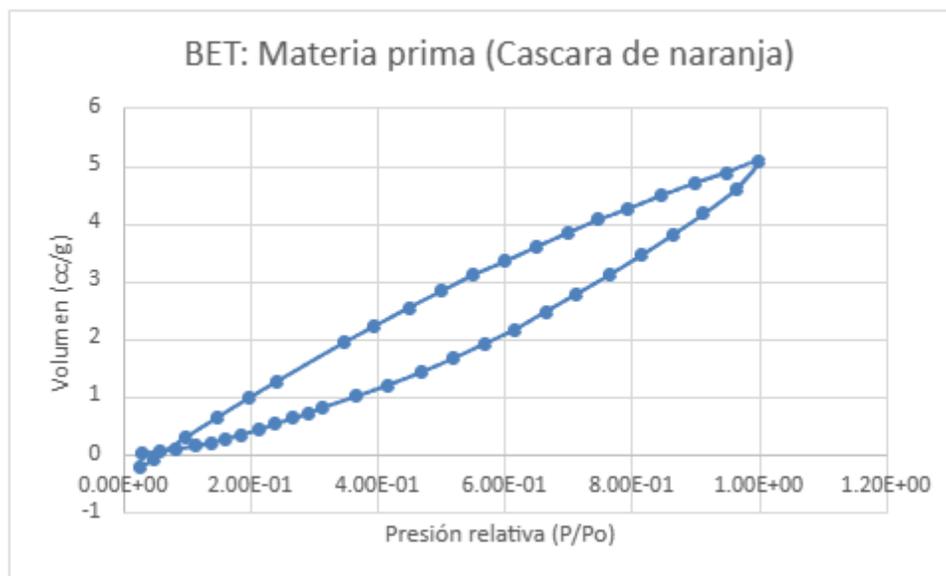


Fig. 17 Curva BET de adsorción de la materia prima.

En la Fig. 17 se puede observar como el punto de partida y el punto final en las curvas son muy cercanos. Esto indica no solo que el material tiene nula adsorción, sino que incluso perdió un poco de volumen de gas que tenía inicialmente.

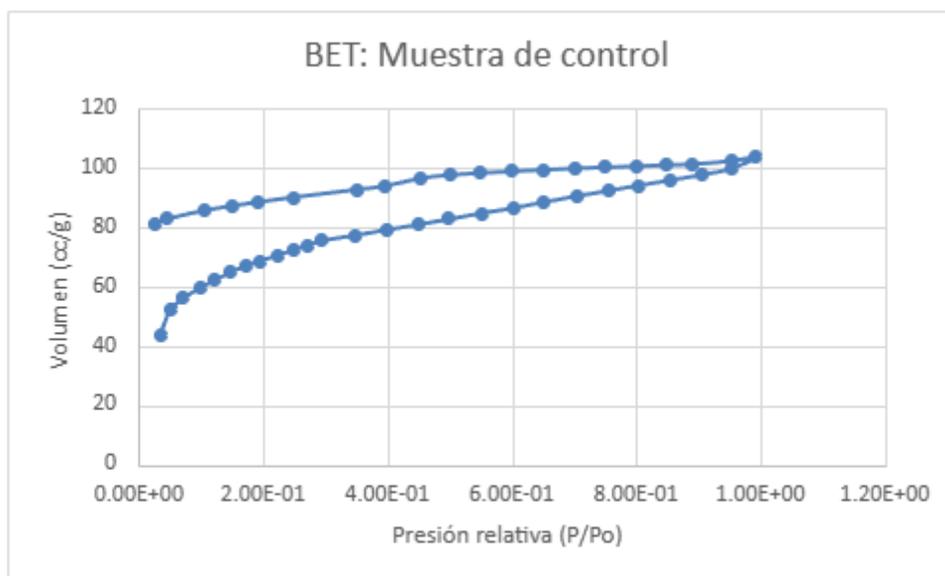


Fig. 18 Curva BET de adsorción de la muestra de control.

Para la muestra de control (Fig. 18) se obtiene un área superficial de $256.4 \text{ m}^2/\text{g}$ utilizando el procedimiento BET multipunto. El volumen total de poros para aquellos con radio menor a 1080.33 \AA bajo presión relativa de 0.991048 fue de 0.1603 cc/g . El radio promedio de los poros de esta muestra es de 12.5 \AA .

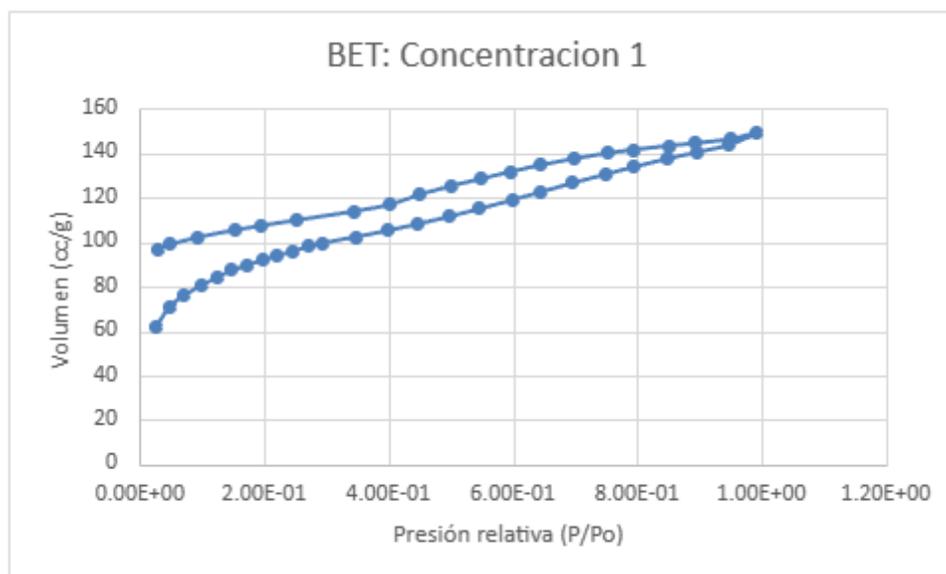


Fig. 19 Curva BET de adsorción de la muestra de concentración 1.

Para la muestra de concentración 1 (Fig. 19) se obtiene un área superficial de 337.4 m²/g utilizando el procedimiento BET multipunto. El volumen total de poros para aquellos con radio menor a 1233.04 Å bajo presión relativa de 0.992169 fue de 0.2307 cc/g. El radio promedio de los poros de esta muestra es de 13.68 Å.

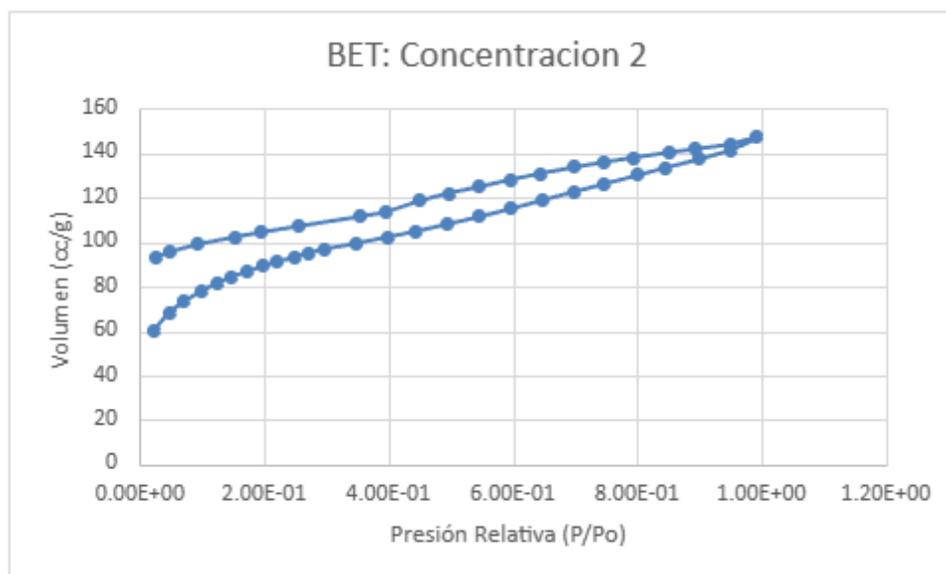


Fig. 20 Curva BET de adsorción de la muestra de concentración 2.

Para la muestra de concentración 2 (Fig. 20) se obtiene un área superficial de 325.4 m²/g utilizando el procedimiento BET multipunto. El volumen total de poros para aquellos con radio menor a 1501.24 Å bajo presión relativa de 0.993581 fue de 0.2279 cc/g. El radio promedio de los poros de esta muestra es de 14.01 Å.

Estos resultados anteriores se pueden apreciar en la Fig. 21.

Las áreas superficiales para las muestras de control, concentración 1 y concentración 2 tienen un área superficial BET de 256.4 m²/g, 337.4 m²/g and 325.4 m²/g respectivamente. Al observarlas en contraste con el área superficial de otros carbones activados se puede ver que estos tienen áreas superficiales mucho mayores, registradas hasta los 1090 m²/g por Fernández, et al. (2014) [28] en su CA utilizando cáscaras de naranja y 1289 m²/g por Saka (2012) [29] en su CA preparado utilizando cáscara de bellota.

Parametro	Control	Concentracion 1	Concentracion 2
Area superficial	256.4 m ² /g	337.4 m ² /g	325.4 m ² /g
Volumen total de poros	Con r<1080.33 Å a P/Po=0.991048 de 0.1603 cc/g	Con r<1233.04 Å a P/Po=0.992169 de 0.2307 cc/g	Con r<1501.24 Å a P/Po=0.993581 de 0.2279 cc/g
Radio promedio de poros	12.5 Å	13.68 Å	14.01 Å

Fig. 21 Tabla de resultados BET

Prueba Magnética

Utilizando una prueba rudimentaria, las muestras fueron expuestas a un campo magnético al estar contenidas en sus frascos.

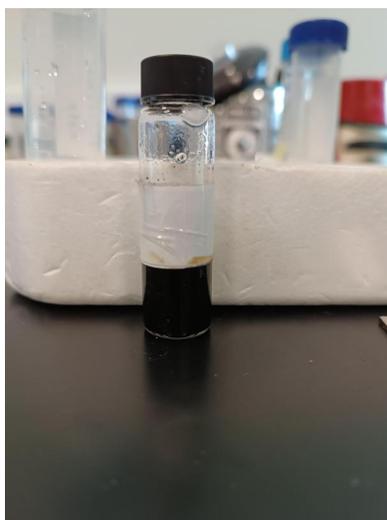


Fig. 22 Solución acuosa con CANPCo

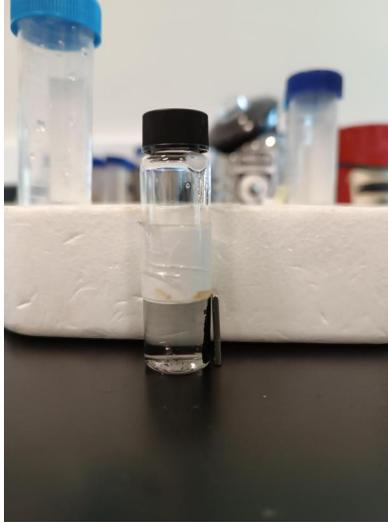


Fig. 23 Solución acuosa con CANPCo expuesta a un campo magnético

Se pudo observar claramente como las partículas respondían al campo magnético y eran atraídas por este (Fig. 22 y Fig. 23).

Conclusiones

Como se puede observar en la sección de resultados, todo apunta a que el carbón activado que se sintetizó tiene dentro de su estructura nanopartículas de óxido de cobalto. Podemos así concluir que la hipótesis fue incorrecta, ya que no formamos nanopartículas de cobalto, si no que formamos nanopartículas de óxido de cobalto (Co_3Co_4) con estructura rectangular, junto con impurezas de carbonato de calcio ($CaCO_3$). Así mismo pudimos observar el efecto de la concentración sobre el material. Las nanopartículas se volvieron más pequeñas al incrementar la concentración (142.44 nm para la concentración 1 y 94.38 nm para la concentración 2), mientras que la cantidad de nanopartículas incremento junto con la concentración. Se observó una reducción en el área superficial al incrementar la concentración de la muestra, de 337.4 m²/g a 325 m²/g. Al mismo tiempo, el radio promedio de los poros subió de 13.68 Å en la muestra 1 hasta 14.01 Å en la muestra 2.

A pesar de que no formamos las nanopartículas de cobalto metalico, la prueba rudimentaria de atracción magnética nos revela que efectivamente las partículas si tienen atracción magnética. Esto significa que si se logró formar un CA con propiedades pertinentes a nuestra motivación original. Este CA con NP de óxido de cobalto potencialmente podría ser utilizado para remover contaminantes de aguas contaminadas, para después ser removido con un campo magnético.

Sin embargo, hay áreas donde esta síntesis puede mejorar. En futuros trabajos se podría buscar maneras de obtener una mayor área superficial y eliminar las impurezas de carbonato de calcio.

Referencias

- [1] Marsh, H., & Rodríguez-Reinoso, F. (2006). *Activated carbon*. Elsevier.
- [2] Yahya, M. A., Al-Qodah, Z., & Ngah, C. W. Z. (2015). Agricultural bio-waste materials as potential sustainable precursors used for activated carbon production: A Review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 46, 218–235. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2015.02.051>
- [3] Abdulrazak, S., Hussaini, K., & Sani, H. M. (2016). Evaluation of removal efficiency of heavy metals by low-cost activated carbon prepared from African Palm Fruit. *Applied Water Science*, 7(6), 3151– 3155. <https://doi.org/10.1007/s13201-016-0460-x>
- [4] Heidarinejad, Z., Dehghani, M. H., Heidari, M., Javedan, G., Ali, I., & Sillanpää, M. (2020). Methods for preparation and activation of activated carbon: A Review. *Environmental Chemistry Letters*, 18(2), 393–415. <https://doi.org/10.1007/s10311-019-00955-0>
- [5] Yang, H. T., Su, Y. K., Shen, C. M., Yang, T. Z., & Gao, H. J. (2004). Synthesis and magnetic properties of ϵ -cobalt nanoparticles. *Surface and Interface Analysis*, 36(2), 155–160. <https://doi.org/10.1002/sia.1675>
- [6] Yurkov, G. Yu., Fionov, A. S., Koksharov, Yu. A., Koleso, V. V., & Gubin, S. P. (2007). Electrical and magnetic properties of nanomaterials containing iron or cobalt nanoparticles. *Inorganic Materials*, 43(8), 834–844. <https://doi.org/10.1134/s0020168507080055>
- [7] Mattila, P., Heinonen, H., Loimula, K., Forsman, J., Johansson, L.-S., Tapper, U., Mahlberg, R., Hentze, H.-P., Auvinen, A., Jokiniemi, J., & Milani, R. (2014). Scalable synthesis and functionalization of cobalt nanoparticles for versatile magnetic separation and metal adsorption. *Journal of Nanoparticle Research*, 16(9). <https://doi.org/10.1007/s11051-014-2606-9>
- [8] Khusnuriyalova, A. F., Caporali, M., Hey-Hawkins, E., Sinyashin, O. G., & Yakhvarov, D. G. (2021). Preparation of cobalt nanoparticles. *European*

Journal of Inorganic Chemistry, 2021(30), 3023– 3047.

<https://doi.org/10.1002/ejic.202100367>

- [9] Wei, Q., Chen, Z., Cheng, Y., Wang, X., Yang, X., & Wang, Z. (2019). Preparation and electrochemical performance of Orange Peel based-activated carbons activated by different activators. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 574, 221–227.
<https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2019.04.065>
- [10] Mohammadi, S. Z., Darijani, Z., & Karimi, M. A. (2020). Fast and efficient removal of phenol by magnetic activated carbon-cobalt nanoparticles. *Journal of Alloys and Compounds*, 832, 154942.
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.154942>
- [11] Zhang, J., Xie, Q., Liu, J., Yang, M., & Yao, X. (2011). Role of ni(no3)2 in the preparation of a magnetic coal-based activated carbon. *Mining Science and Technology (China)*, 21(4), 599–603.
<https://doi.org/10.1016/j.mstc.2011.01.003>
- [12] Xie, X., Hou, C., Wu, D., Sun, X., Yang, X., Zhang, Y., Yu, R., Zhang, S., Kimura, H., & Du, W. (2022). Facile synthesis of various co3o4/bio-activated carbon electrodes for hybrid capacitor device application. *Journal of Alloys and Compounds*, 891, 161967. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.161967>
- [13] Ramya, V., Murugan, D., Lajapathirai, C., Meenatchisundaram, S., & Arumugam, S. (2022). A composite adsorbent of superparamagnetic nanoparticles with sludge biomass derived activated carbon for the removal of chromium (VI). *Journal of Cleaner Production*, 366, 132853.
<https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2022.132853>
- [14] Yang, Q., Yang, Y., Zhang, Y., Zhang, L., Sun, S., Dong, K., Luo, Y., Wu, J., Kang, X., Liu, Q., Hamdy, M. S., & Sun, X. (2023). Highly efficient activation of peroxymonosulfate by biomass *Juncus* derived carbon decorated with cobalt nanoparticles for the degradation of ofloxacin. *Chemosphere*, 311, 137020.
<https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2022.137020>
- [15] Gouda, M. S., Shehab, M., Helmy, S., Soliman, M., & Salama, R. S. (2023). Nickel and cobalt oxides supported on activated carbon derived from Willow

-
- Catkin for efficient supercapacitor electrode. *Journal of Energy Storage*, 61, 106806. <https://doi.org/10.1016/j.est.2023.106806>
- [16] Chen, C., Wang, J., Wang, Z., Ren, W., Khairunnisa, S., Xiao, P., Yang, L., Chen, F., Wu, X.-L., & Chen, J. (2024). Paint sludge derived activated carbon encapsulating with cobalt nanoparticles for non-radical activation of peroxydisulfate. *Journal of Colloid and Interface Science*, 658, 209–218. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2023.12.079>
- [17] Saha, U., Jaiswal, R., Goswami, T. H., & Maji, P. K. (2024). Cobalt ferrite (CoFe₂O₄)–activated carbon fabric (ACF) based composite electrode material for supercapacitor application. *Journal of Energy Storage*, 99, 113218. <https://doi.org/10.1016/j.est.2024.113218>
- [18] Gul, P., Ahmad, K. S., & Ali, D. (2020). Activated carbon processed from citrus sinensis: Synthesis, characterization and application for adsorption-based separation of toxic pesticides from soils. *Separation Science and Technology*, 56(12), 2026–2035. <https://doi.org/10.1080/01496395.2020.1810071>
- [19] Gehrke, V., Maron, G. K., da Silva Rodrigues, L., Alano, J. H., de Pereira, C. M., Orlandi, M. O., & Carreño, N. L. (2021). Facile preparation of a novel biomass-derived H₃PO₄ and Mn(NO₃)₂ activated carbon from Citrus Bergamia peels for high-performance supercapacitors. *Materials Today Communications*, 26, 101779. <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2020.101779>
- [20] Wang, C., Sheng, Y., Zhao, X., Pan, Y., Hari-Bala, & Wang, Z. (2006). Synthesis of hydrophobic CaCO₃ nanoparticles. *Materials Letters*, 60(6), 854–857. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2005.10.035>
- [21] Kontrec, J., Ukrainczyk, M., Džakula, B. N., & Kralj, D. (2013). Precipitation and characterization of hollow calcite nanoparticles. *Crystal Research and Technology*, 48(9), 622–626. <https://doi.org/10.1002/crat.201300178>
- [22] Farhadi, S., Javanmard, M., & Nadri, G. (2016). Characterization of cobalt oxide nanoparticles prepared by the thermal decomposition. *Acta*

Chimica Slovenica, 335–343.

<https://doi.org/10.17344/acsi.2016.2305>

- [23] Prabakaran, D. D., Sadaiyandi, K., Mahendran, M., & Sagadevan, S. (2017). Precipitation method and characterization of cobalt oxide nanoparticles. *Applied Physics A*, 123(4).
<https://doi.org/10.1007/s00339-017-0786-8>
- [24] Hashemian, S., Salari, K., Salehifar, H., & Atashi Yazdi, Z. (2013). Removal of azo dyes (violet b and violet 5R) from aqueous solution using new activated carbon developed from Orange Peel. *Journal of Chemistry*, 2013, 1–10. <https://doi.org/10.1155/2013/283274>
- [25] Dhelipan, M., Arunchander, A., Sahu, A. K., & Kalpana, D. (2017). Activated carbon from Orange Peels as supercapacitor electrode and catalyst support for oxygen reduction reaction in proton exchange membrane fuel cell. *Journal of Saudi Chemical Society*, 21(4), 487–494.
<https://doi.org/10.1016/j.jscs.2016.12.003>
- [26] Bibi, I., Nazar, N., Iqbal, M., Kamal, S., Nawaz, H., Nouren, S., Safa, Y., Jilani, K., Sultan, M., Ata, S., Rehman, F., & Abbas, M. (2017). Green and eco-friendly synthesis of cobalt-oxide nanoparticle: Characterization and photo-catalytic activity. *Advanced Powder Technology*, 28(9), 2035–2043.
<https://doi.org/10.1016/j.appt.2017.05.008>
- [27] Yang, H., Hu, Y., Zhang, X., & Qiu, G. (2004). Mechanochemical synthesis of cobalt oxide nanoparticles. *Materials Letters*, 58(3–4), 387–389.
[https://doi.org/10.1016/s0167-577x\(03\)00507-x](https://doi.org/10.1016/s0167-577x(03)00507-x)
- [28] Fernandez, M. E., Nunell, G. V., Bonelli, P. R., & Cukierman, A. L. (2014). Activated carbon developed from Orange Peels: Batch and dynamic competitive adsorption of basic dyes. *Industrial Crops and Products*, 62, 437–445. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2014.09.015>
- [29] Saka, C. (2012). Bet, tg–DTG, FT-IR, SEM, iodine number analysis and preparation of activated carbon from Acorn Shell by chemical activation with zncl₂. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 95, 21–24.
<https://doi.org/10.1016/j.jaap.2011.12.020>

Anexos

Anexo 1: Fig. 15

Tamaños de concentracion 1	Distribucion Normal 1
0.057	1.754139674
0.069	2.624158308
0.08	3.598538234
0.085	4.084329307
0.085	4.084329307
0.086	4.183783278
0.086	4.183783278
0.092	4.790780538
0.094	4.995174344
0.098	5.403030411
0.109	6.474963784
0.11	6.565711154
0.11	6.565711154
0.114	6.912332619
0.116	7.074488571
0.12	7.372824644
0.122	7.507620972
0.123	7.571140533
0.123	7.571140533
0.125	7.690042642
0.127	7.797622226
0.128	7.847000257
0.13	7.936629704
0.134	8.077910432
0.134	8.077910432
0.135	8.105055907
0.136	8.128857258
0.136	8.128857258
0.139	8.179918029
0.143	8.199849954
0.149	8.126178696
0.159	7.738804794
0.159	7.738804794
0.161	7.624816733
0.162	7.563658636
0.164	7.433381868

0.164	7.433381868
0.171	6.902351339
0.173	6.732069719
0.178	6.277926573
0.178	6.277926573
0.178	6.277926573
0.18	6.086936766
0.18	6.086936766
0.187	5.390853475
0.198	4.271810777
0.224	2.011472756
0.256	0.537830188
0.267	0.309260154
0.288	0.093298206
Promedio 1	
0.14244	
Desviacion Estandard 1	
0.048649165	

Anexo 2: Fig. 16

Tamaños de concentracion 2	Distribucion Normal 2
0.058	4.540457024
0.067	8.312205758
0.07	9.789936235
0.071	10.29525553
0.071	10.29525553
0.072	10.80386384
0.073	11.31372915
0.073	11.31372915
0.076	12.82903613
0.076	12.82903613
0.08	14.72869332
0.081	15.16591185
0.081	15.16591185
0.081	15.16591185
0.081	15.16591185
0.081	15.16591185
0.081	15.16591185
0.085	16.69293872
0.085	16.69293872
0.085	16.69293872
0.086	17.00828903
0.086	17.00828903
0.086	17.00828903
0.089	17.76447331
0.09	17.94812064
0.09	17.94812064
0.092	18.20565803
0.092	18.20565803
0.092	18.20565803
0.094	18.31186583
0.094	18.31186583
0.094	18.31186583
0.098	18.06348238
0.098	18.06348238
0.099	17.90731448
0.1	17.7151219
0.1	17.7151219

0.108	15.06270492
0.108	15.06270492
0.108	15.06270492
0.11	14.16249321
0.112	13.20429678
0.112	13.20429678
0.122	8.197384982
0.125	6.818911863
0.126	6.386031654
0.126	6.386031654
0.136	2.951546895
0.148	0.885142037
0.17	0.044237607
Promedio 2	
0.09438	
Desviacion Estandard 2	
0.021782684	

Anexo 3: Fig. 17

Relative Pressure	Volume @ STP
	cc/g
2.89E-02	0.0093
5.82E-02	0.0504
8.45E-02	0.086
1.13E-01	0.137
1.40E-01	0.1958
1.62E-01	0.263
1.87E-01	0.3389
2.15E-01	0.4274
2.39E-01	0.5175
2.67E-01	0.6199
2.92E-01	0.7051
3.14E-01	0.8018
3.66E-01	0.9965
4.16E-01	1.1942
4.68E-01	1.4152
5.19E-01	1.6549
5.68E-01	1.9102
6.16E-01	2.16
6.65E-01	2.4713
7.14E-01	2.7793
7.66E-01	3.1094
8.16E-01	3.4486
8.65E-01	3.7943
9.14E-01	4.162
9.64E-01	4.5842
9.99E-01	5.0652
9.48E-01	4.8761
9.00E-01	4.6951
8.47E-01	4.4801
7.94E-01	4.2478
7.48E-01	4.0569
6.99E-01	3.8291

6.50E-01	3.5865
6.01E-01	3.335
5.52E-01	3.1083
5.02E-01	2.8305
4.50E-01	2.537
3.96E-01	2.2208
3.48E-01	1.9371
2.41E-01	1.2499
2.00E-01	0.983
1.50E-01	0.6433
9.85E-02	0.285
4.77E-02	-0.0867
2.84E-02	-0.2411

Anexo 4: Fig. 18

Relative Pressure	Volume @ STP
	cc/g
3.45E-02	43.7738
5.04E-02	52.1426
7.21E-02	56.1465
9.87E-02	59.6595
1.22E-01	62.165
1.46E-01	64.7823
1.72E-01	67.0351
1.95E-01	68.7766
2.25E-01	70.7555
2.49E-01	72.3855
2.70E-01	73.9162
2.95E-01	75.5754
3.47E-01	77.3522
3.98E-01	79.1617
4.52E-01	81.0767
4.99E-01	82.834
5.51E-01	84.8192
6.03E-01	86.6168
6.51E-01	88.5536
7.05E-01	90.5929
7.57E-01	92.456
8.04E-01	94.1542
8.54E-01	95.9032
9.06E-01	97.7958
9.53E-01	99.8524
9.91E-01	103.6058
9.53E-01	102.4324
8.91E-01	101.3477
8.49E-01	101.0595
8.02E-01	100.6635

7.50E-01	100.3121
7.01E-01	99.9066
6.50E-01	99.4662
6.00E-01	98.9396
5.50E-01	98.3742
5.02E-01	97.7564
4.55E-01	96.6536
3.96E-01	93.9834
3.52E-01	92.8262
2.49E-01	90.188
1.92E-01	88.5925
1.51E-01	87.3315
1.04E-01	85.6774
4.61E-02	82.8745
2.45E-02	80.985

Anexo 5: Fig. 19

Relative Pressure	Volume @ STP
	cc/g
2.52E-02	61.5422
4.75E-02	70.6981
7.08E-02	75.9624
9.88E-02	80.4644
1.24E-01	83.9623
1.49E-01	87.2795
1.73E-01	89.6349
1.97E-01	91.8715
2.22E-01	93.9562
2.45E-01	95.818
2.72E-01	98.0206
2.95E-01	99.6998
3.48E-01	102.3719
3.98E-01	105.1437
4.46E-01	108.1071
4.97E-01	111.4645
5.46E-01	114.9536
6.00E-01	119.0611
6.46E-01	122.6939
6.97E-01	126.6173
7.50E-01	130.6233
7.96E-01	133.8679
8.48E-01	137.4986
8.96E-01	140.4438
9.48E-01	143.7779
9.92E-01	149.1539
9.51E-01	146.4532
8.94E-01	144.6033
8.51E-01	143.4052

7.96E-01	141.6409
7.53E-01	140.1289
6.99E-01	137.6444
6.46E-01	134.7932
5.97E-01	131.7543
5.48E-01	128.4794
5.00E-01	125.2157
4.50E-01	121.3934
4.03E-01	116.9694
3.44E-01	113.8679
2.53E-01	109.9812
1.96E-01	107.4475
1.55E-01	105.525
9.45E-02	102.2708
4.80E-02	98.853
2.78E-02	96.4668

Anexo 6: Fig. 20

Relative	Volume @ STP
Pressure	
	cc/g
2.16E-02	59.9474
4.69E-02	68.1331
7.22E-02	73.4667
9.83E-02	77.8341
1.24E-01	81.5211
1.46E-01	84.3473
1.73E-01	86.7556
1.98E-01	89.0962
2.20E-01	91.1109
2.49E-01	93.2458
2.71E-01	95.1482
2.96E-01	96.7751
3.48E-01	99.5016
3.99E-01	102.2914
4.45E-01	104.9624
4.96E-01	108.1621
5.46E-01	111.4109
5.98E-01	115.1267
6.47E-01	118.862
6.98E-01	122.5823
7.47E-01	126.1516
8.00E-01	130.0785
8.46E-01	133.4948
9.00E-01	137.3377
9.49E-01	141.4715
9.94E-01	147.3171
9.51E-01	144.1775

8.94E-01	141.9773
8.51E-01	140.375
7.94E-01	138.0405
7.46E-01	135.9418
6.99E-01	133.7758
6.45E-01	130.9487
5.96E-01	128.0905
5.47E-01	125.0243
4.96E-01	122.0119
4.49E-01	118.5204
3.97E-01	113.8039
3.55E-01	111.5838
2.54E-01	107.1555
1.95E-01	104.4084
1.54E-01	102.3886
9.40E-02	99.0298
4.69E-02	95.4627
2.66E-02	93.047