

Influencia del agente activante en las propiedades físico-químicas de materiales carbonosos procedentes de residuos biomásicos

Pablo Gutiérrez-Sánchez*, Silvia Álvarez-Torrellas, Marcos Larriba, Juan García

Grupo de Catálisis y Procesos de Separación, Departamento de Ingeniería Química y de Materiales, Facultad de Ciencias Químicas, Universidad Complutense de Madrid, Avda. Complutense s/n, 28040 Madrid, España.

pgutie03@ucm.es

Palabras clave: síntesis de carbones, activación química, valorización de residuos, lodos.

Introducción

El principal residuo generado en las EDAR son los lodos, cuya procedencia mayoritaria es el tratamiento biológico. En este sentido, la tasa de producción de lodos a nivel mundial alcanzó 45 millones de toneladas en 2017, y se prevé un aumento del 24 y 51 % en 2030 y 2050, respectivamente [1]. Los lodos de depuradora se caracterizan por su composición heterogénea, pudiendo contener sustancias de carácter tóxico. Este hecho no sólo limita su aplicación, sino que requiere de tratamientos adecuados para su gestión. Además, la presión social, política y económica ha promovido el desarrollo de rutas alternativas enfocadas a la adopción de un cambio de paradigma en el consumo de recursos hacia una economía circular. En los últimos años, se han desarrollado varias tecnologías eficaces para el tratamiento de este residuo, entre las que destaca la pirólisis. El elevado contenido en materia orgánica de los lodos, hasta un 55-70 % en materia seca, les convierte en un recurso altamente eficaz para la síntesis de biocarbones [2]. Así, en base a los principios de la ingeniería verde, se ha propuesto una alternativa prometedora para la valorización de lodos de depuradora, evaluando la influencia de dos haluros metálicos ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ y NiCl_2), y su combinación, para la síntesis de catalizadores de naturaleza carbonosa mediante procesos térmicos.

Experimental

Los carbones se sintetizaron haciendo uso de un proceso térmico con activación química. En primer lugar, se llevó a cabo el secado en horno (105 °C, 24 horas) de lodos de procedencia industrial. A continuación, tras una molienda, se sometió a los materiales a un proceso de impregnación a humedad incipiente empleando $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ y NiCl_2 como agentes activantes. La proporción utilizada para la activación química fue de 1 g de agente/g de lodo. Tras el secado del sólido, se pirolizó el material en un reactor vertical de cuarzo (800 °C, 2 horas), a un caudal constante de N_2 (100 mL/min) y una velocidad de calentamiento de 10 °C/min. Después, se lavó el carbón empleando una disolución de HCl 1M, para eliminar el exceso de hierro y níquel y, a continuación, con agua ultrapura. El sólido final se secó en horno (105 °C, 24 horas), se trituró y tamizó a un tamaño de partícula inferior a 250 μm . Los materiales resultantes obtenidos a partir de $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ y NiCl_2 se denominarán *Industrial-Fe* y *Industrial-Ni*, respectivamente, mientras que el sintetizado mediante la mezcla de ambas sales se ha nombrado como *Industrial-FeNi*.

Las propiedades texturales y químicas de los catalizadores se determinaron mediante varias técnicas de caracterización: determinación de isoterma de adsorción-desorción de N_2 , fluorescencia de rayos X (FRX), análisis elemental (AE), difracción de rayos X (DRX), espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) y análisis termogravimétrico (TG/DTG).

Resultados y discusión

Los catalizadores sintetizados mostraron isotermas Tipo I-IV, con ciclos de histéresis Tipo H3-H4. En este sentido, la distribución del tamaño de los poros puso de manifiesto la naturaleza micro-mesoporosa de los materiales, alcanzando un valor medio de 4 nm para todos los sólidos. Los valores de superficie específica (S_{BET}) de los catalizadores sintetizados oscilaron entre 397 y 713 m^2/g . En cuanto a su análisis estructural, en los difractogramas de los materiales basados en Fe (*Industrial-Fe*, *Industrial-FeNi*) se observaron tres picos anchos, característicos de sólidos poco cristalinos, situados en valores de 2θ de 26° y 43°, planos (0 0 2), (1 0 0)-(1 0 1), y que corresponden a la fase grafito. Por otra parte, los difractogramas de los catalizadores basados en Ni (*Industrial-Fe*, *Industrial-FeNi*) mostraron tres importantes señales de reflexión a 44,6 ° (1 1 1), 51,9 ° (2 0 0) y 76,4 ° (2 2 0), características del Ni metálico con estructura CFC.

Asimismo, los análisis de composición química revelaron un mayor contenido en carbono en el catalizador sintetizado con $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (*Industrial-Fe*) en comparación con el obtenido utilizando NiCl_2 (*Industrial-Ni*). El catalizador bimetálico (*Industrial-FeNi*) mostró un valor intermedio a los anteriores. Asimismo, en el material *Industrial-Fe* se observó una reducción del contenido en oxígeno a aproximadamente la mitad del presente en los lodos (14,6% en peso), mientras que los catalizadores de Ni y bimetálicos mostraron una variación prácticamente insignificante. En el catalizador basado en Ni se encontró un 26,8 % wt. de Ni, y el material *Industrial-Fe* únicamente mostró un 5,1 % wt. de Fe. Finalmente, el sólido *Industrial-FeNi* mostró una mayor

concentración de Fe que el catalizador *Industrial-Fe*, mientras que el contenido en Ni fue inferior al encontrado en el material *Industrial-Ni*.

El análisis TG reveló una pérdida de masa en torno a 100 °C, atribuida al agua adsorbida en los materiales carbonosos. A temperaturas cercanas a la temperatura de pirólisis, es decir, entre 700 y 900 °C, se observó una pérdida de masa más pronunciada, lo que se debe a la eliminación de compuestos que requieren una temperatura o tiempo de pirólisis superiores a los utilizados en la síntesis.

Conclusiones

En este trabajo se ha abordado la valorización de lodos de depuradora mediante procesos térmicos para producir biocarbones. En este sentido, el uso de este residuo como precursor biomásico generó una gran heterogeneidad en la composición química de los materiales. Asimismo, todos ellos mostraron isotermas de adsorción-desorción de N_2 Tipo I-IV, con un carácter micro-mesoporoso y valores medios-altos de SBET. Estas propiedades evidenciaron el potencial que presentan estos biocarbones para ser empleados en procesos de adsorción y/o catálisis.

Agradecimientos

Los autores agradecen la financiación obtenida por la Comunidad de Madrid (IND2019/AMB-17114), Red REMTAVARES S2018/EMT-4341 y el Fondo Social Europeo. Los autores también agradecen al proyecto PID2020-116478RB-I00 financiado por MCIN/ AEI /10.13039/501100011033.

Referencias

- [1] J.C. Jiménez, J.G. Rodríguez, B.H. Mendioroz, V. Ismael Águeda Maté, S. Álvarez-Torrellas, Revision of the Most Harmful Organic Compounds Present in Sewage and Sludge, in: The Handbook of Environmental Chemistry, Springer, 2022: pp. 1–20.
- [2] J. Racek, J. Sevcik, T. Chorazy, J. Kucerik, P. Hlavinec, Biochar – recovery material from pyrolysis of sewage sludge: A review, Waste Biomass Valorization. 11 (2020) 3677–3709.