



Universidad de Oviedo

**ESCUELA POLITÉCNICA DE INGENIERÍA DE GIJÓN.**

**GRADO EN INGENIERÍA QUÍMICA INDUSTRIAL**

**ÁREA DE TECNOLOGÍAS DEL MEDIO AMBIENTE**

**VALORIZACIÓN DE RESIDUOS INDUSTRIALES COMO ADSORBENTES  
ESPECÍFICOS PARA EL TRATAMIENTO AVANZADO DE CONTAMINANTES  
EMERGENTES EN AGUAS RESIDUALES**

**ABEL MENÉNDEZ GONZÁLEZ**

**TUTOR: JESÚS AVELINO RODRÍGUEZ IGLESIAS**

**FECHA: JULIO 2025**

# ÍNDICE

1.	Introducción .....	12
1.1.	EL HORNO ALTO .....	12
1.1.1.	Materias primas.....	12
1.1.2.	Proceso siderúrgico .....	13
1.1.3.	Productos del horno alto .....	14
1.2.	EL COK .....	14
1.2.1.	Instalaciones .....	14
1.2.2.	Procesos en las baterías de cok.....	15
1.3.	INCINERACIÓN DE RESIDUOS.....	16
1.3.1.	Objetivos.....	16
1.3.2.	Proceso de incineración de residuos.....	16
1.3.3.	Productos del proceso de incineración de residuos .....	17
2.	Objetivo y alcance .....	18
3.	Antecedentes.....	19
3.1.	PROCESO DE ADSORCIÓN .....	19
3.2.	ADSORBENTES.....	20
3.2.1.	Activación de adsorbentes .....	20
3.2.1.1.	Proceso de activación físico .....	21
3.2.1.2.	Proceso de activación químico.....	21
4.	Metodología de trabajo.....	23
4.1.	MATERIAS PRIMAS UTILIZADAS.....	23
4.1.1.	Agua residual de baterías de cok.....	23

4.1.2.	Escoria de horno alto.....	24
4.1.3.	Finos de carbón de cok.....	25
4.1.4.	Residuos de incineradora .....	25
4.2.	DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS FÍSICO-QUÍMICOS .....	26
4.2.1.	Determinación de la conductividad eléctrica.....	26
4.2.2.	Determinación del pH.....	26
4.2.3.	Determinación de Sólidos Suspendidos Totales (SST).....	27
4.2.4.	Determinación de la Demanda Química de Oxígeno (DQO).....	28
4.2.5.	Determinación de nitrógeno amoniacal ( $\text{NH}_4^+$ ).....	29
4.2.6.	Determinación de metales .....	30
4.2.6.1.	Digestión en microondas.....	31
4.2.6.2.	Medida de metales pesados .....	32
4.2.7.	Determinación de aniones .....	34
4.2.7.1.	Análisis de las muestras .....	35
4.3.	PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL .....	36
4.3.1.	Pretratamiento del agua residual.....	36
4.3.2.	Caracterización del agua residual.....	37
4.3.3.	Lavado de adsorbentes.....	38
4.3.4.	Activación del residuo .....	38
4.3.4.1.	Activación térmica.....	39
4.3.4.2.	Activación química mediante disolución de sales de aluminio .....	39
4.3.4.3.	Activación química mediante disolución de sales de lantano .....	39
4.3.4.4.	Activación química mediante disolución de cloruro de zinc.....	40
4.3.4.5.	Combinación de métodos de activación .....	40

4.3.5.	Elección del método de activación .....	40
5.	Resultados .....	42
5.1.	CARACTERIZACIÓN DEL AGUA RESIDUAL .....	42
5.2.	ENSAYOS DE ACTIVACIÓN .....	44
5.2.1.	Ensayos con escoria de horno alto .....	44
5.2.1.1.	Ensayo con activación térmica a 800°C. ....	44
5.2.1.2.	Ensayo con activación térmica a 800°C y química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 0,1M.....	45
5.2.2.	Ensayos con finos de carbón de cok.....	46
5.2.2.1.	Ensayos con activación térmica a 800°C y química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 0,3M.....	46
5.2.3.	Ensayos con escoria de incineradora .....	47
5.2.3.1.	Ensayos sin activación. ....	47
5.2.3.2.	Ensayos con activación térmica a 800°C.....	48
5.2.3.3.	Ensayos con activación térmica a 900°C.....	48
5.2.3.4.	Ensayos con activación química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 0,5M.....	49
5.2.3.5.	Ensayos con activación térmica a 800°C y química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 0,5M.....	50
5.2.3.6.	Ensayos con activación térmica a 900°C y química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 0,5M.....	51
5.2.3.7.	Ensayos con activación química mediante disolución de sales de aluminio con un contenido de Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> del 10% de concentración 1M.....	52
5.2.3.8.	Ensayos con activación térmica a 800°C y química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 1M.....	52

5.2.3.9.	Ensayos con activación térmica a 900°C y química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 1M.....	53
5.2.3.10.	Ensayos con activación química mediante disolución de sales de lantano de concentración 0,1M. ....	54
5.2.3.11.	Ensayos con activación térmica a 800°C y química mediante disolución de sales de lantano de concentración 0,1M. ....	55
5.2.3.12.	Ensayos con activación térmica a 900°C y química mediante disolución de sales de lantano de concentración 0,1M. ....	56
5.2.3.13.	Ensayos con activación química mediante disolución de cloruro de zinc de concentración 0,5M.....	57
5.2.3.14.	Ensayos con activación térmica a 800°C y química mediante disolución de cloruro de zinc de concentración 0,5M.....	58
5.2.4.	Ensayos con cenizas volantes de incineradora.....	58
5.2.4.1.	Ensayo sin activación.....	58
5.2.4.2.	Ensayo con activación química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 0,5M.....	59
5.3.	COMPARATIVA DE PROCESOS DE ADSORCIÓN .....	60
5.3.1.	Comparativa de eliminación de contaminantes con escoria de incineradora	60
5.3.1.1.	Comparativa de eliminación de DQO con escoria de incineradora .....	60
5.3.1.2.	Comparativa de eliminación de fluoruros con escoria de incineradora	61
5.3.1.3.	Comparativa de eliminación de nitritos con escoria de incineradora ...	63
5.3.1.4.	Comparativa de eliminación de bromuros con escoria de incineradora	64
5.3.1.5.	Comparativa de eliminación de fosfatos con escoria de incineradora ..	65
5.3.2.	Comparativa de eliminación de contaminantes entre distintos residuos ....	66
5.3.2.1.	Comparativa de eliminación de DQO entre distintos residuos .....	66

5.3.2.2.	Comparativa de eliminación de fluoruros entre distintos residuos .....	67
5.3.2.3.	Comparativa de eliminación de nitritos entre distintos residuos.....	68
5.3.2.4.	Comparativa de eliminación de bromuros entre distintos residuos .....	69
5.3.2.5.	Comparativa de eliminación de fosfatos entre distintos residuos .....	70
6.	Conclusiones.....	72
7.	Bibliografía.....	73
8.	Anexos .....	75
8.1.	CROMATOGRAMAS.....	75
8.1.1.	Ensayo con escoria de horno alto con activación térmica a 800°C. ....	75
8.1.2.	Ensayo con escoria de horno alto con activación térmica a 800°C y química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 0,1M.....	76
8.1.3.	Ensayo con finos de carbón de cok con activación térmica a 800°C y química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 0,3M.....	77
8.1.4.	Ensayo con escoria de incineradora sin activación. ....	78
8.1.5.	Ensayo con escoria de incineradora con activación térmica a 800°C.....	79
8.1.6.	Ensayo con escoria de incineradora con activación térmica a 900°C.....	80
8.1.7.	Ensayo con escoria de incineradora con activación química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 0,5M. ....	81
8.1.8.	Ensayo con escoria de incineradora con activación térmica a 800°C y química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 0,5M. ....	82
8.1.9.	Ensayo con escoria de incineradora con activación térmica a 900°C y química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 0,5M. ....	83
8.1.10.	Ensayo con escoria de incineradora con activación química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 1M. ....	84
8.1.11.	Ensayo con escoria de incineradora con activación térmica a 800°C y química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 1M. ....	85

8.1.12. Ensayo con escoria de incineradora con activación térmica a 900°C y química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 1M. ....	86
8.1.13. Ensayo con escoria de incineradora con activación química mediante disolución de sales de lantano de concentración 0,1M. ....	87
8.1.14. Ensayo con escoria de incineradora con activación térmica a 800°C y química mediante disolución de sales de lantano de concentración 0,1M. ....	88
8.1.15. Ensayo con escoria de incineradora con activación térmica a 900°C y química mediante disolución de sales de lantano de concentración 0,1M. ....	89
8.1.16. Ensayo con escoria de incineradora con activación química mediante disolución de cloruro de zinc de concentración 0,5M. ....	90
8.1.17. Ensayo con escoria de incineradora con activación térmica a 800°C y química mediante disolución de cloruro de zinc de concentración 0,5M. ....	91
8.1.18. Ensayo con cenizas volantes sin activación. ....	92
8.1.19. Ensayo con cenizas volantes con activación química mediante disolución comercial de aluminio de concentración 0,5M. ....	93

## ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 5.1. Parámetros físico-químicos del agua residual de baterías de cok. ....	42
Tabla 5.2. Resultados ensayo con escoria de horno alto con activación térmica a 800°C. 44	
Tabla 5.3. Resultados ensayo con escoria de horno alto con activación térmica a 800°C y química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 0,1M. ....	45
Tabla 5.4. Resultados ensayos con finos de carbón de cok con activación térmica a 800°C y química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 0,3M. ....	46
Tabla 5.5. Resultados ensayos con escoria de incineradora sin activación. ....	47
Tabla 5.6. Resultados ensayos con escoria de incineradora con activación térmica a 800°C. ....	48
Tabla 5.7. Resultados ensayos con escoria de incineradora con activación térmica a 900°C. ....	49
Tabla 5.8. Resultados ensayos con escoria de incineradora con activación química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 0,5M. ....	49
Tabla 5.9. Resultados ensayos con escoria de incineradora con activación térmica a 800°C y química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 0,5M. ....	50
Tabla 5.10. Resultados ensayos con escoria de incineradora con activación térmica a 900°C y química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 0,5M. ....	51
Tabla 5.11. Resultados ensayos con escoria de incineradora con activación química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 1M. ....	52
Tabla 5.12. Resultados ensayos con escoria de incineradora con activación térmica a 800°C y química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 1M. ....	53
Tabla 5.13. Resultados ensayos con escoria de incineradora con activación térmica a 900°C y química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 1M. ....	54
Tabla 5.14. Resultados ensayos con escoria de incineradora con activación química mediante disolución de sales de lantano de concentración 0,1M. ....	54

Tabla 5.15. Resultados ensayos con escoria de incineradora con activación térmica a 800°C y química mediante disolución de sales de lantano de concentración 0,1M. ....	55
Tabla 5.16. Resultados ensayos con escoria de incineradora con activación térmica a 900°C y química mediante disolución de sales de lantano de concentración 0,1M. ....	56
Tabla 5.17. Resultados ensayos con escoria de incineradora con activación química mediante disolución de cloruro de zinc de concentración 0,5M. ....	57
Tabla 5.18. Resultados ensayos con escoria de incineradora con activación térmica a 800°C y química mediante disolución de cloruro de zinc de concentración 0,5M. ....	58
Tabla 5.19. Resultados ensayo con cenizas volantes sin activación. ....	59
Tabla 5.20. Resultados ensayo con cenizas volantes con activación química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 0,5M. ....	59

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 4.1. Multímetro Hach HQ4300 y sonda de conductividad CDC401. ....	26
Figura 4.2. Estufa J. P. SELECTA DIGHEAT-TFT.....	27
Figura 4.3. Balanza Mettler Toledo AT261 DeltaRange. ....	28
Figura 4.4. Espectrofotómetro Hach DR3900. ....	29
Figura 4.5. Equipo Gerhardt VAPODEST 500.....	29
Figura 4.6. Microondas MILESTONE ETHOS 1 .....	31
Figura 4.7. Espectrofotómetro de absorción atómica Perkim Elmer PinAAcle 900F.....	33
Figura 4.8. Cromatógrafo Metrohm 861 Advance Compact IC.....	34
Figura 4.9. Ejemplo de cromatograma. ....	36
Figura 4.10. Equipo de filtración Koch KSS Laboratory Cell CF-2. ....	37
Figura 4.11. Agitador J. P. SELECTA Vibromatic.....	38
Figura 5.1. Cromatograma del agua residual de baterías de cok con dilución 1:10. ....	44
Figura 5.2. Comparativa para la eliminación de DQO con escoria de incineradora. ....	61
Figura 5.3. Comparativa para la eliminación de fluoruros con escoria de incineradora. ...	62
Figura 5.4. Comparativa para la eliminación de nitritos con escoria de incineradora. ....	63
Figura 5.5. Comparativa para la eliminación de bromuros con escoria de incineradora. ..	64
Figura 5.6. Comparativa para la eliminación de fosfatos con escoria de incineradora.....	65
Figura 5.7. Comparativa para la eliminación de DQO entre distintos residuos: escoria de horno alto, finos de carbón de cok y escoria de incineradora. ....	66
Figura 5.8. Comparativa para la eliminación de fluoruros entre distintos residuos: escoria de horno alto, finos de carbón de cok y escoria de incineradora. ....	67
Figura 5.9. Comparativa para la eliminación de nitritos entre distintos residuos: escoria de horno alto, finos de carbón de cok y escoria de incineradora. ....	68

Figura 5.10. Comparativa para la eliminación de bromuros entre distintos residuos: escoria de horno alto, finos de carbón de cok y escoria de incineradora. .... 69

Figura 5.11. Comparativa para la eliminación de fosfatos entre distintos residuos: escoria de horno alto, finos de carbón de cok y escoria de incineradora. .... 70

# 1. Introducción

El tratamiento del agua residual procedentes de procesos industriales se ha convertido en un aspecto clave desde el punto de vista medioambiental, ya que su objetivo es el de devolver el agua empleada al medio ambiente de manera que no afecte sus características naturales. Las condiciones en las que se vierten pueden tener un gran impacto, debido a la carga de contaminantes presentes que pueden llegar a modificar los parámetros físicos, químicos y biológicos del medio receptor.

Las operaciones de adsorción de contaminantes en aguas residuales ya son empleadas en los procesos de tratamiento de aguas, especialmente en las etapas terciarias donde, mediante el uso de columnas, se pone el agua a tratar en contacto con un sólido que normalmente se trata de carbón activo. En estos casos, el objetivo es la reducción de metales pesados, sustancias orgánicas y contaminantes emergentes.

El objetivo de esta investigación es analizar la capacidad de adsorción de distintos residuos sólidos industriales para el tratamiento de aguas residuales de baterías de cok. Se trabaja en este caso con residuos con tres orígenes diferentes: escoria de horno alto, finos de carbón de cok, y escoria y cenizas volantes provenientes de un proceso de tratamiento térmico de residuos.

## 1.1. EL HORNO ALTO

El horno alto es un reactor vertical empleado en la industria siderúrgica para la producción de arrabio, siendo este el material base para la fabricación del acero.

### 1.1.1. Materias primas

El principal material empleado en el proceso siderúrgico, es el mineral de hierro, cuya composición se divide en una parte útil con óxidos de hierro llamada mena, y una parte de menor valor llamada ganga. El proceso está condicionado por la riqueza de mena

dentro del mineral siendo la norma entre el 50% y el 65%. Para favorecer la operación del horno alto y facilitar la obtención de productos con una calidad uniforme, se homogeneizan los materiales que llegan a la planta, realizando un cribado y triturado donde se mezclan distintos minerales para lograr una composición química homogénea.

Otra materia prima empleada es el carbón de cok, el cual surge tras calentar la hulla que es otro tipo de carbón formado a partir de la descomposición de materia vegetal y que contiene entre un 45% y un 85% de carbono. Sus funciones son la producción del calor necesario en las reacciones de reducción mediante su combustión, la producción de gas reductor que participa en la transformación de los óxidos en arrabio, soportar las cargas del horno alto y facilitar el paso del gas dando permeabilidad a la carga introducida.

Los fundentes son materiales empleados para reducir el punto de fusión de la ganga y combinarse con las impurezas presentes en el horno alto para formar la escoria. Los más comunes son la sílice, la dolomía y la caliza.

Por último, en algunos procesos, se emplea chatarra de acero mezclada con el arrabio. Esta fracción incluye al conjunto de piezas metálicas y de acero inservible sin ninguna utilidad.

### **1.1.2. Proceso siderúrgico**

Por la tragante del horno alto, en la parte superior, se introducen las materias primas anteriormente mencionadas, las cuales al descender se ponen en contacto con el gas reductor en contracorriente.

En la parte inferior del horno, la combustión del cok y sus gases llegan a temperaturas por encima de 2000°C, provocando que la carga llegue a la temperatura necesaria para la reducción de óxidos y la formación de escoria.

Estas materias primas, a medida que descienden por el horno alto, van transformándose. Los óxidos de hierro se reducen y el hierro liberado se encuentra en estado líquido al llegar a la parte baja del horno, recogándose mediante el crisol. La ganga se une a los fundentes para formar la escoria, también en estado líquido.

### **1.1.3. Productos del horno alto**

El producto principal del horno alto es el arrabio, compuesto en su mayoría por hierro (entre un 90% y 95%), carbón (entre un 3% y 4,5%), silicio (hasta 2,5%) y otros elementos químicos presentes en los minerales. Los compuestos controlables según su concentración en el horno alto son el azufre, el manganeso y el silicio, a diferencia del resto de compuestos que dependen de las cargas introducidas en el horno alto.

Por otro lado, las escorias recogen los elementos no deseados en el arrabio, absorbiendo también gran parte del azufre del crisol. Su composición depende de la cantidad de elementos escorificables introducidos en las cargas y del grado de desulfuración buscado para el arrabio.

Por la parte superior del horno, sale una corriente de gases que arrastre partículas de mineral. Estas partículas se mezclan con los finos de mineral para sinterizarlos y volver a ser introducidos en el proceso. Los gases depurados se reutilizan para ser utilizados como combustible por su gran contenido en monóxido de carbono (CO). Este gas, es denominado gas pobre por no tener un poder calorífico alto, pero al ser mezclado con gas de baterías, se emplea en las estufas para calentar el aire o en otras instalaciones.

## **1.2. EL COK**

El cok empleado es el producto obtenido de la destilación de pasta de carbón a temperaturas por encima de 1000°C en ausencia de aire.

### **1.2.1. Instalaciones**

La coquización tiene lugar en las baterías de cok, formadas por entre 20 y 80 hornos dispuestos en serie, separados por cámaras de combustión donde están situados los quemadores. La batería consta de una cámara de metal recubierta de metales refractarios capaces de soportar las altas temperaturas sin descomponerse.

### **1.2.2. Procesos en las baterías de cok**

La carga del carbón en el horno se realiza por la parte superior del mismo a través de tolvas y carros de carga.

El calentamiento de las cámaras se produce debido a los quemadores, que aprovechando la combustión del gas, provocando a su vez la obtención de la temperatura adecuada para la coquización del carbón.

La coquización es un proceso que tiene lugar a diferentes temperaturas. En primer lugar, al alcanzar los 105°C y los 200°C, se produce la evaporación del agua y se desprenden los hidrocarburos parafínicos respectivamente. A continuación, aproximadamente a los 360°C, comienza el reblandecimiento de la pasta hasta los 410°C, donde debido al estado semipastoso de la misma, se produce un hinchamiento por la dificultad de la salida de gases hasta los 450°C, donde se produce la desgasificación primaria, desprendiéndose una gran cantidad de etano, metano y monóxido de carbono. Posteriormente, a los 700°C, se da la desgasificación secundaria, donde se desprende etileno, hidrógeno y monóxido de carbono. Por último, a los 1200°C, finaliza el proceso, terminando de desprenderse todos los sólidos volátiles.

El apagado del cok se realiza a la salida del horno al entrar en contacto con el aire, por lo que, para que no se produzca una combustión, se realiza mediante un riego intenso con agua.

Por último, el cok es clasificado por tamaños siendo el deseado entre 30 y 60 mm de diámetro para ser enviado al horno alto. Si se obtienen tamaños superiores a 60 mm, son triturados para volver a ser clasificados, mientras que los de inferior tamaño a 30 mm, son almacenados.

### **1.3. INCINERACIÓN DE RESIDUOS**

La incineración de residuos es uno de los procesos térmicos de tratamiento de residuos, cuyo objetivo es el de la conversión del residuo sólido en productos gaseosos, líquidos y sólidos con la emisión de energía en forma de calor o de productos de naturaleza reducida.

#### **1.3.1. Objetivos**

Estos procesos, tienen tres grandes objetivos:

- Reducción de volumen. Parte del residuo sólido se transforma en compuestos gaseosos.
- Aprovechamiento energético. El proceso libera energía o produce compuestos de alto contenido energético.
- Destoxificación de residuos peligrosos. Una gran cantidad de materiales tóxicos son destruidos por la acción de la temperatura.

A la vez que se cumplen estos objetivos, este proceso tiene una serie de ventajas: reducción de volumen, estabilización de residuos, recuperación de energía de los residuos y el requerimiento de un área de disposición relativamente pequeña. A su vez, tiene desventajas como que requiere de materiales adecuados que soporten las altas temperaturas y también requiere de tratamiento de efluentes.

#### **1.3.2. Proceso de incineración de residuos**

En primer lugar, se debe preparar el residuo realizando un pretratamiento en el cual se separan como rechazo objetos inservibles y no combustibles. Posteriormente, se realiza la alimentación de los residuos a la cámara de combustión, donde se realiza la reacción de combustión llegando a alcanzar temperaturas entre 850 y 900°C. Debido a estas altas temperaturas, la cámara de combustión requiere de estar construida con materiales refractarios resistentes a estas elevadas temperaturas y que aseguren la integridad estructural en el ciclo de expansión y compresión resultante de las repeticiones de calentamiento y enfriamiento.

La recuperación de energía se produce debido a que las paredes de la cámara de combustión se forran con tuberías de caldera, dispuestas verticalmente. El agua circulante absorbe el calor generado en la cámara y genera vapor.

### **1.3.3. Productos del proceso de incineración de residuos**

Tras este proceso, se obtiene unos productos sólidos separados en escoria o cenizas fijas resultantes de la combustión, con contenido en metales, y también se obtienen cenizas volantes transportadas por las corrientes de gases salientes de la cámara de combustión y captadas gracias al sistema de tratamiento de gases.

## 2. Objetivo y alcance

El presente Trabajo Fin de Grado tiene como finalidad el estudio del proceso de adsorción de contaminantes de aguas residuales de baterías de cok, empleando como adsorbente distintos residuos sólidos de origen industrial como son las escorias y cenizas volantes de un proceso de tratamiento térmico de residuos provenientes de COGERSA.

Para alcanzar el objetivo general establecido se determinan los siguientes objetivos intermedios:

- Caracterización del agua residual y comprobación de los contaminantes presentes que puedan tener interés para su reducción.
- Realización de ensayos para conocer la viabilidad de reducción de contaminantes del agua residual mediante el proceso de adsorción empleando como adsorbentes residuos sólidos.
- Ensayar diferentes métodos de activación del residuo sólido con el fin de determinar si es posible incrementar la capacidad de adsorción de contaminantes.

## 3. Antecedentes

### 3.1. PROCESO DE ADSORCIÓN

La adsorción es un proceso físico-químico mediante el cual una sustancia presente en un gas o líquido es retenida sobre la superficie de un sólido. El material sobre el que se deposita esta sustancia se conoce como adsorbente, mientras que el componente retenido se denomina adsorbato. Esta retención puede ser debida a dos causas: por interacciones físicas, basadas en fuerzas de Van der Waals, o por interacciones químicas, que implican la formación de enlaces químicos entre adsorbente y adsorbato. Esta retención por interacciones químicas es un proceso más selectivo ya que depende de la naturaleza de las sustancias.

La operación contraria a la adsorción es la desorción, donde se transfieren las sustancias presentes en la superficie de un sólido a una fase móvil que puede ser un gas o líquido.

El proceso de adsorción aplicado al tratamiento de aguas consiste en la separación del soluto (adsorbato) de la disolución y su acumulación en la superficie del sólido (adsorbente), hasta alcanzar un equilibrio dinámico en la superficie, entre la concentración de soluto que permanece en disolución y la concentración superficial de soluto. En el equilibrio, existe una distribución definida de soluto entre las fases líquida y sólida. La relación entre ambas concentraciones se conoce como relación de distribución o partición y refleja la posición del equilibrio en el proceso de adsorción. La manera usual de describir esta distribución es expresar la cantidad de adsorbato retenido por unidad de masa de adsorbente,  $q$ , en función de la concentración residual de equilibrio del soluto en la fase líquida,  $C_{eq}$ . La expresión matemática que describe esta relación se denomina isoterma de adsorción. Las isotermas experimentales son útiles para describir la capacidad de adsorción, permitiendo determinar la viabilidad del proceso para una aplicación concreta, así para determinar unas condiciones de trabajo óptimas.

### 3.2. ADSORBENTES

Los materiales adsorbentes deben reunir una serie de características que favorezcan una elevada capacidad de adsorción y, por tanto, un mejor rendimiento del proceso. Estas propiedades se detallan a continuación:

- Alta superficie específica. Es fundamental que el adsorbente posea una elevada relación superficie-volumen. Esto es debido a que a mayor superficie disponible, mayor cantidad de adsorbato podrá adherirse a él y por tanto, el material tendrá una mayor capacidad.
- Selectividad. Para la adsorción química, se debe considerar las interacciones químicas que pueden surgir en el proceso para seleccionar el material que presente un mejor comportamiento frente a la sustancia que se desea eliminar.
- Porosidad. Es la presencia de una red de microporos que favorecen la difusión del adsorbato hacia el interior del material, aumentando la capacidad total de adsorción.
- Capacidad de regeneración. Es la capacidad del material de recuperar su funcionalidad tras un proceso de desorción. Debe mantenerse las propiedades adsorbentes después de varias etapas de regeneración.
- Resistencia mecánica o resistencia a la abrasión. En función de cómo se realice el proceso de adsorción, el material necesitará unas propiedades mecánicas adecuadas que le permitan no deteriorarse y perder su capacidad. En lechos fijos, se requiere una alta resistencia mecánica, por otro lado, para lechos fluidizados, se necesita una buena resistencia a la abrasión.

Los adsorbentes pueden clasificarse como de origen industrial, como el carbón activo o la alúmina, o como naturales, como las arcillas o las zeolitas. Cabe destacar que los adsorbentes de origen industrial tienen una mayor superficie específica.

#### 3.2.1. Activación de adsorbentes

La activación de materiales adsorbentes es un proceso con el que se pretende modificar las propiedades físico-químicas del material para aumentar la capacidad de adsorción.

Este proceso puede llevarse a cabo a través de medios físicos, químicos o mediante una combinación de ambos. Uno de los materiales más comunes empleados en los tratamientos de adsorción es el carbón activo, obtenido tras un proceso de activación empleando ambos métodos. Su tratamiento se puede utilizar como punto de partida para la activación de otro tipo de adsorbentes.

### 3.2.1.1. Proceso de activación físico

Previo al proceso de activación propiamente dicho, es recomendable realizar una carbonización, elevando la temperatura del carbón hasta los 800°C en ausencia de aire, pretendiendo eliminar los componentes volátiles y conseguir una modificación de la estructura de los átomos de carbono, dando lugar a la formación de microcristales, generando una porosidad que se trata de aumentar mediante posteriores procesos de activación. Durante la carbonización, se introduce el carbono amorfo y otras sustancias residuales en los intersticios, lo que provoca que la capacidad de adsorción aún sea baja.

El tratamiento de activación físico consiste en someter el material a temperaturas entre 800 y 1100°C en presencia de un agente oxidante como puede ser vapor de agua o el CO<sub>2</sub>. En realidad, la activación se debe al agente activante y la reacción de reducción que se lleva a cabo, pero se usa el término de activación física debido a que la temperatura es necesaria para mantener la reacción, la cual es endotérmica. Las reacciones que se llevan a cabo en estos procesos se muestran en las ecuaciones (3.1) para el caso de la activación mediante vapor de agua, y la ecuación (3.2) mediante CO<sub>2</sub>.



Gracias a este proceso, se retiran los átomos de carbono libres y se produce la porosidad en el material.

### 3.2.1.2. Proceso de activación químico

La activación química consiste en un proceso de deshidratación en el que se pone en contacto un reactivo químico con el carbón activado físicamente a temperaturas entre 450 y 900°C en función del deshidratante empleado. Este tratamiento amplía la

porosidad y por tanto se incrementa la superficie específica disponible para la adsorción. A diferencia de la activación física, este proceso se realiza en una única fase, no obstante, es necesario lavar y secar el carbón para eliminar los restos de agente activante.

La eficiencia del proceso de activación química depende de diversos parámetros, entre los que están la relación carbón/agente activante, el tiempo de residencia y la temperatura de activación. Estos factores dependen del reactivo empleado en el proceso y el grado de activación que se pretende alcanzar. Entre los agentes deshidratantes más comunes se encuentran el ácido fosfórico ( $H_3PO_4$ ), el ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ) y el cloruro de zinc ( $ZnCl_2$ ).

La elección del reactivo empleado para la activación del adsorbente está condicionada por la economía del proceso. Se debe tener en cuenta el precio de los reactivos, el del adsorbente activado obtenido, su utilidad y la posibilidad de recuperación y reutilización del reactivo industrial tras el proceso. En el caso de esta investigación, se valoran los resultados de eliminación de dos compuestos en concreto, los fluoruros y la Demanda Química de Oxígeno (DQO). Por este motivo, se toman como reactivos para la activación, sustancias que favorezcan la adsorción de estos específicamente, como el policloruro de aluminio para la reducción de fluoruros, y nitrato de lantano ( $La(NO_3)_3$ ) y cloruro de zinc ( $ZnCl_2$ ) para la reducción de DQO.

## 4. Metodología de trabajo

### 4.1. MATERIAS PRIMAS UTILIZADAS

Las materias primas empleadas en los ensayos de adsorción de los contaminantes objeto de estudio son, por un lado el agua residual de baterías de cok, el medio líquido del cual se busca reducir la concentración de contaminantes, y distintos adsorbentes como son la escoria de alto horno, finos de carbón de cok y escoria y cenizas volantes de incineradora.

#### 4.1.1. Agua residual de baterías de cok

El agua residual empleada en esta investigación se trata del efluente del tratamiento biológico de las aguas residuales producidas en la fabricación de cok siderúrgico.

Las aguas de coquería se encuentran en la mayoría de las instalaciones destinadas a la producción de acero y presentan una composición compleja, lo que dificulta su tratamiento. Este tipo de agua se origina durante el proceso de destilación destructiva de carbones coquizables a temperaturas de entre 900 y 1100°C. Durante este calentamiento, las moléculas orgánicas complejas del carbón se descomponen, generando compuestos gaseosos, líquidos y sólidos de bajo peso molecular, dejando un residuo carbonoso conocido como cok.

Algunos de los compuestos presentes en las aguas de coquerías son de carácter tóxico, algunos de ellos en altas concentraciones como los fenoles, cianuros y tiocianatos. Por otro lado, también existen altas concentraciones de cloruros y nitrógeno amoniacal, y bajas concentraciones de metales pesados y fósforos. En función de su contenido en nitrógeno amoniacal, estas aguas se clasifican en agua amoniacal rica y agua amoniacal pobre:

- El agua amoniacal rica se genera principalmente durante el proceso de lavado de gases procedentes de las baterías de cok. Contiene altas concentraciones de

amonio, sulfuros, fenoles y cianuro libre, lo que impide su tratamiento directo por procesos biológicos debido a su elevada toxicidad.

- El agua amoniacal pobre es la obtenida tras realizar el tratamiento del agua amoniacal rica, reduciendo los niveles de sulfuros y cianuro libre, para posteriormente incorporarla al tratamiento biológico convencional.

Esta agua es el influente del tratamiento biológico y también se denomina agua residual de baterías de cok.

Las plantas dedicadas al tratamiento de aguas residuales industriales deben adaptar y optimizar de forma continua sus procesos operativos con el fin de cumplir con las normativas de vertido que se hacen más estrictas continuamente, teniendo en cuenta que las instalaciones tienden a incrementar su producción y por tanto aumentar el volumen de agua residual generada.

#### **4.1.2. Escoria de horno alto**

La escoria de horno alto es un subproducto generado durante la producción de hierro y acero en los hornos altos. Se forma como resultado de la fusión del mineral de hierro con agentes reductores como el coque y la piedra caliza, sometidos a altas temperaturas. Esto produce una escoria líquida que posteriormente se enfría y solidifica.

Desde el punto de vista químico, la escoria posee una composición química compleja, integrada principalmente por aluminio, calcio, magnesio y óxidos de silicio, junto con otros componentes en menor proporción. Este material presenta una elevada área superficial debido a su estructura porosa y morfología irregular, lo que le confiere una importante capacidad de adsorción. Esta investigación se fundamenta en estas propiedades, tratando de aprovecharlas para la adsorción de contaminantes en los poros del material con el objetivo de valorizar un subproducto generado en grandes volúmenes dentro del proceso siderúrgico.

Actualmente, la escoria de horno alto se emplea principalmente como aditivo en la elaboración de cementos o en la generación de asfalto, aportando resistencia mecánica y durabilidad.

#### **4.1.3. Finos de carbón de cok**

El carbón de cok es un material sólido carbonoso que se obtiene a partir del proceso de destilación destructiva de carbones coquizables a temperaturas de entre 900 y 1100°C. Durante este calentamiento, las moléculas orgánicas complejas del carbón se descomponen, obteniéndose como sólido un material poroso conocido como cok metalúrgico.

Desde el punto de vista químico, el carbón de cok está principalmente constituido por carbono, con pequeñas cantidades de cenizas, materia orgánica y azufre. Su estructura es altamente porosa y posee una gran resistencia mecánica, convirtiéndolo en un material ideal para emplearlo en altos hornos como combustible y agente reductor. Además, posee una gran superficie específica y ofrece la capacidad de ser activado térmicamente en atmósfera inerte o químicamente para mejorar su capacidad de retención de contaminantes.

En este caso, se utiliza material fino no aprovechable para su uso industrial.

#### **4.1.4. Residuos de incineradora**

Los residuos de incineradora son sólidos generados durante el proceso de incineración de residuos urbanos, industriales o peligrosos, empleado como método de tratamiento térmico para la estabilización del residuo y la reducción de volumen del mismo. Estos residuos se clasifican dependiendo de su origen tras la combustión en: cenizas volantes que son capturadas en los sistemas de filtración de gases, y escorias que es el residuo sólido que queda en el horno tras la combustión.

Desde el punto de vista químico, los componentes de estas escorias varían en función de los residuos introducidos en el proceso de incineración. Aun así, poseen una estructura porosa que les concede una buena capacidad de adsorción.

Normalmente, el uso de residuos de incineradora, está orientado en la fabricación de materiales de construcción, como cementos y hormigones, o la estabilización de suelos contaminados.

## 4.2. DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS FÍSICO-QUÍMICOS

### 4.2.1. Determinación de la conductividad eléctrica

La conductividad eléctrica es la capacidad que tiene un líquido para conducir una corriente eléctrica a través de iones disueltos en él. Para su determinación, se empleó un multímetro portátil Hach modelo HQ4300 junto con una sonda de conductividad modelo CDC401, ambos mostrados en la Figura 4.1.



Figura 4.1. Multímetro Hach HQ4300 y sonda de conductividad CDC401.

### 4.2.2. Determinación del pH

Las medidas de pH se realizaron siguiendo la norma UNE-EN-ISO 10523:2012 “Calidad del agua. Determinación del pH”. Se emplea un multímetro portátil Hach modelo HQ4300 junto con una sonda de pH modelo PHC745.

#### 4.2.3. Determinación de Sólidos Suspendidos Totales (SST)

Los sólidos suspendidos totales representan la cantidad total de partículas sólidas no disueltas presentes en una muestra líquida. Su determinación se realiza mediante método gravimétrico, conforme al descrito en el Standard Methods. Este procedimiento se basa en la obtención de la concentración de sólidos a través de la diferencia de pesada de un filtro de tamaño de poro de 0,45 micrómetros, antes y después de filtrar un volumen conocido de agua. El método seguido es el siguiente:

En primer lugar, se introduce un filtro de 0,45 micrómetros limpio durante 24 horas en una estufa a 105°C. Posteriormente, se deja enfriar en un desecador y se pesa en una balanza. A continuación, se filtran 50 mL de la muestra de agua residual empleando el filtro previamente pesado para volver a introducirlo en la estufa a 105°C por 24 horas. Por último, se deja de nuevo enfriar en el desecador y se realiza una segunda pesada. Con los datos del volumen de agua filtrada y las dos pesadas, se puede calcular el valor de SST empleando la ecuación (4.1).

$$SST(mg/L) = \frac{\text{Peso filtro sucio (mg)} - \text{Peso filtro limpio (mg)}}{\text{Volumen filtrado (L)}} \quad (4.1)$$

El equipo empleado en este proceso se compone de una estufa modelo DIGHEAT-TFT de la marca J.P.SELECTA y la balanza de precisión modelo AT261 DeltaRange de la marca Mettler Toledo, mostradas en la Figura 4.2 y Figura 4.3, respectivamente.



Figura 4.2. Estufa J. P. SELECTA DIGHEAT-TFT.

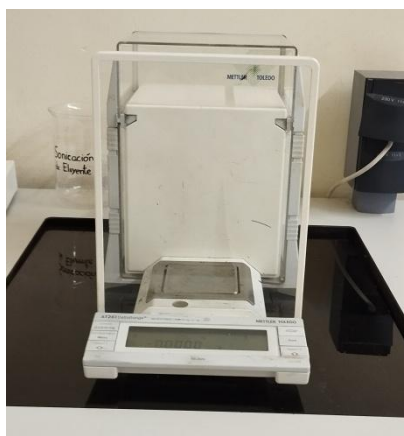


Figura 4.3. Balanza Mettler Toledo AT261 DeltaRange.

#### 4.2.4. Determinación de la Demanda Química de Oxígeno (DQO)

La determinación de la Demanda Química de Oxígeno se realiza siguiendo el procedimiento descrito por la norma UNE 77004:2002 “Calidad del agua. Determinación de la Demanda Química de Oxígeno (DQO). Método del dicromato”.

La DQO representa la cantidad de oxígeno necesaria para oxidar químicamente la materia orgánica degradable y no biodegradable presente en una muestra. La determinación se realiza empleando dicromato potásico ( $K_2Cr_2O_7$ ), en medio fuertemente ácido, a una temperatura de 150°C. Además, se emplea sulfato de plata y sulfato de mercurio. El sulfato de plata favorece la oxidación de compuestos alifáticos de cadena lineal, que reaccionan con la plata del catalizador, mientras que el sulfato de mercurio actúa formando un complejo con el ion cloruro.

El procedimiento consiste en introducir en un tubo de ensayo 2,5 mL de muestra a analizar, 1,5 mL de una disolución de dicromato de potasio y 3,5 mL de otra disolución de ácido sulfúrico con sulfato de plata. Tras esto, el tubo se coloca en un bloque calefactor durante 2 horas a 150°C, a su vez, también se prepara un blanco siguiendo el mismo procedimiento pero con 2,5 mL de agua destilada. Por último, se dejan enfriar los tubos y se procede a realizar la medición colorimétrica, utilizando el blanco como “cero” de

referencia y después midiendo la muestra. Esto último se realiza mediante el espectrofotómetro modelo DR3900 de la marca Hach mostrado en la Figura 4.4.



Figura 4.4. Espectrofotómetro Hach DR3900.

#### 4.2.5. Determinación de nitrógeno amoniacal ( $\text{NH}_4^+$ )

La determinación de nitrógeno amoniacal se lleva a cabo conforme al método estándar SM 4500-NH<sub>3</sub>-E, basándose en la destilación tipo Kjeldahl con arrastre de vapor. Esta selección se basa en que el agua residual bruta contiene contaminantes que pueden interferir en los resultados si se siguieran otros métodos sin destilación previa. Para llevar a cabo esta determinación se emplea el equipo VAPODEST 500 de la marca Gerhardt mostrado en la Figura 4.5.



Figura 4.5. Equipo Gerhardt VAPODEST 500.

El procedimiento seguido se detalla a continuación. En primer lugar, se introducen 150 mL de agua residual filtrada mediante filtro de 0,45  $\mu\text{m}$  en el tubo de destilación. Este volumen de agua se selecciona en función de la concentración estimada de nitrógeno amoniacal esperada. A continuación, se coloca un matraz Erlenmeyer en la salida del sistema y se selecciona el programa correspondiente, el cual controla el tiempo de destilación y la cantidad de NaOH que el equipo añadirá durante la reacción. En este caso, el programa elegido adicionará 20 mL de NaOH. Tras la destilación, se deja enfriar y se agregan unas gotas de indicador Tashiro, compuesto por una mezcla de solución alcohólica de azul de metileno al 0,2%, solución alcohólica de rojo de metilo al 0,2%, con etanol al 96%. Si tras la adición de este indicador, la muestra del matraz Erlenmeyer se vuelve verde, implica la presencia de nitrógeno amoniacal. La cuantificación se realiza mediante una valoración colorimétrica empleando ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) 0,1M hasta que el color del contenido del matraz pase a color morado. Con el volumen de ácido consumido en la valoración, se calcula la concentración de amonio empleando la ecuación (4.2)

$$N - \text{NH}_4^+ (\text{mg}/\text{L}) = \frac{V_{\text{H}_2\text{SO}_4} (\text{mL}) \cdot 0,1 \cdot 1000 \cdot 14}{V_{\text{muestra}} (\text{mL})} \quad (4.2)$$

Previo a este procedimiento, se debe realizar una limpieza del equipo. Esta se realiza sin introducir ningún líquido en el tubo de destilación ni en el matraz a la salida del dispositivo, y ejecutando un programa específico de limpieza, en el cual no se adiciona NaOH y únicamente se destila el agua, arrastrando posibles residuos y trazas de contaminantes que pudieran haber quedado en el equipo tras análisis anteriores.

#### 4.2.6. Determinación de metales

La cuantificación de metales pesados se realiza mediante Espectrofotometría de Absorción Atómica (AAS), una técnica que se basa en la determinación de la energía absorbida por los átomos al pasar de su estado fundamental a un estado de excitación. Al conocer esta variación entre la energía aportada y medida, se puede relacionar con la

concentración de un compuesto, puesto que cada uno absorbe energía a una longitud de onda específica.

Para minimizar las interferencias causadas por la materia orgánica y convertir los metales ligados a partículas a metal en disolución, es necesario realizar una digestión de las muestras. En este caso, se realiza siguiendo el método descrito en el Standard Methods, tratándose la muestra homogeneizada, con ácido nítrico y peróxido de hidrógeno, hasta obtener un residuo incoloro a una temperatura de 150°C.

#### 4.2.6.1. Digestión en microondas

La digestión ácida en microondas se emplea con el objetivo de oxidar la materia orgánica presente en las muestras para evitar interferencias que puedan alterar la medida de la concentración de los metales. Esta, se realiza en vaso cerrado empleando un equipo microondas modelo ETHOS 1 de la marca MILESTONE mostrado en la Figura 4.6.



Figura 4.6. Microondas MILESTONE ETHOS 1

El procedimiento se inicia con una limpieza del equipo mediante la introducción de 10 mL de ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ ) al 10% y seleccionando el método de limpieza. Durante esta

operación, es importante que el tubo de ventilación del microondas esté introducido en la campana durante su utilización.

Tras el lavado, se procede a la preparación de las muestras a introducir en el microondas. En cada uno de los vasos de digestión del equipo, se introduce una mezcla compuesta por 0,5 gramos de muestra (equivalente a 0,5 mL), 8 mL de ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ ) al 65% y 2 mL de peróxido de hidrogeno ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) al 33%. Posteriormente, se cierran herméticamente los vasos con la llave y se colocan en sus respectivas posiciones dentro del microondas introduciendo la sonda de temperatura en el interior de uno de los vasos. Tras esto, se enciende el microondas, se selecciona el método escogido y se presiona el botón START. Al igual que en el proceso de limpieza, es importante que el tubo de ventilación del microondas esté introducido en la campana encendida, para garantizar la seguridad del proceso. Cuando el programa finaliza, los vasos se extraen del microondas y se abren con ayuda de la llave en la campana.

Previo a la introducción de las muestras al equipo de absorción atómica, se procede a realizar una dilución del contenido de los vasos del microondas en agua destilada hasta conseguir una disolución de 50 mL, donde se considera que se conservan los 0,5 mL de muestra original, siendo la cantidad que se introdujo en cada uno de los vasos del microondas.

#### **4.2.6.2. Medida de metales pesados**

El dispositivo empleado para este proceso es un espectrofotómetro de absorción atómica Perkim Elmer modelo PinAAcle 900F mostrado en la Figura 4.7.

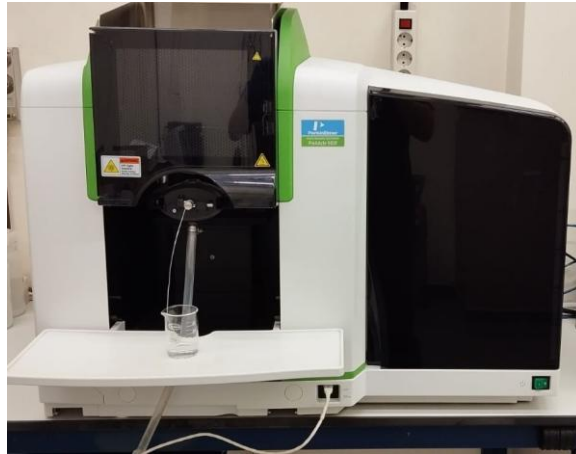


Figura 4.7. Espectrofotómetro de absorción atómica Perkin Elmer PinAAcle 900F.

Para determinar la concentración de metales pesados en cada muestra, se enciende el espectrofotómetro de absorción atómica junto con el software instalado en el ordenador que lo gestiona. En el programa se selecciona el método a utilizar y el metal específico para cada una de las determinaciones. Este procedimiento debe realizarse con cada uno de los metales que se pretenda analizar.

En primer lugar, se coloca la bombilla del metal a medir en el equipo y se enciende. A continuación, se calibra el sistema empleando los patrones correspondientes indicados por el software para generar la curva de calibración. Entre cada medición, se debe introducir el blanco (agua destilada), para eliminar residuos y verificar la precisión del análisis. Una vez generada la curva de calibración del metal, se procede a medir la muestra diluida. Este equipo mide por defecto la absorbancia en tres instantes distintos, para después presentar el valor medio, así como la concentración del metal gracias a la curva de calibración. Hay que tener en cuenta que las muestras han sido diluidas, por lo que para conocer la concentración real del metal deseado, se debe calcular con la relación de volúmenes de la dilución.

#### 4.2.7. Determinación de aniones

Los aniones analizados en cada muestra son fluoruros ( $F^-$ ), cloruros ( $Cl^-$ ), nitritos ( $NO_2^-$ ), bromuros ( $Br^-$ ), nitratos ( $NO_3^-$ ), fosfatos ( $PO_4^{3-}$ ) y sulfatos ( $SO_4^{2-}$ ). Su determinación se realiza mediante cromatografía iónica, empleando un cromatógrafo de iones Metrohm modelo 861 Advance Compact IC, mostrado en la Figura 4.8.



Figura 4.8. Cromatógrafo Metrohm 861 Advance Compact IC.

La cromatografía iónica con detección por conductividad consiste en el uso de una columna de intercambio iónico y un eluyente que fluye a través de ella provocando la separación de los aniones presentes en la muestra dependiendo de cómo interaccionan con los grupos funcionales de la columna. Tras pasar por la columna y un supresor químico, los aniones llegan a un detector para medir su conductividad, relacionándola con la concentración en la muestra.

El cromatógrafo emplea tres disoluciones, dos de ellas para la regeneración del supresor y otra que actúa como eluyente, transportando la muestra desde el punto de inyección hasta el detector. Las disoluciones empleadas son:

- Eluyente. Se prepara una disolución acuosa en agua ultrapura compuesta por carbonato sódico ( $Na_2CO_3$ ) con una concentración 3,2 mM, y por bicarbonato sódico ( $NaHCO_3$ ) con concentración 1 mM. A continuación, la disolución es filtrada

a través de un filtro de 0,45  $\mu\text{m}$  y se elimina el oxígeno disuelto en un baño de ultrasonidos durante 5 minutos.

- Ácido sulfúrico. Se prepara una disolución 0,1 M, diluyendo 5,4 mL de ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) al 96% en un litro de agua ultrapura.
- Agua ultrapura.

Para asegurar la fiabilidad de los resultados y no distorsionarlos se renuevan las disoluciones semanalmente

#### 4.2.7.1. Análisis de las muestras

Antes de introducir cada muestra en el cromatógrafo se comienza realizando un “step” al equipo, el cual permite la utilización de una unidad del supresor químico distinta respecto a la empleada en la muestra anterior, garantizando la regeneración y limpieza continua de cada unidad del supresor. Además, entre muestra y muestra, se lleva a cabo la limpieza del inyector mediante la inyección manual de dos jeringuillas con una disolución de metanol al 20%, junto con otras dos de agua ultrapura sin permitir la introducción de muestras con el fin de que no pase al resto del circuito.

Una vez finalizada la limpieza, se inicia en el software informático el proceso de introducción de muestras. Se introduce un nombre para la muestra y se pulsa “Fill”. A continuación, se introducen 3 mL de muestra empleando una jeringuilla, a través de un cartucho Metrohm IC-RP, el cual retiene posible materia orgánica y componentes lipófilos presentes. Una vez cargada la muestra, se pulsa “Inject” para iniciar el análisis y posteriormente generar un cromatograma. En la Figura 4.9 se plasma un ejemplo de cromatograma obtenido.

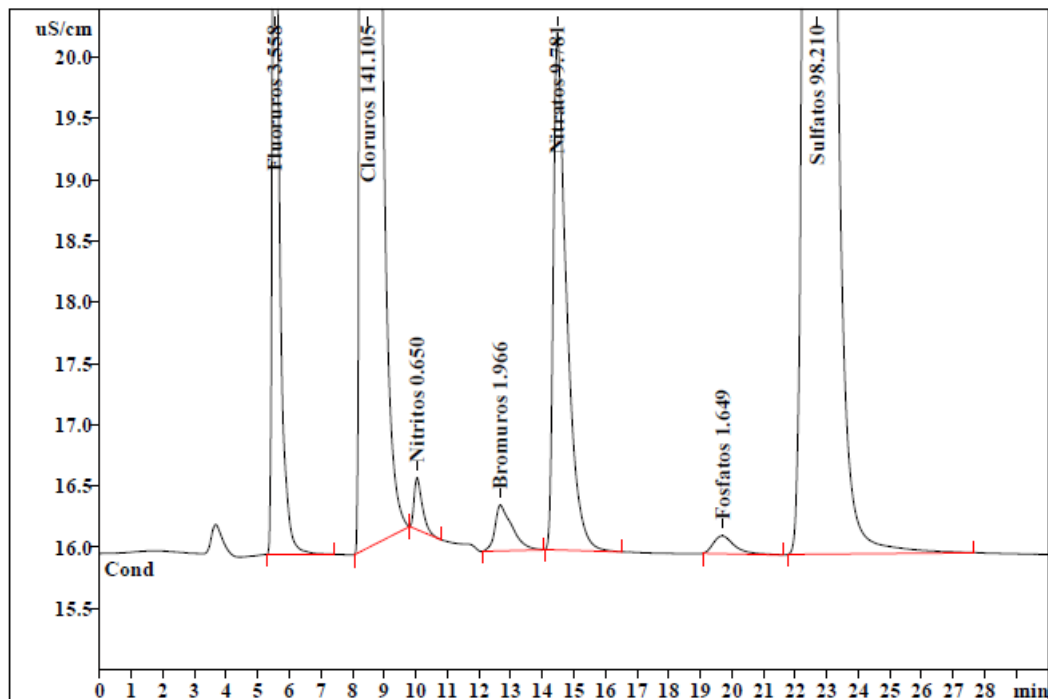


Figura 4.9. Ejemplo de cromatograma.

### 4.3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

#### 4.3.1. Pretratamiento del agua residual

El agua residual contiene sólidos en suspensión y otras impurezas que puedan interferir en el proceso de adsorción. Debido a esto, se opta por realizar un proceso de filtración mediante filtros 0,45  $\mu\text{m}$ , llevada a cabo con el equipo KSS Laboratory Cell CF-2 de la marca Koch mostrado en la Figura 4.10.



Figura 4.10. Equipo de filtración Koch KSS Laboratory Cell CF-2.

#### 4.3.2. Caracterización del agua residual

Al desconocer la composición del agua residual, se determina mediante los parámetros físico-químicos:

- pH.
- Conductividad.
- DQO.
- Sólidos suspendidos totales (SST).
- Nitrógeno amoniacal.
- Metales pesados (Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Ni, Pb, Zn).
- Aniones (fluoruros, cloruros, nitritos, bromuros, nitratos, fosfatos y sulfatos)

Todas las determinaciones se realizan empleando agua previamente filtrada. No obstante, algunos parámetros como el pH, la conductividad y los Sólidos Suspendidos Totales también se analizan en la muestra de agua sin filtrar, para justificar el uso del agua filtrada en los ensayos.

#### 4.3.3. Lavado de adsorbentes

Los residuos industriales empleados presentan suciedad y polvo que perjudican el proceso de adsorción obstruyendo los poros del residuo sólido, además de transmitir dicha suciedad al agua la cual se pretende retirar contaminantes. Por esta razón, estos residuos se someten a un proceso de lavado previo a cada ensayo.

El procedimiento consiste en la puesta en contacto de los residuos industriales brutos con agua destilada bajo agitación durante el tiempo suficiente para que de estos residuos se desprenda la suciedad transfiriéndose al agua. Tras esto, esta mezcla se filtra a  $0,45\ \mu\text{m}$  para obtener de nuevo la escoria y volver a introducirla junto con agua destilada nueva y repetir este proceso hasta que el agua no arrastre suciedad visible.

Por último, el material se seca durante 24 horas en una estufa a  $105^{\circ}\text{C}$ , tras esto ya se pueden realizar los ensayos de adsorción.

#### 4.3.4. Activación del residuo

Para realizar los ensayos de adsorción, se trabaja con 15 gramos de residuo junto con 300 mL de agua residual, para conseguir una concentración de 50 g/L. La mezcla se introduce en un matraz Erlenmeyer y se agita durante 24 horas mediante el agitador modelo Vibromatic de la marca J. P. SELECTA mostrado en la Figura 4.11.



Figura 4.11. Agitador J. P. SELECTA Vibromatic.

Previamente a la realización del ensayo, se debe activar de alguna manera el residuo para aumentar la efectividad del proceso.

#### **4.3.4.1. Activación térmica**

La activación térmica del residuo se lleva a cabo introduciendo el mismo en una mufla a una temperatura suficientemente alta para eliminar sustancias volátiles y sólidos presentes en los intersticios del residuo. Este tratamiento térmico aumenta la superficie de adsorción permitiendo una mayor retención de contaminantes.

Para este proceso, se procede con dos temperaturas de activación, 800°C y 900°C, con la particularidad de que, para los finos de carbón de cok, esta activación debe realizarse en atmósfera inerte. Previo a la calcinación, el residuo debe lavarse con agua destilada con el fin de retirar polvo y suciedad del residuo bruto.

#### **4.3.4.2. Activación química mediante disolución de sales de aluminio**

Se emplea una disolución de sales de aluminio, cuyo uso principal es en procesos de potabilización y tratamiento de aguas como floculante para la eliminación de materia coloidal.

La activación del residuo se lleva a cabo a través de la puesta en contacto durante 24 horas del residuo con la disolución de aluminio. La proporción utilizada es de por cada gramo de residuo, 10 mL de disolución. Previamente a la activación, el residuo se somete al proceso de lavado y secado, y tras ella, se filtra para separar el residuo y se introduce en una estufa durante 48 horas a 80°C.

#### **4.3.4.3. Activación química mediante disolución de sales de lantano**

Se emplea una disolución de sales de lantano, siendo uno de sus usos principales para el control de la eutrofización, reduciendo la concentración de fosfatos en lagos y embalses, evitando el crecimiento excesivo de algas y plantas acuáticas.

La activación del residuo se lleva a cabo a través de la puesta en contacto durante 24 horas del residuo con la disolución de sales de lantano. La proporción utilizada es de por cada gramo de residuo, 10 mL de disolución. Previamente a la activación, el residuo se somete al proceso de lavado y secado, y tras ella, se filtra para separar el residuo y se introduce en una estufa durante 48 horas a 80°C.

#### **4.3.4.4. Activación química mediante disolución de cloruro de zinc**

Se emplea una disolución de cloruro de zinc, siendo uno de sus usos más extendido el de catalizador ácido en reacciones orgánicas como reacciones de alquilación o de condensación.

La activación del residuo se lleva a cabo a través de la puesta en contacto durante 24 horas del residuo con la disolución de cloruro de zinc. La proporción utilizada es de por cada gramo de residuo, 10 mL de disolución. Previamente a la activación, el residuo se somete al proceso de lavado y secado, y tras ella, se filtra para separar el residuo y se introduce en una estufa durante 48 horas a 80°C.

#### **4.3.4.5. Combinación de métodos de activación**

Los residuos se someten a distintos métodos de activación combinados con el objetivo de mejorar su capacidad de adsorción. En concreto, se emplean un proceso de activación térmica mediante calcinación junto con un proceso de activación química mediante una de las tres disoluciones a emplear. Es fundamental realizar en primer lugar la activación térmica, debido a que en caso contrario, podrían desprenderse componentes de la activación química con la temperatura.

#### **4.3.5. Elección del método de activación**

Con el objetivo de determinar que método de activación es el óptimo para la eliminación de contaminantes, se realizan diferentes ensayos con cada método por individualmente y combinándolos.

Estos, se realizan siempre con una concentración de 50 gramos de residuo por cada litro de agua residual filtrada, siendo 15 gramos de residuo en 300 mL de agua. Los ensayos se realizan con los distintos residuos estudiados anteriormente:

Escoria de horno alto tamizada entre 1 y 2mm:

- Activación térmica a 800°C.
- Activación química mediante disolución de sales de aluminio 0,1M.

Finos de carbón de cok, tamizado entre 1 y 2 mm, 2 y 3 mm, 3 y 5 mm:

- Activación térmica a 800°C y química mediante disolución de sales de aluminio 0,3M.

Escoria de incineradora, tamizadas entre 1 y 2 mm, 2 y 3 mm, 3 y 5 mm:

- Sin activación.
- Activación térmica a 800°C.
- Activación térmica a 900°C.
- Activación química mediante disolución de sales de aluminio 0,5M.
- Activación térmica a 800°C y química mediante disolución de sales de aluminio 0,5M.
- Activación térmica a 900°C y química mediante disolución de sales de aluminio 0,5M.
- Activación química mediante disolución de sales de aluminio 1M.
- Activación térmica a 800°C y química mediante disolución de sales de aluminio 1M.
- Activación térmica a 900°C y química mediante disolución de sales de aluminio 1M.
- Activación química mediante disolución de sales de lantano 0,1M.
- Activación térmica a 800°C y química mediante disolución de sales de lantano 0,1M.
- Activación térmica a 900°C y química mediante disolución de sales de lantano 0,1M.
- Activación química mediante disolución de cloruro de zinc 0,5M.
- Activación térmica a 800°C y química mediante disolución de cloruro de zinc 0,5M.

Cenizas volantes de incineradora, empleando polvo, debido a la fragilidad de las mismas:

- Sin activación.
- Activación química mediante disolución de sales de aluminio 0,5M.

## 5. Resultados

### 5.1. CARACTERIZACIÓN DEL AGUA RESIDUAL

Las características del agua residual empleada se determinan siguiendo los procesos descritos anteriormente. En la Tabla 5.1, se recogen los parámetros físico-químicos del agua residual bruta junto con los que se determinan con el agua residual filtrada a través de filtros de 0,45  $\mu\text{m}$ .

Tabla 5.1. Parámetros físico-químicos del agua residual de baterías de cok.

Parámetro	Valor
pH	8,37 $\pm$ 0,34
Conductividad (mS/cm)	7,03 $\pm$ 0,78
SST (mg/L)	12,67 $\pm$ 5,86
DQO (mg/L)	219,48 $\pm$ 16,89
Cd (mg/L)	4,78 $\pm$ 0,83
Co (mg/L)	34,11 $\pm$ 2,86
Cr (mg/L)	6,9 $\pm$ 4,31
Cu (mg/L)	3,98 $\pm$ 0,46
Fe (mg/L)	1,23 $\pm$ 4,26
Ni (mg/L)	17,71 $\pm$ 4,51
Pb (mg/L)	50,96 $\pm$ 13,98
Zn (mg/L)	7,55 $\pm$ 1,17
F <sup>-</sup> (mg/L)	35,96 $\pm$ 0,35

Parámetro	Valor
Cl <sup>-</sup> (mg/L)	1427,63 ± 14,37
NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> (mg/L)	6,56 ± 0,05
Br <sup>-</sup> (mg/L)	17,71 ± 3,91
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (mg/L)	98,33 ± 1,28
PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> (mg/L)	14,69 ± 1,73
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> (mg/L)	999,6 ± 18,59
Amonio (mg/L)	0,93 ± 0,02

Los resultados muestran una Demanda Química de Oxígeno de 219,48 mg/L, mientras que se obtuvieron unos Sólidos Suspendedos Totales de 12,67 mg/L. Además, respecto a los metales pesados, se observan unas concentraciones destacadas de plomo (50,96 mg/L) y cobalto (34,11 mg/L), así como una concentración de fluoruros que asciende hasta 35,96 mg/L.

La Figura 5.1 muestra el cromatograma obtenido tras el análisis de aniones de una muestra del agua residual diluida 1:10 tras ser filtrada por un filtro de 0,45 μm, respetando el procedimiento anteriormente descrito.

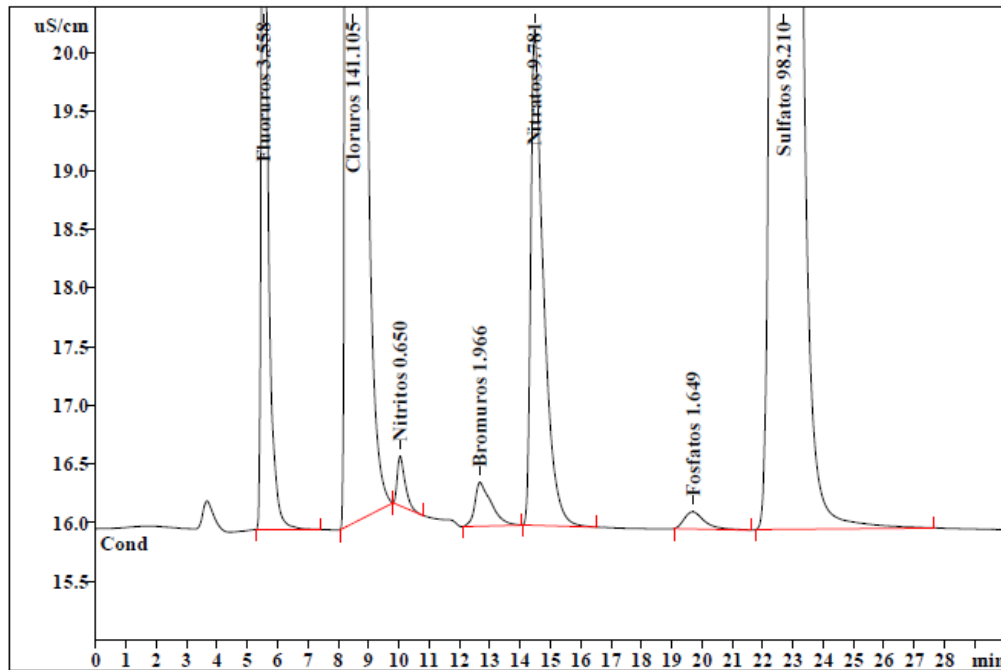


Figura 5.1. Cromatograma del agua residual de baterías de cok con dilución 1:10.

## 5.2. ENSAYOS DE ACTIVACIÓN

Como se ha comentado en apartados anteriores, estos ensayos se llevan a cabo para determinar con qué tipo de activación se alcanzan los mayores rendimientos de eliminación para una concentración de 50 g/L.

### 5.2.1. Ensayos con escoria de horno alto

#### 5.2.1.1. Ensayo con activación térmica a 800°C.

En este ensayo se trabaja con una escoria de horno alto, tamizada entre 1 y 2 mm, sometida a una activación térmica a 800°C. Los resultados de este ensayo se muestran en la Tabla 5.2.

Tabla 5.2. Resultados ensayo con escoria de horno alto con activación térmica a 800°C.

Parámetro	Valor
DQO (mg/L)	143,62 ± 16,56
Fluoruros (mg/L)	31,92 ± 0,27
Cloruros (mg/L)	1155,03 ± 8,41
Nitritos (mg/L)	< 0,01
Bromuros (mg/L)	16,74 ± 0,34
Nitratos (mg/L)	6,17 ± 0,17
Fosfatos (mg/L)	1,25 ± 0,16
Sulfatos (mg/L)	1234,81 ± 2,48

#### 5.2.1.2. Ensayo con activación térmica a 800°C y química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 0,1M.

En este ensayo se trabaja con una escoria de horno alto, tamizada entre 1 y 2 mm, sometida a una activación térmica a 800°C y química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 0,1M. Los resultados de este ensayo se muestran en la Tabla 5.3.

Tabla 5.3. Resultados ensayo con escoria de horno alto con activación térmica a 800°C y química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 0,1M.

Parámetro	Valor
DQO (mg/L)	165,16 ± 9,85
Fluoruros (mg/L)	27,25 ± 0,83
Cloruros (mg/L)	1318,03 ± 17,06

Parámetro	Valor
Nitritos (mg/L)	< 0,01
Bromuros (mg/L)	17,74 ± 0,37
Nitratos (mg/L)	6,17 ± 0,37
Fosfatos (mg/L)	1,2 ± 0,4
Sulfatos (mg/L)	1173 ± 14,09

## 5.2.2. Ensayos con finos de carbón de cok

### 5.2.2.1. Ensayos con activación térmica a 800°C y química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 0,3M.

En estos ensayos con finos de carbón de cok, se trabaja con tres tamaños de partícula distintos, siendo entre 1 y 2 mm, entre 2 y 3 mm, y entre 3 y 5 mm, sometidas a una activación térmica a 800°C en atmósfera inerte y química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 0,3M. Los resultados de estos ensayos se muestran en la Tabla 5.4

Tabla 5.4. Resultados ensayos con finos de carbón de cok con activación térmica a 800°C y química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 0,3M.

Parámetro	Valor 1-2 mm	Valor 2-3 mm	Valor 3-5 mm
DQO (mg/L)	173,34 ± 18,82	188,28 ± 33,06	194,91 ± 7,37
Fluoruros (mg/L)	5,96 ± 0,09	0,86 ± 0,12	2,23 ± 0,05
Cloruros (mg/L)	2939,16 ± 24,48	2197 ± 85,94	1618,23 ± 57,82
Nitritos (mg/L)	< 0,01	< 0,01	< 0,01

Parámetro	Valor 1-2 mm	Valor 2-3 mm	Valor 3-5 mm
Bromuros (mg/L)	11,53 ± 0,2	11,97 ± 0,69	12,18 ± 1,87
Nitratos (mg/L)	5,67 ± 0,29	4,5 ± 0,22	10,83 ± 4,48
Fosfatos (mg/L)	< 0,01	< 0,01	< 0,01
Sulfatos (mg/L)	382,29 ± 3,27	863,96 ± 56,07	848,48 ± 37,1

### 5.2.3. Ensayos con escoria de incineradora

#### 5.2.3.1. Ensayos sin activación.

En estos ensayos con escoria de incineradora, se trabaja con tres tamaños de partícula distintos, siendo entre 1 y 2 mm, entre 2 y 3 mm, y entre 3 y 5 mm, sin ninguna activación. Los resultados de estos ensayos se muestran en la Tabla 5.5.

Tabla 5.5. Resultados ensayos con escoria de incineradora sin activación.

Parámetro	Valor 1-2 mm	Valor 2-3 mm	Valor 3-5 mm
DQO (mg/L)	117,62 ± 7,37	114,61 ± 3,9	123,25 ± 11,75
Fluoruros (mg/L)	32,2 ± 0,9	32,55 ± 0,66	32,06 ± 0,2
Cloruros (mg/L)	1131,12 ± 20,15	1134,84 ± 11,02	1129,21 ± 5,78
Nitritos (mg/L)	< 0,01	< 0,01	< 0,01
Bromuros (mg/L)	12,1 ± 1,52	11,4 ± 0,53	12,3 ± 1,79
Nitratos (mg/L)	18,17 ± 0,4	23,59 ± 0,42	6,28 ± 0,95
Fosfatos (mg/L)	7,13 ± 1,23	6,69 ± 0,16	8,6 ± 0,26
Sulfatos (mg/L)	1127,66 ± 16,27	1126 ± 8,45	1123,2 ± 6,04

**5.2.3.2. Ensayos con activación térmica a 800°C.**

En estos ensayos con escoria de incineradora, se trabaja con tres tamaños de partícula distintos, siendo entre 1 y 2 mm, entre 2 y 3 mm, y entre 3 y 5 mm, sometidas a una activación térmica a 800°C. Los resultados de estos ensayos se muestran en la Tabla 5.6.

Tabla 5.6. Resultados ensayos con escoria de incineradora con activación térmica a 800°C.

Parámetro	Valor 1-2 mm	Valor 2-3 mm	Valor 3-5 mm
DQO (mg/L)	150,47 ± 106,16	121,65 ± 59,94	143,31 ± 4,11
Fluoruros (mg/L)	32,61 ± 0,92	30,95 ± 0,36	30,5 ± 0,27
Cloruros (mg/L)	1149,87 ± 44,43	1091,84 ± 11,77	1092,12 ± 9,22
Nitritos (mg/L)	< 0,01	< 0,01	< 0,01
Bromuros (mg/L)	10,79 ± 1,7	11,45 ± 0,14	11,1 ± 0,36
Nitratos (mg/L)	7,34 ± 0,42	4,78 ± 0,11	2,6 ± 0,04
Fosfatos (mg/L)	8,4 ± 1,62	8,16 ± 0,61	7,63 ± 0,34
Sulfatos (mg/L)	1123,86 ± 6	1084,14 ± 7,27	1087,29 ± 4,51

**5.2.3.3. Ensayos con activación térmica a 900°C.**

En estos ensayos con escoria de incineradora, se trabaja con tres tamaños de partícula distintos, siendo entre 1 y 2 mm, entre 2 y 3 mm, y entre 3 y 5 mm, sometidas a una activación térmica a 900°C. Los resultados de estos ensayos se muestran en la Tabla 5.7.

Tabla 5.7. Resultados ensayos con escoria de incineradora con activación térmica a 900°C.

Parámetro	Valor 1-2 mm	Valor 2-3 mm	Valor 3-5 mm
DQO (mg/L)	144,38 ± 5,97	137,55 ± 7,35	147,98 ± 17,27
Fluoruros (mg/L)	31,8 ± 0,3	31,28 ± 0,5	32,23 ± 0,42
Cloruros (mg/L)	1119,44 ± 5,65	1090,68 ± 11,78	1132,33 ± 13,96
Nitritos (mg/L)	< 0,01	< 0,01	< 0,01
Bromuros (mg/L)	12,06 ± 0,21	11,68 ± 0,18	12,41 ± 0,62
Nitratos (mg/L)	3,23 ± 0,16	3,13 ± 1,04	2,79 ± 0,53
Fosfatos (mg/L)	9,24 ± 0,84	8,11 ± 0,89	8,86 ± 1,43
Sulfatos (mg/L)	1105,11 ± 0,41	1073,44 ± 9,48	1132,82 ± 23,52

**5.2.3.4. Ensayos con activación química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 0,5M.**

En estos ensayos con escoria de incineradora, se trabaja con tres tamaños de partícula distintos, siendo entre 1 y 2 mm, entre 2 y 3 mm, y entre 3 y 5 mm, sometidas a una activación mediante disolución de sales de aluminio de concentración 0,5M. Los resultados de estos ensayos se muestran en la Tabla 5.8.

Tabla 5.8. Resultados ensayos con escoria de incineradora con activación química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 0,5M.

Parámetro	Valor 1-2 mm	Valor 2-3 mm	Valor 3-5 mm
DQO (mg/L)	169,27 ± 28,36	208,43 ± 16,38	195,33 ± 45,93
Fluoruros (mg/L)	17,84 ± 1,62	19,79 ± 0,64	21,8 ± 0,19

Parámetro	Valor 1-2 mm	Valor 2-3 mm	Valor 3-5 mm
Cloruros (mg/L)	1683,96 ± 96,74	1720,22 ± 20,15	1672,66 ± 24,64
Nitritos (mg/L)	< 0,01	< 0,01	< 0,01
Bromuros (mg/L)	14,3 ± 1,01	14,7 ± 0,18	16,46 ± 3,12
Nitratos (mg/L)	113,56 ± 6,43	116,95 ± 1,22	117,88 ± 5,88
Fosfatos (mg/L)	< 0,01	< 0,01	< 0,01
Sulfatos (mg/L)	1017,81 ± 63,93	1053,21 ± 10,92	1046,57 ± 20,49

**5.2.3.5. Ensayos con activación térmica a 800°C y química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 0,5M.**

En estos ensayos con escoria de incineradora, se trabaja con tres tamaños de partícula distintos, siendo entre 1 y 2 mm, entre 2 y 3 mm, y entre 3 y 5 mm, sometidas a una activación térmica a 800°C y química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 0,5M. Los resultados de estos ensayos se muestran en la Tabla 5.9.

Tabla 5.9. Resultados ensayos con escoria de incineradora con activación térmica a 800°C y química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 0,5M.

Parámetro	Valor 1-2 mm	Valor 2-3 mm	Valor 3-5 mm
DQO (mg/L)	219,48 ± 22,63	169,82 ± 43,62	219,48 ± 37,15
Fluoruros (mg/L)	15,01 ± 089	22,19 ± 0,4	14,38 ± 0,33
Cloruros (mg/L)	1828,65 ± 7,23	1698 ± 14,66	1616,17 ± 24,75
Nitritos (mg/L)	< 0,01	< 0,01	< 0,01
Bromuros (mg/L)	19,51 ± 1,31	19,53 ± 1,02	18,98 ± 0,96

Parámetro	Valor 1-2 mm	Valor 2-3 mm	Valor 3-5 mm
Nitratos (mg/L)	115,01 ± 1,85	114,81 ± 0,88	110,3 ± 1,25
Fosfatos (mg/L)	< 0,01	< 0,01	< 0,01
Sulfatos (mg/L)	1072,93 ± 5,19	1075,11 ± 6,19	1024,92 ± 14,02

**5.2.3.6. Ensayos con activación térmica a 900°C y química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 0,5M.**

En estos ensayos con escoria de incineradora, se trabaja con tres tamaños de partícula distintos, siendo entre 1 y 2 mm, entre 2 y 3 mm, y entre 3 y 5 mm, sometidas a una activación térmica a 900°C y química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 0,5M. Los resultados de estos ensayos se muestran en la Tabla 5.10.

Tabla 5.10. Resultados ensayos con escoria de incineradora con activación térmica a 900°C y química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 0,5M.

Parámetro	Valor 1-2 mm	Valor 2-3 mm	Valor 3-5 mm
DQO (mg/L)	162,13 ± 30,08	219,48 ± 17,88	219,48 ± 37,04
Fluoruros (mg/L)	19,95 ± 0,28	10,33 ± 0,07	25,21 ± 0,17
Cloruros (mg/L)	1708,52 ± 7,2	1844,04 ± 13,83	1638,62 ± 13,07
Nitritos (mg/L)	< 0,01	< 0,01	< 0,01
Bromuros (mg/L)	20,19 ± 1,14	19,31 ± 1,08	20,37 ± 0,92
Nitratos (mg/L)	115,18 ± 0,56	109,84 ± 0,51	107,69 ± 0,59
Fosfatos (mg/L)	< 0,01	< 0,01	< 0,01
Sulfatos (mg/L)	1082,83 ± 3,78	1061,09 ± 30,15	1064,74 ± 5,29

**5.2.3.7. Ensayos con activación química mediante disolución de sales de aluminio con un contenido de  $Al_2O_3$  del 10% de concentración 1M.**

En estos ensayos con escoria de incineradora, se trabaja con tres tamaños de partícula distintos, siendo entre 1 y 2 mm, entre 2 y 3 mm, y entre 3 y 5 mm, sometidas a una activación química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 1M. Los resultados de estos ensayos se muestran en la Tabla 5.11.

Tabla 5.11. Resultados ensayos con escoria de incineradora con activación química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 1M.

Parámetro	Valor 1-2 mm	Valor 2-3 mm	Valor 3-5 mm
DQO (mg/L)	210,69 ± 29,5	172,52 ± 40,08	182,01 ± 49,89
Fluoruros (mg/L)	8,99 ± 0,05	2,82 ± 0,08	7,1 ± 0,08
Cloruros (mg/L)	4758,8 ± 30,86	3949,62 ± 76,56	3843,13 ± 36,11
Nitritos (mg/L)	< 0,01	< 0,01	< 0,01
Bromuros (mg/L)	11,03 ± 0,19	10,93 ± 0,37	10,99 ± 0,06
Nitratos (mg/L)	5,38 ± 0,05	4,8 ± 0,87	4,12 ± 0,19
Fosfatos (mg/L)	< 0,01	< 0,01	< 0,01
Sulfatos (mg/L)	141,64 ± 1,13	278,5 ± 3,27	292,27 ± 3,98

**5.2.3.8. Ensayos con activación térmica a 800°C y química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 1M.**

En estos ensayos con escoria de incineradora, se trabaja con tres tamaños de partícula distintos, siendo entre 1 y 2 mm, entre 2 y 3 mm, y entre 3 y 5 mm, sometidas a una activación térmica a 800°C y química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 1M. Los resultados de estos ensayos se muestran en la Tabla 5.12.

Tabla 5.12. Resultados ensayos con escoria de incineradora con activación térmica a 800°C y química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 1M.

Parámetro	Valor 1-2 mm	Valor 2-3 mm	Valor 3-5 mm
DQO (mg/L)	173,79 ± 37,16	211,62 ± 29,79	214,25 ± 31,19
Fluoruros (mg/L)	17,44 ± 0,25	22,44 ± 0,73	16,74 ± 0,51
Cloruros (mg/L)	5683,75 ± 62,41	5718,02 ± 34,8	4581,93 ± 160,96
Nitritos (mg/L)	3,05 ± 0,1	4,11 ± 0,48	4,96 ± 0,23
Bromuros (mg/L)	13,01 ± 0,25	13,34 ± 0,04	12,44 ± 1,72
Nitratos (mg/L)	106,07 ± 1,28	109,47 ± 0,83	109,55 ± 3,8
Fosfatos (mg/L)	< 0,01	< 0,01	< 0,01
Sulfatos (mg/L)	78,87 ± 1,11	76,69 ± 0,96	132,11 ± 3,46

**5.2.3.9. Ensayos con activación térmica a 900°C y química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 1M.**

En estos ensayos con escoria de incineradora, se trabaja con tres tamaños de partícula distintos, siendo entre 1 y 2 mm, entre 2 y 3 mm, y entre 3 y 5 mm, sometidas a una activación térmica a 900°C y química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 1M. Los resultados de estos ensayos se muestran en la Tabla 5.13.

Tabla 5.13. Resultados ensayos con escoria de incineradora con activación térmica a 900°C y química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 1M.

Parámetro	Valor 1-2 mm	Valor 2-3 mm	Valor 3-5 mm
DQO (mg/L)	219,48 ± 21,09	219,48 ± 31,59	219,48 ± 51,74
Fluoruros (mg/L)	3,62 ± 0,29	7,33 ± 0,07	10,3 ± 0,2
Cloruros (mg/L)	2061,76 ± 35,93	1990,41 ± 38,85	4094,51 ± 36,47
Nitritos (mg/L)	6,32 ± 0,09	6,27 ± 0,98	6 ± 0,09
Bromuros (mg/L)	12,1 ± 0,19	14,27 ± 1,52	14,56 ± 0,23
Nitratos (mg/L)	106,39 ± 0,83	121,6 ± 11,19	115,41 ± 1,37
Fosfatos (mg/L)	< 0,01	< 0,01	< 0,01
Sulfatos (mg/L)	993,18 ± 4,84	1077,68 ± 17,71	278,09 ± 4,47

**5.2.3.10. Ensayos con activación química mediante disolución de sales de lantano de concentración 0,1M.**

En estos ensayos con escoria de incineradora, se trabaja con tres tamaños de partícula distintos, siendo entre 1 y 2 mm, entre 2 y 3 mm, y entre 3 y 5 mm, sometidas a una activación química mediante una disolución de sales de lantano de concentración 0,1M. Los resultados de estos ensayos se muestran en la Tabla 5.14.

Tabla 5.14. Resultados ensayos con escoria de incineradora con activación química mediante disolución de sales de lantano de concentración 0,1M.

Parámetro	Valor 1-2 mm	Valor 2-3 mm	Valor 3-5 mm
DQO (mg/L)	161,56 ± 3,67	178,82 ± 19,38	168,18 ± 12,74

Parámetro	Valor 1-2 mm	Valor 2-3 mm	Valor 3-5 mm
Fluoruros (mg/L)	35,53 ± 0,36	34,63 ± 0,48	35,96 ± 0,25
Cloruros (mg/L)	1530,26 ± 13,49	1443,99 ± 14,16	1467,6 ± 17,41
Nitritos (mg/L)	6,5 ± 0,35	6 ± 0,18	6,12 ± 0,02
Bromuros (mg/L)	15,19 ± 0,12	19,22 ± 3,94	20,95 ± 1,38
Nitratos (mg/L)	203,29 ± 1,29	184,89 ± 1,8	177,07 ± 1,56
Fosfatos (mg/L)	< 0,01	< 0,01	< 0,01
Sulfatos (mg/L)	1070,45 ± 8,59	1031,26 ± 7,82	1049,11 ± 11,31

**5.2.3.11. Ensayos con activación térmica a 800°C y química mediante disolución de sales de lantano de concentración 0,1M.**

En estos ensayos con escoria de incineradora, se trabaja con tres tamaños de partícula distintos, siendo entre 1 y 2 mm, entre 2 y 3 mm, y entre 3 y 5 mm, sometidas a una activación térmica a 800°C y química mediante disolución de sales de lantano de concentración 0,1M. Los resultados de estos ensayos se muestran en la Tabla 5.15.

Tabla 5.15. Resultados ensayos con escoria de incineradora con activación térmica a 800°C y química mediante disolución de sales de lantano de concentración 0,1M.

Parámetro	Valor 1-2 mm	Valor 2-3 mm	Valor 3-5 mm
DQO (mg/L)	184,33 ± 15,1	196,84 ± 3,77	176,78 ± 10
Fluoruros (mg/L)	35,3 ± 0,4	33,23 ± 3,27	34,78 ± 0,59
Cloruros (mg/L)	1473,79 ± 6,15	1470,86 ± 23,9	1440,17 ± 5,86
Nitritos (mg/L)	6,14 ± 0,04	5,97 ± 0,03	6,13 ± 0,11

Parámetro	Valor 1-2 mm	Valor 2-3 mm	Valor 3-5 mm
Bromuros (mg/L)	21,22 ± 1	19 ± 4,21	14,44 ± 0,3
Nitratos (mg/L)	198,61 ± 1,41	192,5 ± 1,65	185,98 ± 0,43
Fosfatos (mg/L)	< 0,01	< 0,01	< 0,01
Sulfatos (mg/L)	1054,89 ± 1,97	1048,03 ± 15,88	1026,44 ± 5,9

**5.2.3.12. Ensayos con activación térmica a 900°C y química mediante disolución de sales de lantano de concentración 0,1M.**

En estos ensayos con escoria de incineradora, se trabaja con tres tamaños de partícula distintos, siendo entre 1 y 2 mm, entre 2 y 3 mm, y entre 3 y 5 mm, sometidas a una activación térmica a 900°C y química mediante disolución de sales de lantano de concentración 0,1M. Los resultados de estos ensayos se muestran en la Tabla 5.16.

Tabla 5.16. Resultados ensayos con escoria de incineradora con activación térmica a 900°C y química mediante disolución de sales de lantano de concentración 0,1M.

Parámetro	Valor 1-2 mm	Valor 2-3 mm	Valor 3-5 mm
DQO (mg/L)	219,48 ± 10,19	219,48 ± 44,79	219,48 ± 31,53
Fluoruros (mg/L)	34,86 ± 0,25	35,92 ± 0,49	36,66 ± 0,35
Cloruros (mg/L)	1443,06 ± 14,29	1454,78 ± 16,43	1479,25 ± 15,8
Nitritos (mg/L)	1,59 ± 0,01	1,51 ± 0,04	1,53 ± 0,02
Bromuros (mg/L)	14,68 ± 0,37	19,89 ± 4,39	21,54 ± 1,36
Nitratos (mg/L)	171,61 ± 1,23	178,88 ± 2,26	174,38 ± 2,03
Fosfatos (mg/L)	< 0,01	< 0,01	< 0,01

Parámetro	Valor 1-2 mm	Valor 2-3 mm	Valor 3-5 mm
Sulfatos (mg/L)	1030,4 ± 9,49	1041,88 ± 9,39	1056,78 ± 9,28

**5.2.3.13. Ensayos con activación química mediante disolución de cloruro de zinc de concentración 0,5M.**

En estos ensayos con escoria de incineradora, se trabaja con tres tamaños de partícula distintos, siendo entre 1 y 2 mm, entre 2 y 3 mm, y entre 3 y 5 mm, sometidas a una activación química mediante disolución de cloruro de zinc de concentración 0,5M. Los resultados de estos ensayos se muestran en la Tabla 5.17.

Tabla 5.17. Resultados ensayos con escoria de incineradora con activación química mediante disolución de cloruro de zinc de concentración 0,5M.

Parámetro	Valor 1-2 mm	Valor 2-3 mm	Valor 3-5 mm
DQO (mg/L)	180,91 ± 25,71	203,84 ± 27,71	169,16 ± 5,71
Fluoruros (mg/L)	36,95 ± 0,35	37,12 ± 0,25	38,24 ± 0,69
Cloruros (mg/L)	1663,54 ± 13,62	1638,64 ± 6,71	1656,17 ± 22,32
Nitritos (mg/L)	0,94 ± 0,05	0,94 ± 0,03	< 0,01
Bromuros (mg/L)	20,04 ± 0,89	21,01 ± 0,39	21,41 ± 0,74
Nitratos (mg/L)	113,45 ± 0,38	112,91 ± 0,61	117,48 ± 1,34
Fosfatos (mg/L)	< 0,01	< 0,01	< 0,01
Sulfatos (mg/L)	1045,61 ± 6,55	1040,84 ± 6	1080,33 ± 13,62

**5.2.3.14. Ensayos con activación térmica a 800°C y química mediante disolución de cloruro de zinc de concentración 0,5M.**

En estos ensayos con escoria de incineradora, se trabaja con tres tamaños de partícula distintos, siendo entre 1 y 2 mm, entre 2 y 3 mm, y entre 3 y 5 mm, sometidas a una activación térmica a 800°C y química mediante disolución de cloruro de zinc de concentración 0,5M. Los resultados de estos ensayos se muestran en la Tabla 5.18.

Tabla 5.18. Resultados ensayos con escoria de incineradora con activación térmica a 800°C y química mediante disolución de cloruro de zinc de concentración 0,5M.

Parámetro	Valor 1-2 mm	Valor 2-3 mm	Valor 3-5 mm
DQO (mg/L)	175,11 ± 3,18	173,37 ± 4,71	175,67 ± 3,79
Fluoruros (mg/L)	37,8 ± 0,82	37,45 ± 0,29	38,24 ± 0,69
Cloruros (mg/L)	1658,56 ± 24,91	1635 ± 11,12	1656,17 ± 22,32
Nitritos (mg/L)	0,95 ± 0,03	0,93 ± 0,03	< 0,01
Bromuros (mg/L)	20,45 ± 1,05	20,91 ± 0,64	21,41 ± 0,74
Nitratos (mg/L)	132,35 ± 29,78	113,53 ± 0,36	117,68 ± 1,34
Fosfatos (mg/L)	< 0,01	< 0,01	< 0,01
Sulfatos (mg/L)	1061,05 ± 17,13	1051,67 ± 3,02	1080,33 ± 13,62

**5.2.4. Ensayos con cenizas volantes de incineradora**

**5.2.4.1. Ensayo sin activación.**

En este ensayo con cenizas volantes de incineradora se trabaja con polvo sin ninguna activación. Los resultados de estos ensayos se muestran en la Tabla 5.19.

Tabla 5.19. Resultados ensayo con cenizas volantes sin activación.

Parámetro	Valor
DQO (mg/L)	249,23 ± 73,81
Fluoruros (mg/L)	4,71 ± 0,08
Cloruros (mg/L)	3393,88 ± 12,84
Nitritos (mg/L)	< 0,01
Bromuros (mg/L)	12,01 ± 0,65
Nitratos (mg/L)	112,71 ± 0,39
Fosfatos (mg/L)	< 0,01
Sulfatos (mg/L)	1994,07 ± 10,91

#### 5.2.4.2. Ensayo con activación química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 0,5M.

En este ensayo con cenizas volantes de incineradora se trabaja con polvo sometida a una activación química mediante una disolución de sales de aluminio de concentración 0,5M. Los resultados de este ensayo se muestran en la Tabla 5.20.

Tabla 5.20. Resultados ensayo con cenizas volantes con activación química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 0,5M.

Parámetro	Valor
DQO (mg/L)	230,57 ± 27,34
Fluoruros (mg/L)	30,62 ± 1,58
Cloruros (mg/L)	2221,19 ± 16,09

Parámetro	Valor
Nitritos (mg/L)	< 0,01
Bromuros (mg/L)	6,72 ± 0,81
Nitratos (mg/L)	111,89 ± 1,22
Fosfatos (mg/L)	< 0,01
Sulfatos (mg/L)	5847,36 ± 13,3

### 5.3. COMPARATIVA DE PROCESOS DE ADSORCIÓN

Con el fin de poder reflejar los resultados de estos ensayos y poder determinar cuál de las anteriores activaciones logra unos mejores resultados, se realizan una serie de comparativas mostradas a continuación.

#### 5.3.1. Comparativa de eliminación de contaminantes con escoria de incineradora

Se realizan varias comparativas del rendimiento de eliminación de distintos contaminantes empleando únicamente escoria de incineradora, empleando distintos métodos de activación.

##### 5.3.1.1. Comparativa de eliminación de DQO con escoria de incineradora

En este caso, mostrado en la Figura 5.2, se analizaron los resultados obtenidos para la eliminación de DQO empleando como residuo escoria de incineradora, descartando aquellos ensayos cuyo rendimiento de eliminación esté por debajo del 15%.

## Comparativa eliminación DQO

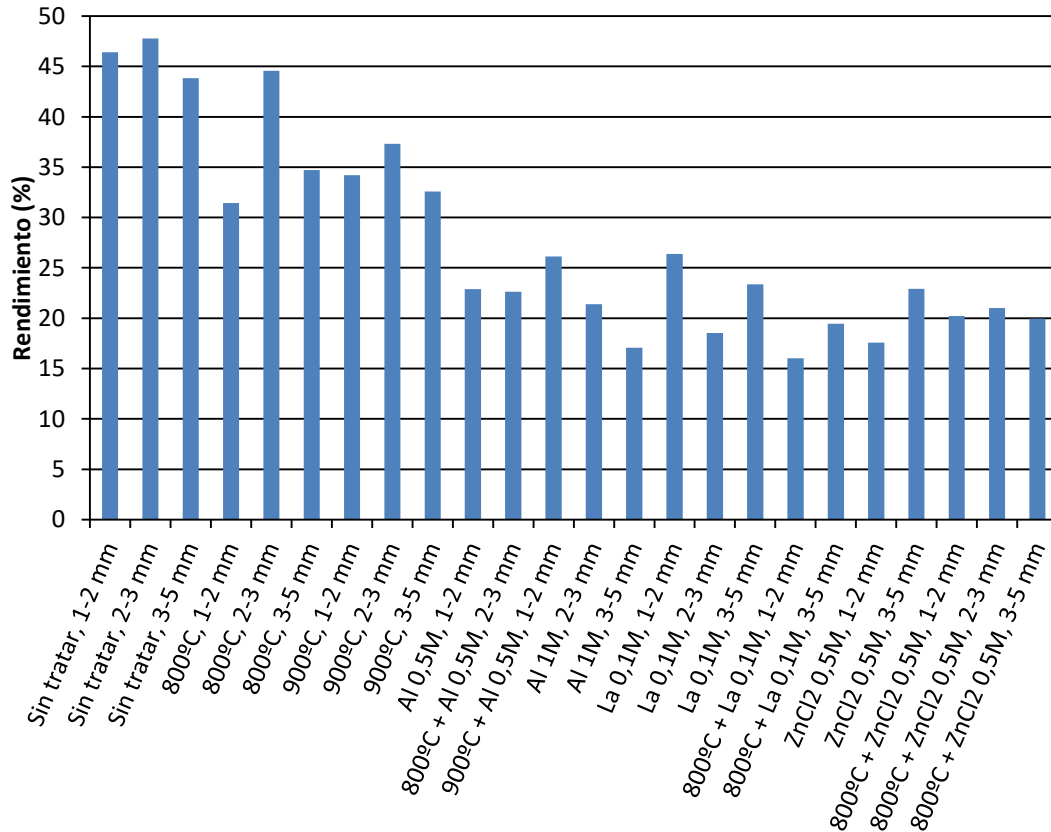


Figura 5.2. Comparativa para la eliminación de DQO con escoria de incineradora.

Se puede observar que el mayor rendimiento de eliminación de DQO se alcanza empleando un tamaño de partícula de entre 2 y 3 mm sin ninguna activación ni térmica ni química. Se llega a alcanzar un rendimiento del 47,78%.

### 5.3.1.2. Comparativa de eliminación de fluoruros con escoria de incineradora

En este caso, mostrado en la Figura 5.3, se analizaron los resultados obtenidos para la eliminación de fluoruros empleando como residuo escoria de incineradora, descartando aquellos ensayos cuyo rendimiento de eliminación esté por debajo del 25%.

### Comparativa eliminación fluoruros

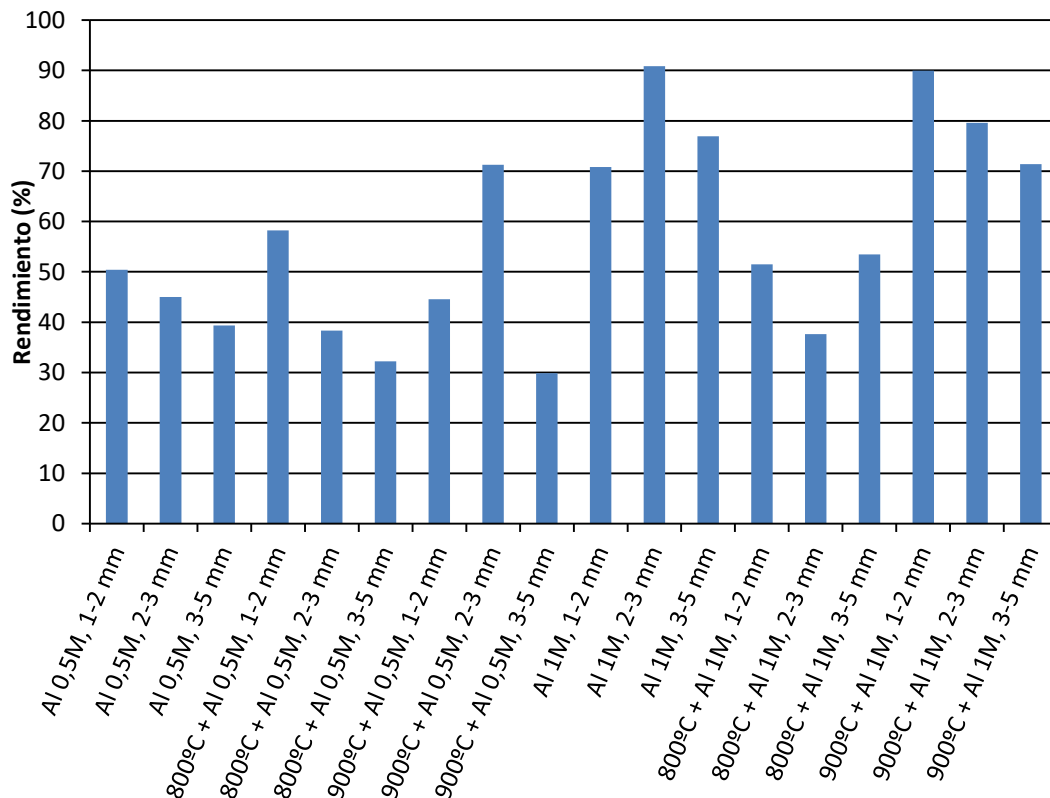


Figura 5.3. Comparativa para la eliminación de fluoruros con escoria de incineradora.

Se puede observar que los mayores rendimientos de eliminación de fluoruros se alcanzan empleando un tamaño de partícula de entre 2 y 3 mm y una activación química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 1M, al mismo que se obtiene un resultado muy similar con un tamaño de partícula de entre 1 y 2 mm junto con una activación térmica a 900°C y química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 1M. Estos rendimientos rondan el 90%.

### 5.3.1.3. Comparativa de eliminación de nitritos con escoria de incineradora

En este caso, mostrado en la Figura 5.4, se analizaron los resultados obtenidos para la eliminación de nitritos empleando como residuo escoria de incineradora, descartando aquellos ensayos cuyo rendimiento de eliminación esté por debajo del 30%.

#### Comparativa eliminación nitritos

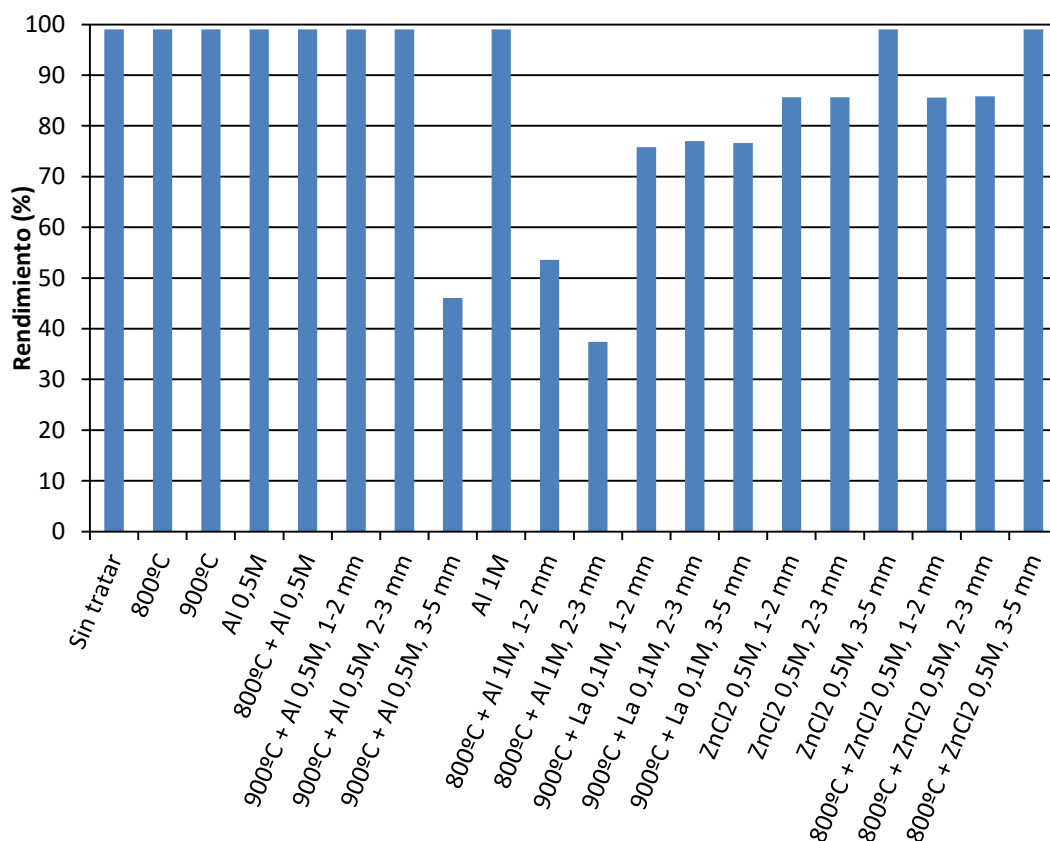


Figura 5.4. Comparativa para la eliminación de nitritos con escoria de incineradora.

Se puede observar que los mayores rendimientos de eliminación de nitritos se consiguen empleando distintos métodos de activación, entre las que están sin ningún tipo de tratamiento, con activación térmica a 800°C o 900°C, con activación química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 0,5M o de concentración 1M, entre otras. Estos rendimientos alcanzan el 99,85%.

### 5.3.1.4. Comparativa de eliminación de bromuros con escoria de incineradora

En este caso, mostrado en la Figura 5.5, se analizaron los resultados obtenidos para la eliminación de bromuros empleando como residuo escoria de incineradora, descartando aquellos ensayos cuyo rendimiento de eliminación esté por debajo del 10%.

### Comparativa eliminación bromuros

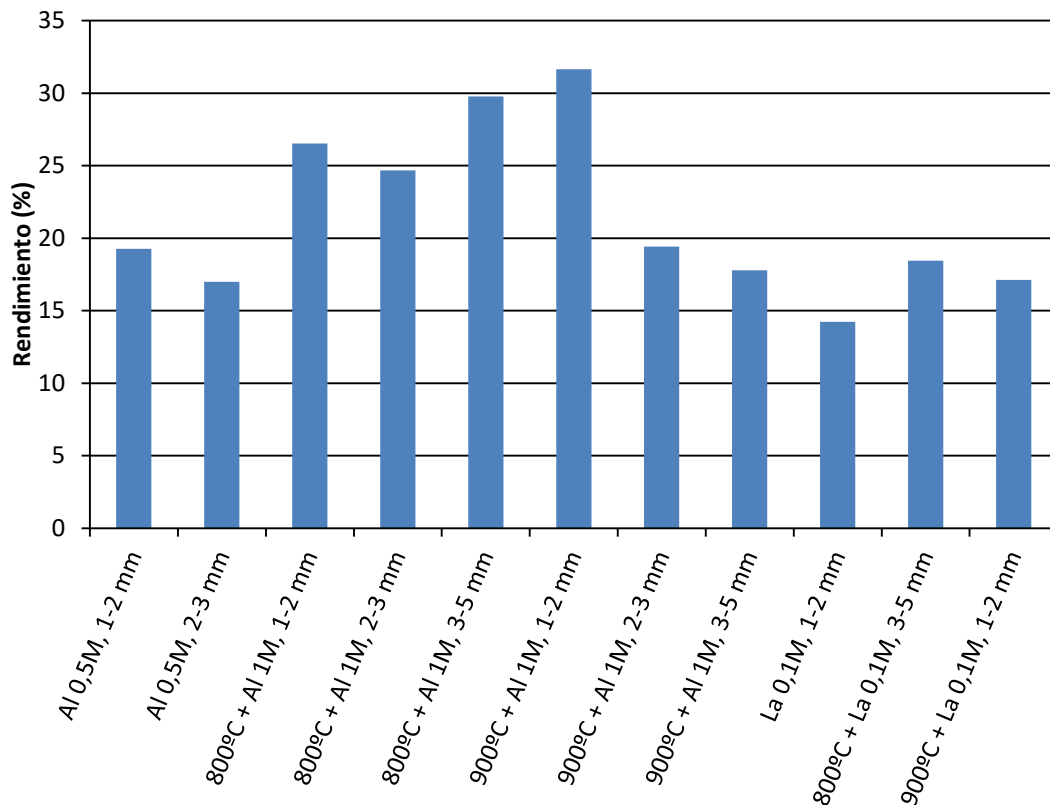


Figura 5.5. Comparativa para la eliminación de bromuros con escoria de incineradora.

Se puede observar que el mayor rendimiento de eliminación de bromuros se alcanza empleando un tamaño de partícula de entre 1 y 2 mm con activación térmica a 900°C y activación química mediante disolución de sales de aluminio. Se llega a alcanzar un rendimiento del 31,65%.

**5.3.1.5. Comparativa de eliminación de fosfatos con escoria de incineradora**

En este caso, mostrado en la Figura 5.6, se analizaron los resultados obtenidos para la eliminación de fosfatos empleando como residuo escoria de incineradora.

**Comparativa eliminación fosfatos**

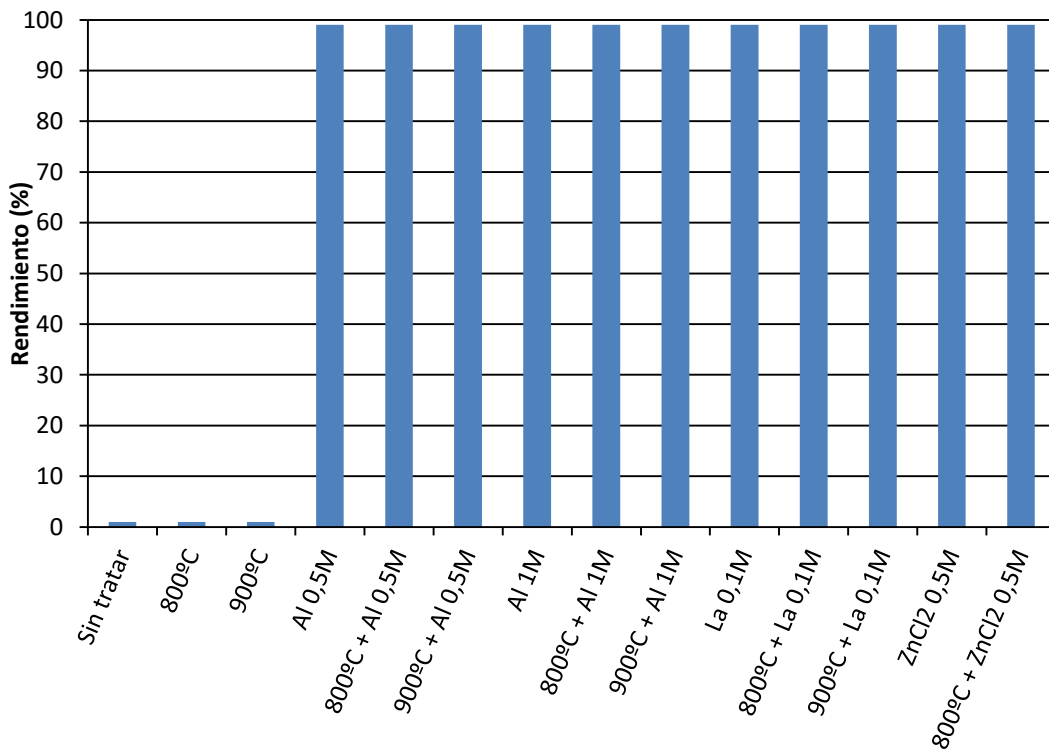


Figura 5.6. Comparativa para la eliminación de fosfatos con escoria de incineradora.

Se puede observar que los mayores rendimientos de eliminación de fosfatos se alcanzan empleando activación química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 0,5M o 1M, disolución de sales de lantano 0,1M o disolución de cloruro de zinc 0,5M, junto con una activación térmica a 800°C o 900°C, o sin esta última. Se llega a alcanzar un rendimiento del 99,93%.

### 5.3.2. Comparativa de eliminación de contaminantes entre distintos residuos

Se realizan varias comparativas del rendimiento de eliminación de distintos contaminantes empleando escoria de horno alto, finos de carbón de cok y escoria de incineradora. El proceso de activación empleado para cada uno de ellos sería una activación térmica a 800°C, seguida de una activación química mediante una disolución de sales de aluminio con distintas concentraciones.

#### 5.3.2.1. Comparativa de eliminación de DQO entre distintos residuos

En este caso, mostrado en la Figura 5.7, se analizaron los resultados obtenidos para la eliminación de DQO empleando como residuo escoria de horno alto, finos de carbón de cok y escoria de incineradora.

### Comparativa eliminación DQO

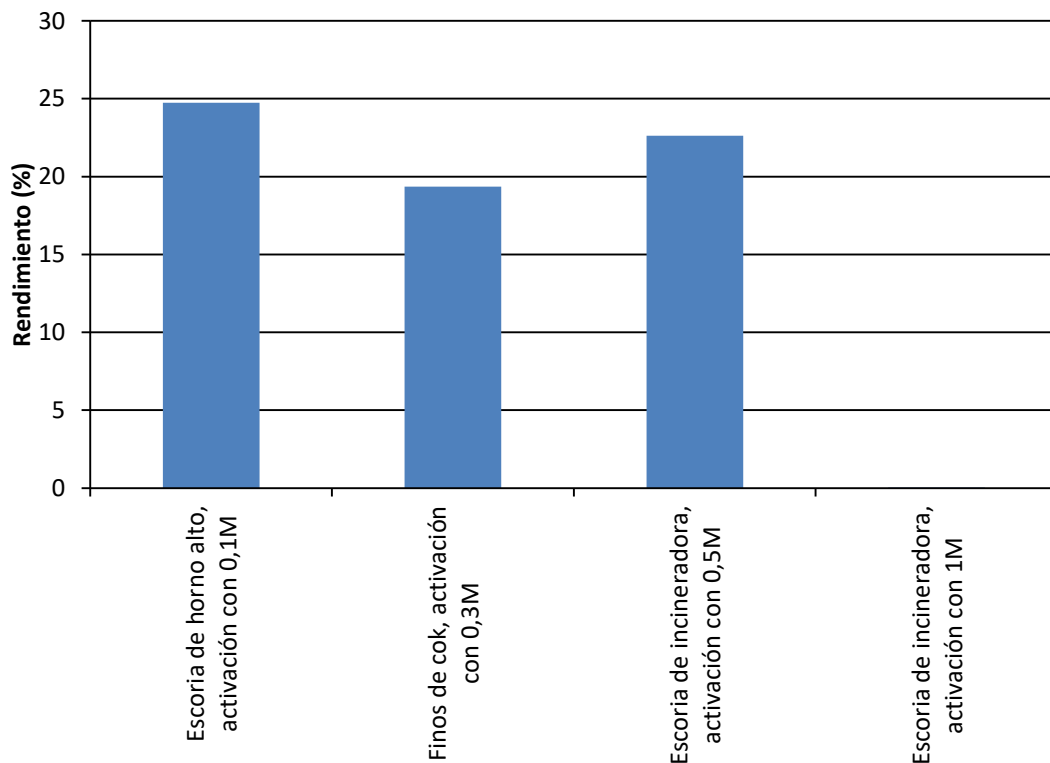


Figura 5.7. Comparativa para la eliminación de DQO entre distintos residuos: escoria de horno alto, finos de carbón de cok y escoria de incineradora.

Se puede observar que el mayor rendimiento de eliminación de DQO se alcanza empleando escoria de horno alto con una activación térmica a 800°C y una activación química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 0,1M. Se llega a alcanzar un rendimiento del 24,75%.

### 5.3.2.2. Comparativa de eliminación de fluoruros entre distintos residuos

En este caso, mostrado en la Figura 5.8, se analizaron los resultados obtenidos para la eliminación de fluoruros empleando como residuo escoria de horno alto, finos de carbón de cok y escoria de incineradora.

### Comparativa eliminación fluoruros

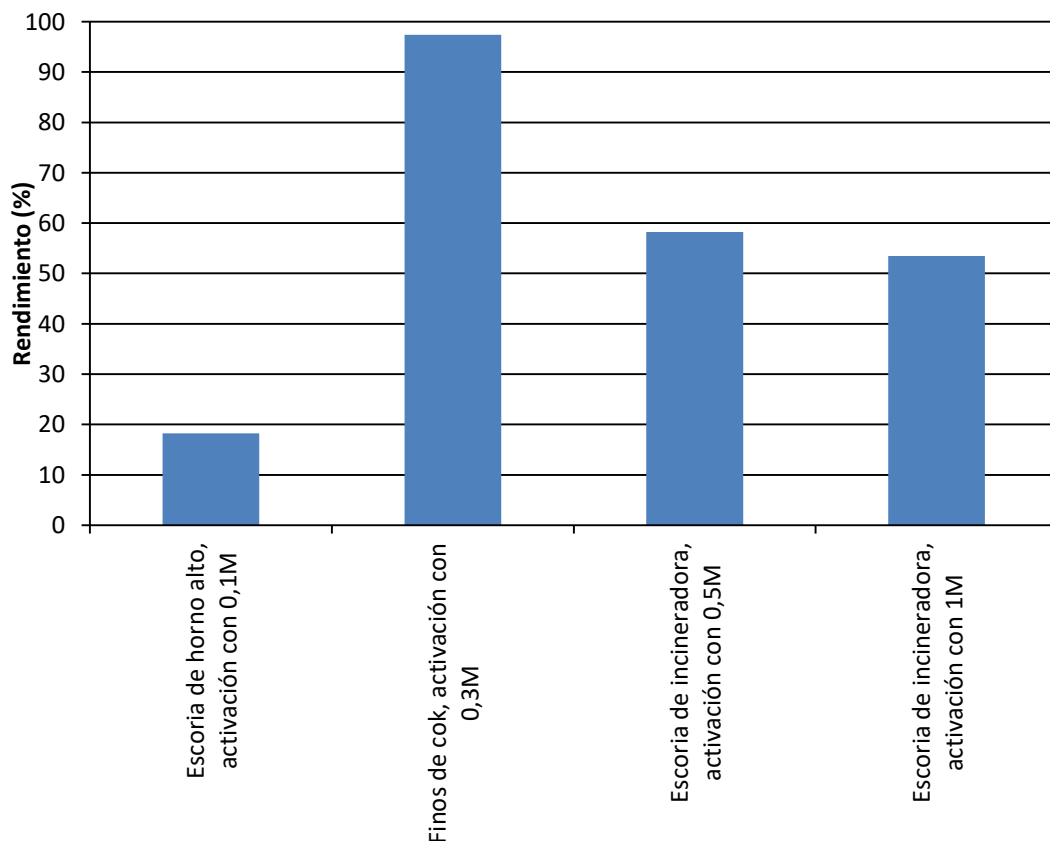


Figura 5.8. Comparativa para la eliminación de fluoruros entre distintos residuos: escoria de horno alto, finos de carbón de cok y escoria de incineradora.

Se puede observar que el mayor rendimiento de eliminación de fluoruros se alcanza empleando finos de carbón de cok con una activación térmica a 800°C y una activación química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 0,3M. Se llega a alcanzar un rendimiento del 97,42%.

### 5.3.2.3. Comparativa de eliminación de nitritos entre distintos residuos

En este caso, mostrado en la Figura 5.9, se analizaron los resultados obtenidos para la eliminación de nitritos empleando como residuo escoria de horno alto, finos de carbón de cok y escoria de incineradora.

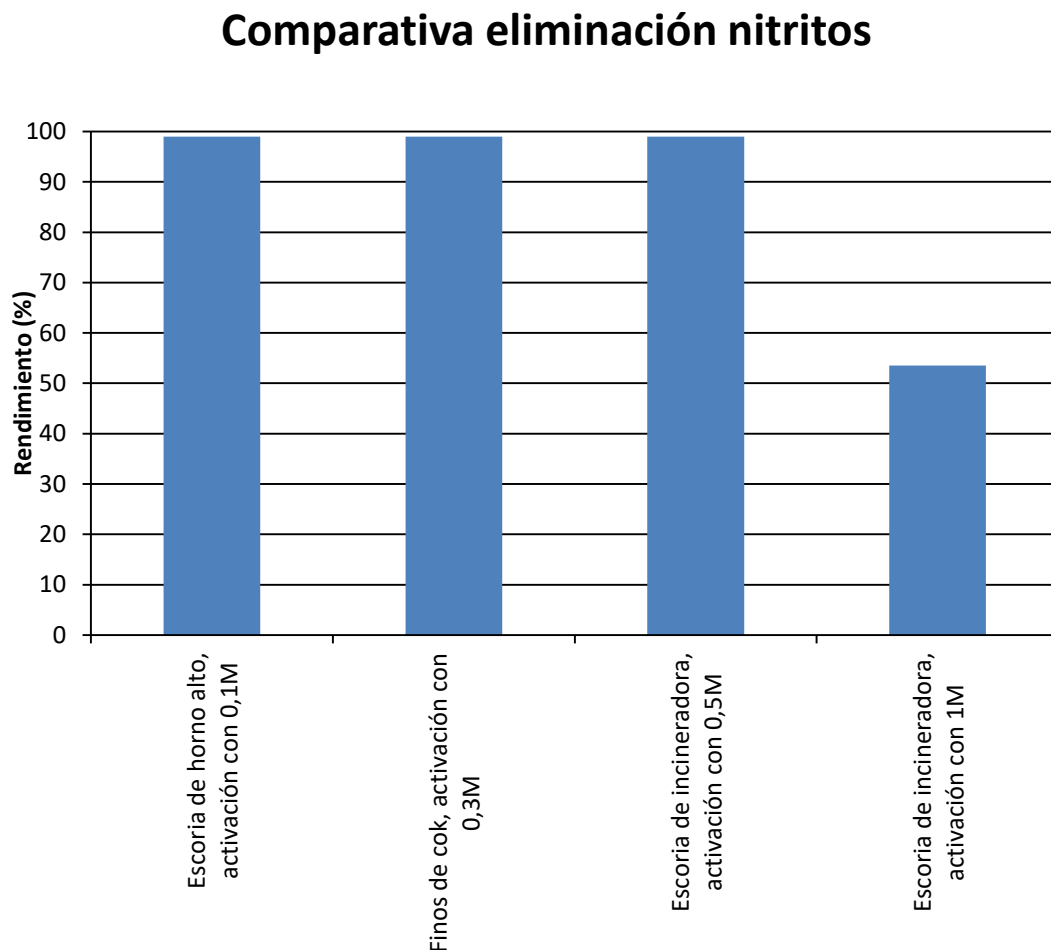


Figura 5.9. Comparativa para la eliminación de nitritos entre distintos residuos: escoria de horno alto, finos de carbón de cok y escoria de incineradora.

Se puede observar que el mayor rendimiento de eliminación de nitritos se alcanza empleando escoria de horno alto con una activación térmica a 800°C y una activación química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 0,1M, finos de carbón de cok con una activación química en este caso de concentración 0,3M o escoria de incineradora con una activación química en este caso de concentración 0,5M. Se llega a alcanzar un rendimiento del 99,85%.

#### 5.3.2.4. Comparativa de eliminación de bromuros entre distintos residuos

En este caso, mostrado en la Figura 5.10, se analizaron los resultados obtenidos para la eliminación de bromuros empleando como residuo escoria de horno alto, finos de carbón de cok y escoria de incineradora.

### Comparativa eliminación bromuros

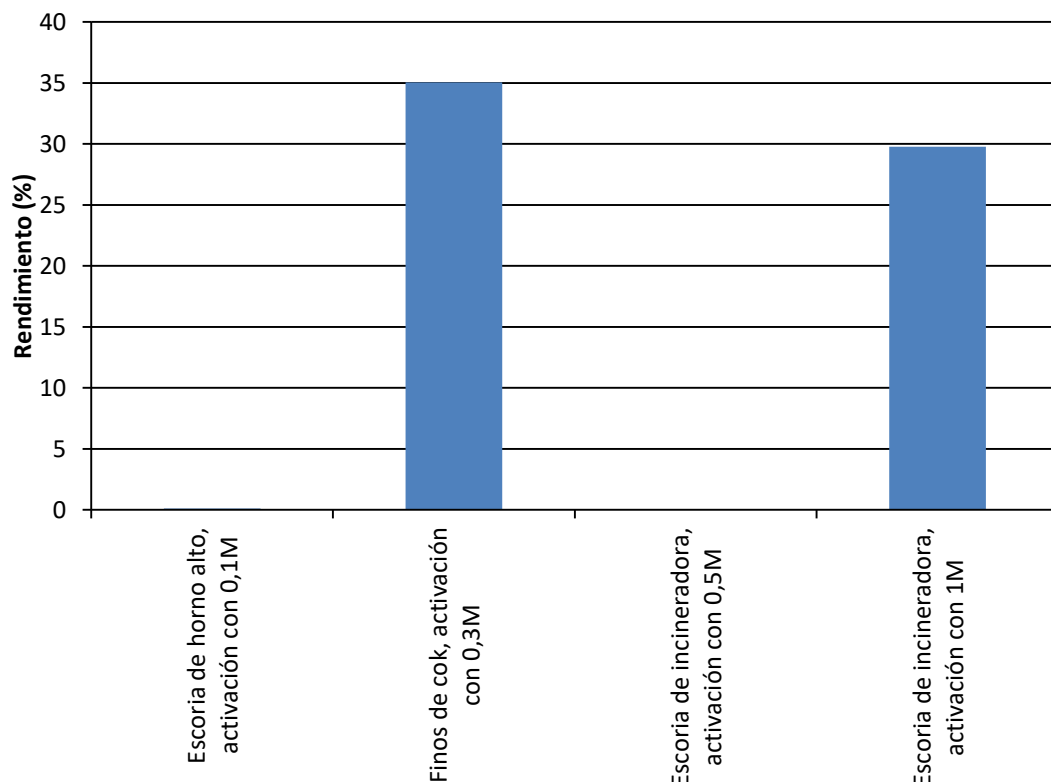


Figura 5.10. Comparativa para la eliminación de bromuros entre distintos residuos: escoria de horno alto, finos de carbón de cok y escoria de incineradora.

Se puede observar que el mayor rendimiento de eliminación de bromuros se alcanza empleando finos de carbón de cok con una activación térmica a 800°C y una activación química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 0,3M. Se llega a alcanzar un rendimiento del 35,06%.

**5.3.2.5. Comparativa de eliminación de fosfatos entre distintos residuos**

En este caso, mostrado en la Figura 5.11, se analizaron los resultados obtenidos para la eliminación de fosfatos empleando como residuo escoria de horno alto, finos de carbón de cok y escoria de incineradora.

**Comparativa eliminación fosfatos**

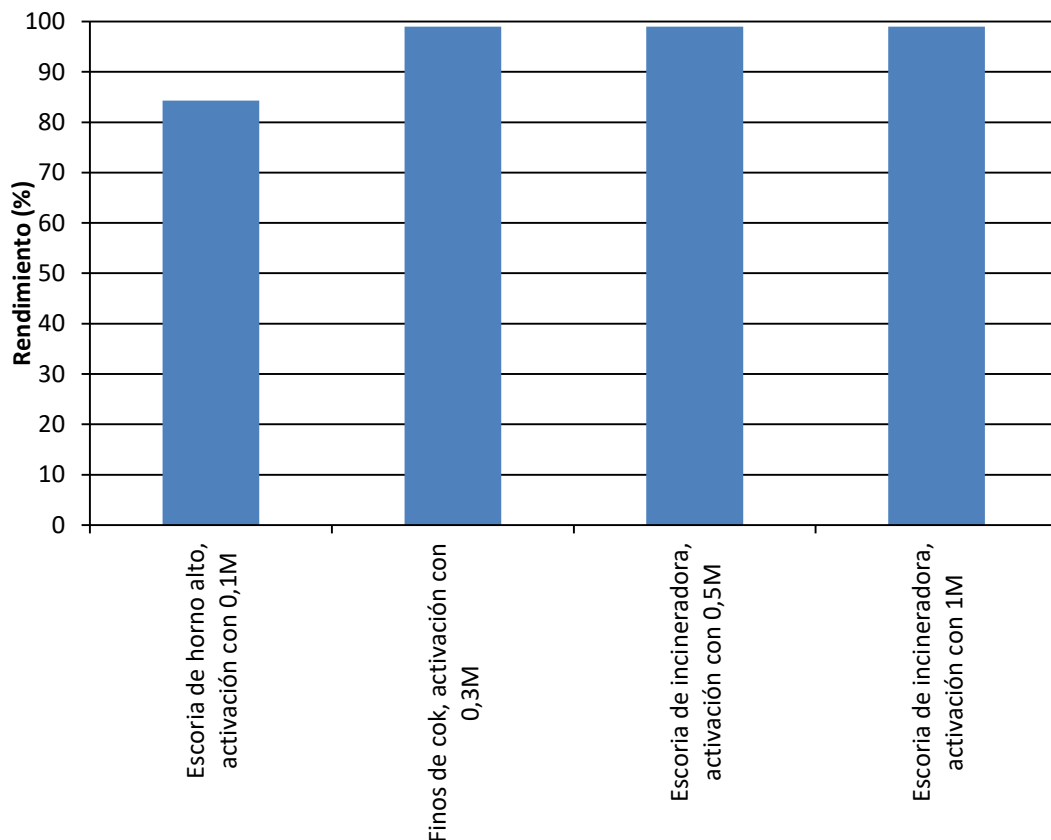


Figura 5.11. Comparativa para la eliminación de fosfatos entre distintos residuos: escoria de horno alto, finos de carbón de cok y escoria de incineradora.

Se puede observar que el mayor rendimiento de eliminación de fosfatos se alcanza empleando finos de carbón de cok con una activación térmica a 800°C y una activación química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 0,3M, o escoria de incineradora con una activación química en este caso de concentración 0,5M o 1M. Se llega a alcanzar un rendimiento del 99,93%.

## 6. Conclusiones

Tras la realización de los ensayos de activación donde se comprueba la eficacia de distintos adsorbentes, tras estos, se concluye que para la eliminación de fluoruros la activación ideal se obtiene con una activación térmica seguida de una activación química con una disolución de sales de aluminio. Esta reducción encuentra su máximo rendimiento empleando como material adsorbente finos de carbón de cok o escoria de incineradora llegando hasta 97,42% y 90,83% respectivamente. En cambio, para la reducción de DQO, la activación química con disolución de sales de aluminio no favorece la misma, mientras que el empleo de una disolución de sales de lantano o de cloruro de zinc, proporciona resultados más favorables. Aun así, se comprueba que el mayor rendimiento se obtuvo con el empleo de escoria de incineradora sin activación térmica ni química, llegando a rendimientos de 47,78%.

Por otro lado, para la reducción de nitritos, se logra un rendimiento de 99,85% mediante el uso de todos los residuos estudiados, empleando distintos métodos de activación térmica, química y combinando ambas, como por ejemplo con activación térmica a 800°C de carbón de cok, seguido de una activación química mediante una disolución de sales de aluminio 0,3M. Por último, para la reducción de fosfatos, se llega a rendimientos de eliminación de 99,93% empleando finos de carbón de cok, escoria de incineradora y cenizas volantes, donde se emplea una activación química combinada o no con una activación térmica, como por ejemplo sería con activación térmica a 800°C de escoria de incineradora, seguido de una activación química mediante una disolución de sales de lantano 0,1M.

Para trabajos futuros relacionados con esta investigación, se puede considerar el estudio de ensayos cinéticos y de columna para el proceso de adsorción con este tipo de adsorbente y distintas concentraciones en el proceso de adsorción con el fin de conocer y comparar el comportamiento respecto a estas variaciones.

## 7. Bibliografía

- Alcalá, L. (2021). *Removal of fluoride from coke wastewater by aluminum doped chelating ion-exchange resins: a tertiary treatment*. Departamento de Ingeniería Química y Tecnología del Medio Ambiente. Universidad de Oviedo.
- Cabal Álvarez, M. B. (2009). *Depuración de efluentes contaminados con hidrocarburos aromáticos policíclicos mediante carbones activados: Evaluación del proceso de adsorción*. Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica. Universidad de Oviedo.
- Castrillón Peláez, L. (2007). *Removal of residual phenols from coke wastewater by adsorption*. Departamento de Ingeniería Química y Tecnología del Medio Ambiente. Universidad de Oviedo.
- Marco Brown, J. L. (2011). *Adsorción de picloram sobre minerales arcillosos*. Facultad de Ciencias Exactas y Naturales. Universidad de Buenos Aires.
- Marijuan de Santiago, L. (2015). *Cinética de adsorción de compuestos fenólicos en disolución acuosa sobre carbón activo: determinación de los coeficientes de difusión interna*. Departamento de Ingeniería Química. Facultad de Ciencias Químicas. Universidad Complutense de Madrid.
- Tubert, I., & Talanquer, V. (1997). Sobre adsorción.
- Uribe, L. M., López, M. E., & González, A. G. (2013). *Activación de carbón mineral mediante proceso físico en horno tubular horizontal y atmósfera inerte*. Revista colombiana de materiales.
- Vences Álvarez, E. (2014). *Modificación de carbón activado con La(III) para la remoción de fluoruros del agua*. San Luis Potosí: Instituto Potosino de Investigación Científica y Tecnológica, A.C.

West, W., Carroll, B., & D.H., W. (1952). *The adsorption of sensitizing dyes in photographic emulsions*. Journal of Physical Chemistry.

Zarrabi, M. (2014). *Removal of fluoride ions by ion exchange resin: kinetic and equilibrium studies*. Environmental engineering and management journal.

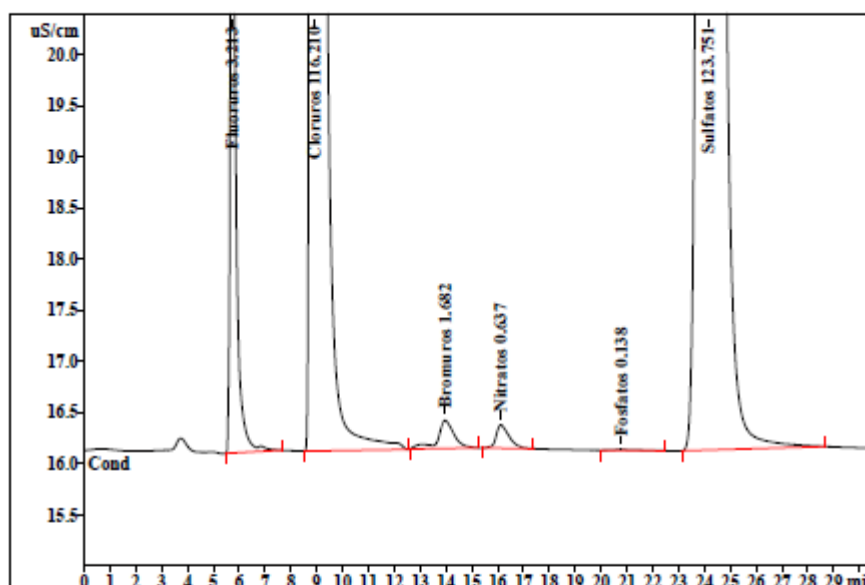
Zhang, Y., He, L., Wang, G., Zhang, X., Liu, Y., & Chen, Y. (2021). *Defluorination and regeneration study of lanthanum-doped sewage sludge-based activated carbon*. Journal of Environmental Chemical Engineering.

# 8. Anexos

## 8.1. CROMATOGRAMAS

### 8.1.1. Ensayo con escoria de horno alto con activación térmica a 800°C.

Flow: 0.70 mL/min  
 Temperature: 20.0°C  
 Pressure: 16.7 MPa



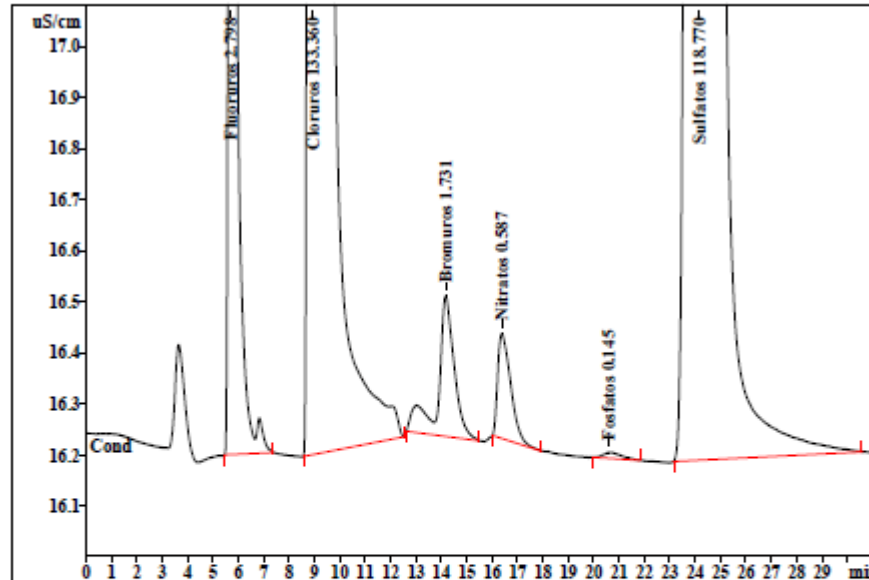
Quantitation method: Custom

No	Retention min	Height uS/cm	Area uS/cm <sup>2</sup> sec	Conc. mg/L	Name
1	5.73	7.03	101.581	3.213	Fluoruros
2	8.91	154.25	2591.311	116.210	Cloruros
3	13.97	0.27	11.995	1.682	Bromuros
4	16.12	0.23	8.004	0.637	Nitratos
5	20.78	0.01	0.566	0.138	Fosfatos
6	24.15	53.57	2239.862	123.751	Sulfatos
6	30.65	215.36	4953.318	245.631	

This report has been created by IC Net  
 METROHM LTD

**8.1.2. Ensayo con escoria de horno alto con activación térmica a 800°C y química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 0,1M.**

Flow: 0.70 mL/min  
Temperature: 20.0°C  
Pressure: 16.6 MPa



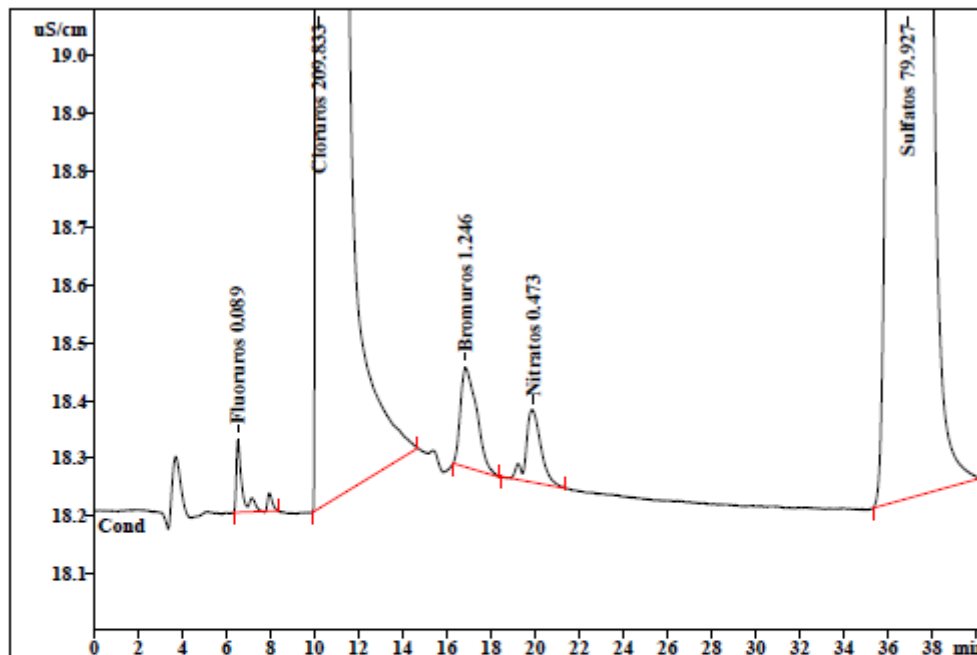
Quantitation method: Custom

No	Retention min	Height uS/cm	Area uS/cm*sec	Conc. mg/L	Name
1	5.71	6.01	88.475	2.798	Fluoruros
2	8.94	172.49	2973.736	133.360	Cloruros
3	14.18	0.27	12.348	1.731	Bromuros
4	16.39	0.21	7.374	0.587	Nitratos
5	20.60	0.01	0.596	0.145	Fosfatos
6	24.17	48.93	2149.701	118.770	Sulfatos
6	31.22	227.93	5232.231	257.392	

This report has been created by IC Net  
METROHM LTD

**8.1.3. Ensayo con finos de carbón de cok con activación térmica a 800°C y química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 0,3M.**

Flow: 0.70 mL/min  
 Temperature: 20.0 °C  
 Pressure: 15.9 MPa



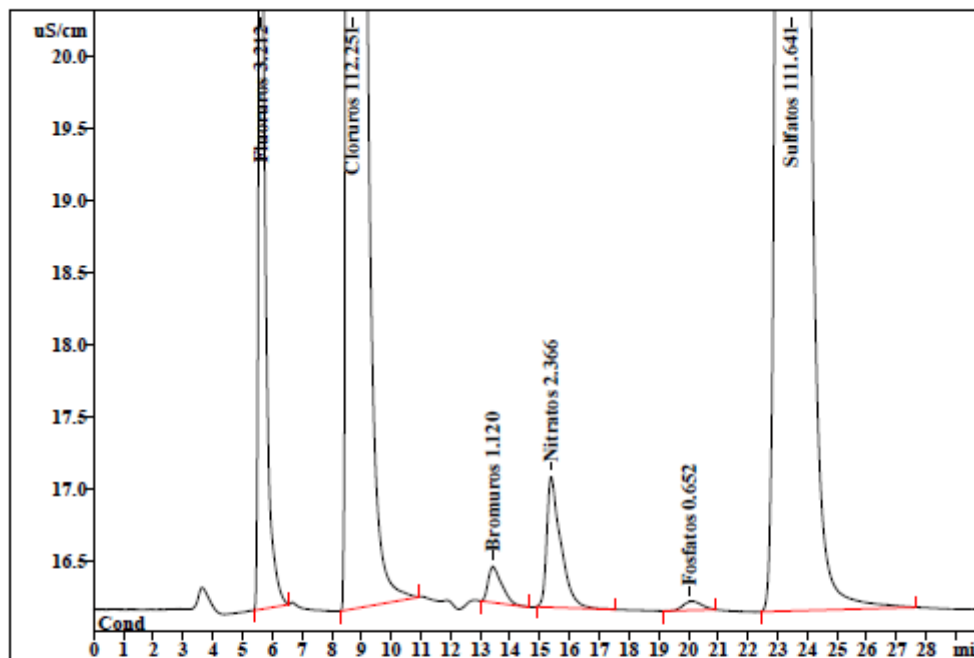
Quantitation method: Custom

No	Retention min	Height uS/cm	Area uS/cm*sec	Conc. mg/L	Name
1	6.54	0.13	2.804	0.089	Fluoruros
2	10.23	164.62	4678.955	209.833	Cloruros
3	16.86	0.17	8.886	1.246	Bromuros
4	19.93	0.12	5.940	0.473	Nitratos
5	36.89	22.68	1446.648	79.927	Sulfatos
5	40.44	187.72	6143.233	291.567	

This report has been created by IC Net  
 METROHM LTD

8.1.4. Ensayo con escoria de incineradora sin activación.

Flow: 0.70 mL/min  
 Temperature: 20.0 °C  
 Pressure: 15.5 MPa



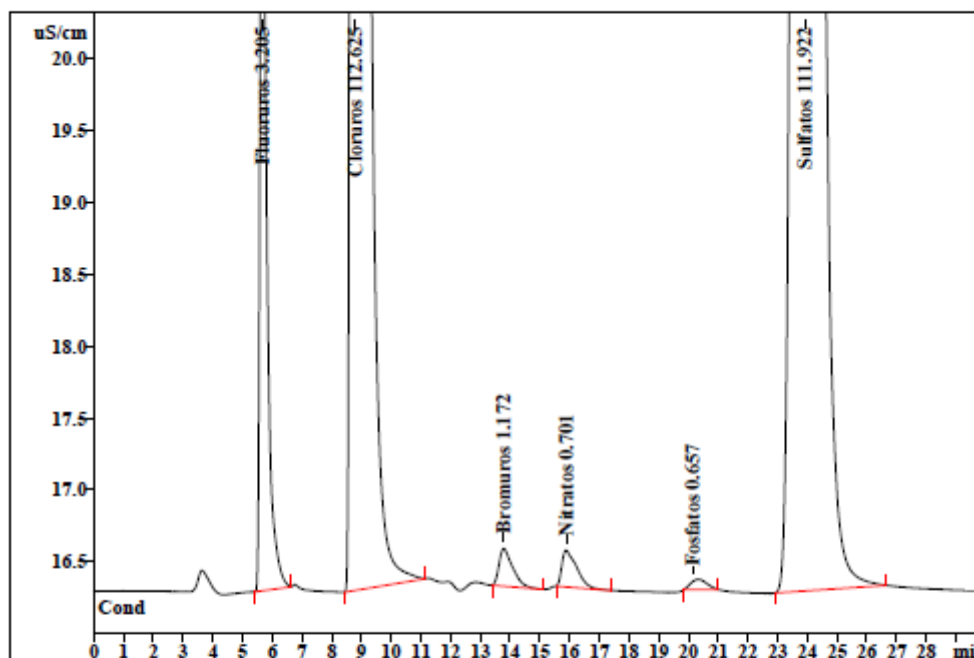
Quantitation method: Custom

No	Retention min	Height uS/cm	Area uS/cm*sec	Conc. mg/L	Name
1	5.62	7.55	101.566	3.212	Fluoruros
2	8.69	157.42	2503.021	112.251	Cloruros
3	13.43	0.25	7.991	1.120	Bromuros
4	15.38	0.91	29.714	2.366	Nitratos
5	20.06	0.06	2.676	0.652	Fosfatos
6	23.44	47.82	2020.666	111.641	Sulfatos
6	31.94	214.00	4665.633	231.241	

This report has been created by IC Net  
 METROHM LTD

### 8.1.5. Ensayo con escoria de incineradora con activación térmica a 800°C.

Flow: 0.70 mL/min  
Temperature: 20.0°C  
Pressure: 15.9 MPa



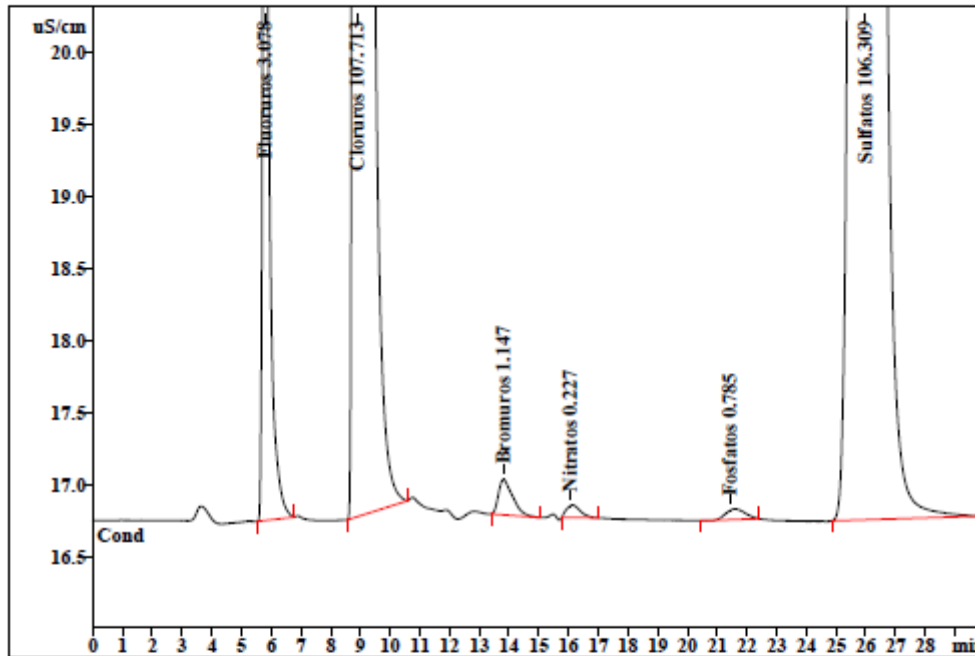
Quantitation method: Custom

No	Retention min	Height uS/cm	Area uS/cm*sec	Conc. mg/L	Name
1	5.67	7.54	101.319	3.205	Fluoruros
2	8.80	155.03	2511.379	112.625	Cloruros
3	13.79	0.26	6.361	1.172	Bromuros
4	15.89	0.25	8.805	0.701	Nitratos
5	20.15	0.06	2.700	0.657	Fosfatos
6	23.93	47.32	2025.750	111.922	Sulfatos
6	32.88	210.47	4658.314	230.282 <sup>-</sup>	

This report has been created by IC Net  
METROHM LTD

### 8.1.6. Ensayo con escoria de incineradora con activación térmica a 900°C.

Flow: 0.70 mL/min  
 Temperature: 20.0°C  
 Pressure: 14.9 MPa



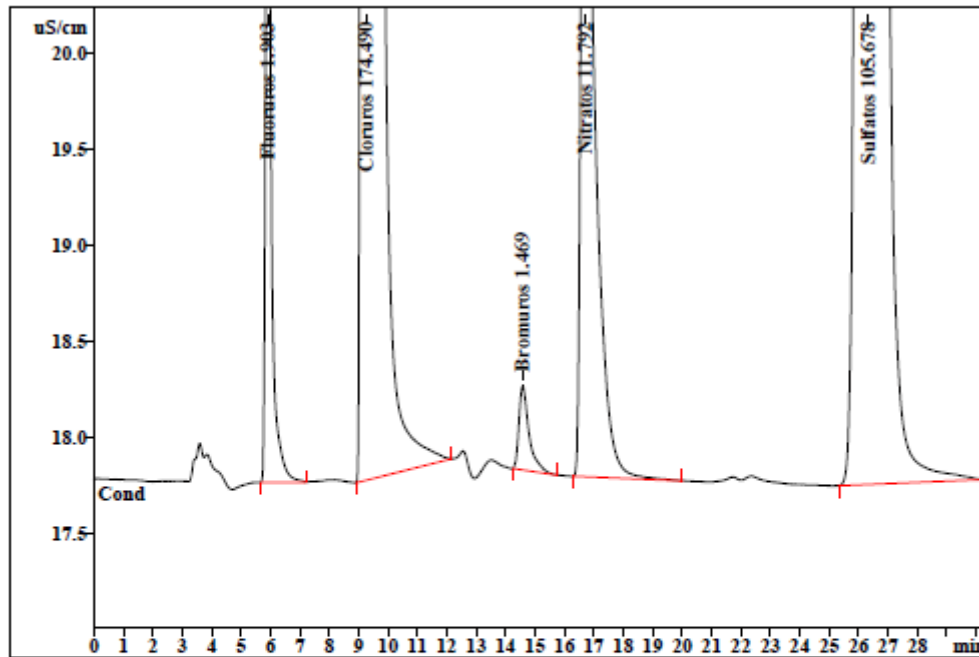
Quantitation method: Custom

No	Retention min	Height uS/cm	Area uS/cm*sec	Conc. mg/L	Name
1	5.79	7.04	97.303	3.078	Fluoruros
2	8.88	138.03	2401.838	107.713	Cloruros
3	13.82	0.24	8.184	1.147	Bromuros
4	16.05	0.08	2.852	0.227	Nitratos
5	21.43	0.06	3.224	0.785	Fosfatos
6	25.98	40.99	1924.160	106.309	Sulfatos
6	33.08	186.45	4437.561	219.259	

This report has been created by IC Net  
 METROHM LTD

**8.1.7. Ensayo con escoria de incineradora con activación química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 0,5M.**

Flow: 0.70 mL/min  
 Temperature: 20.0 °C  
 Pressure: 16.3 MPa



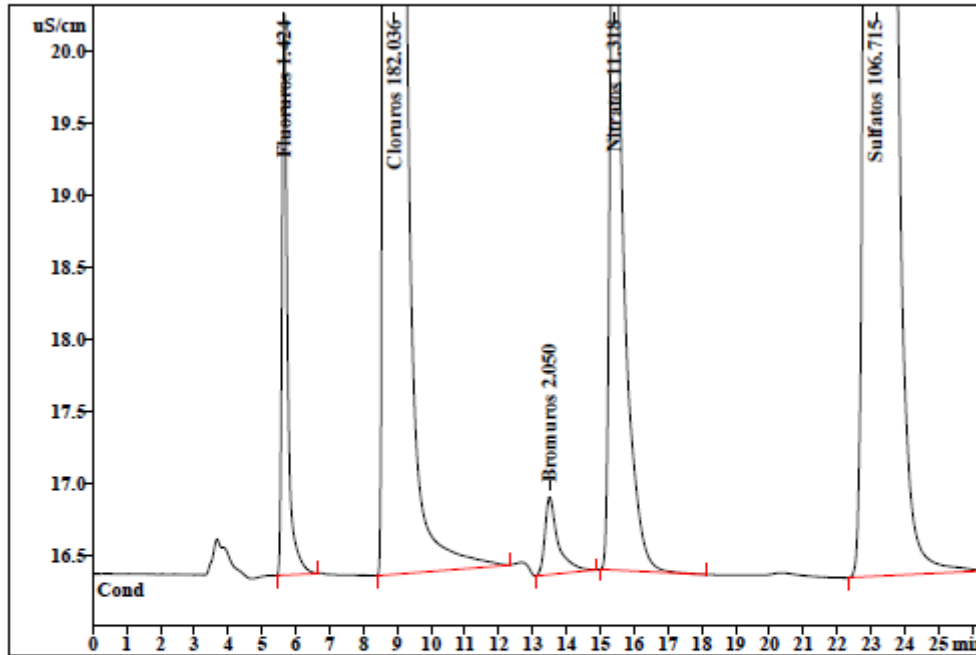
Quantitation method: Custom

No	Retention min	Height uS/cm	Area uS/cm*sec	Conc. mg/L	Name
1	5.92	5.14	60.165	1.903	Fluoruros
2	9.25	266.74	3890.871	174.490	Cloruros
3	14.59	0.44	10.479	1.469	Bromuros
4	16.70	5.12	148.124	11.792	Nitratos
5	26.34	53.51	1912.747	105.678	Sulfatos
6	30.33	330.95	6022.386	295.332	

This report has been created by IC Net  
 METROHM LTD

**8.1.8. Ensayo con escoria de incineradora con activación térmica a 800°C y química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 0,5M.**

Flow: 0.70 mL/min  
 Temperature: 20.0°C  
 Pressure: 16.3 MPa



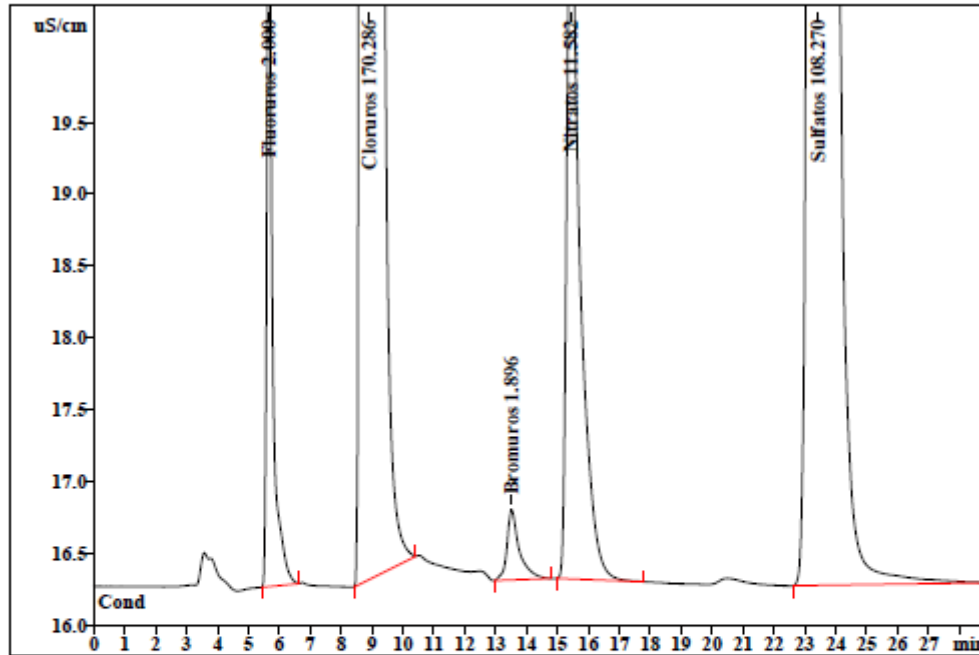
Quantitation method: Custom

No	Retention min	Height uS/cm	Area uS/cm*sec	Conc. mg/L	Name
1	5.66	3.90	45.033	1.424	Fluoruros
2	8.91	260.59	4059.131	182.036	Cloruros
3	13.50	0.54	14.623	2.050	Bromuros
4	15.42	5.25	142.173	11.318	Nitratos
5	23.15	61.81	1931.512	106.715	Sulfatos
5	26.37	332.09	6192.472	303.544	

This report has been created by IC Net  
 METROHM LTD

**8.1.9. Ensayo con escoria de incineradora con activación térmica a 900°C y química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 0,5M.**

Flow: 0.70 mL/min  
Temperature: 20.0°C  
Pressure: 16.3 MPa



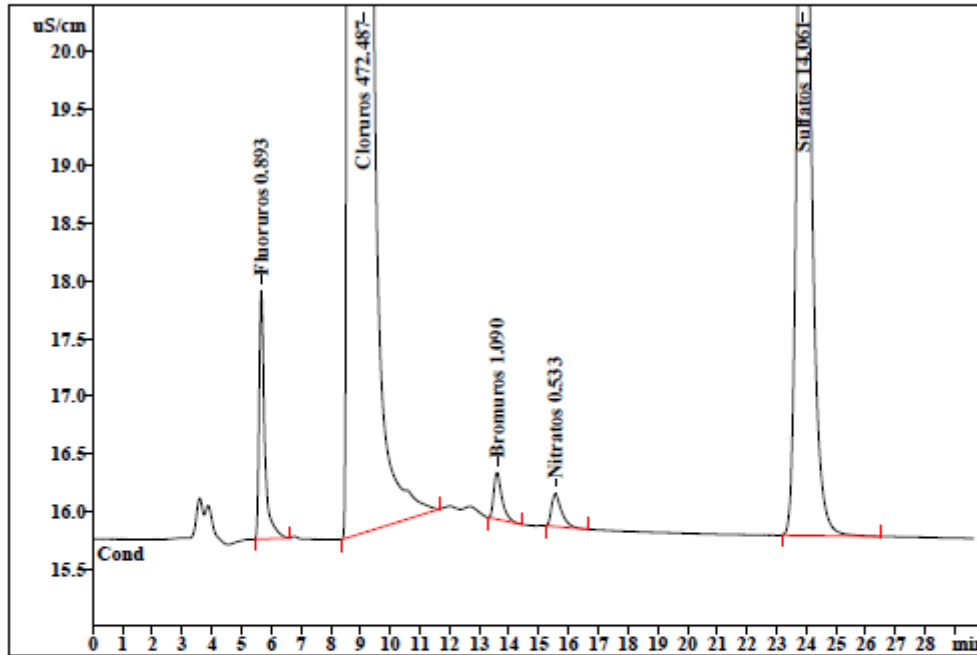
Quantitation method: Custom

No	Retention min	Height uS/cm	Area uS/cm*sec	Conc. mg/L	Name
1	5.67	4.94	63.226	2.000	Fluoruros
2	8.90	232.30	3797.131	170.286	Cloruros
3	13.52	0.49	13.527	1.896	Bromuros
4	15.43	4.91	145.487	11.582	Nitratos
5	23.44	56.97	1959.655	108.270	Sulfatos
5	28.85	299.60	5979.026	294.034	

This report has been created by IC Net  
METROHM LTD

**8.1.10. Ensayo con escoria de incineradora con activación química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 1M.**

Flow: 0.70 mL/min  
 Temperature: 20.0 °C  
 Pressure: 14.4 MPa



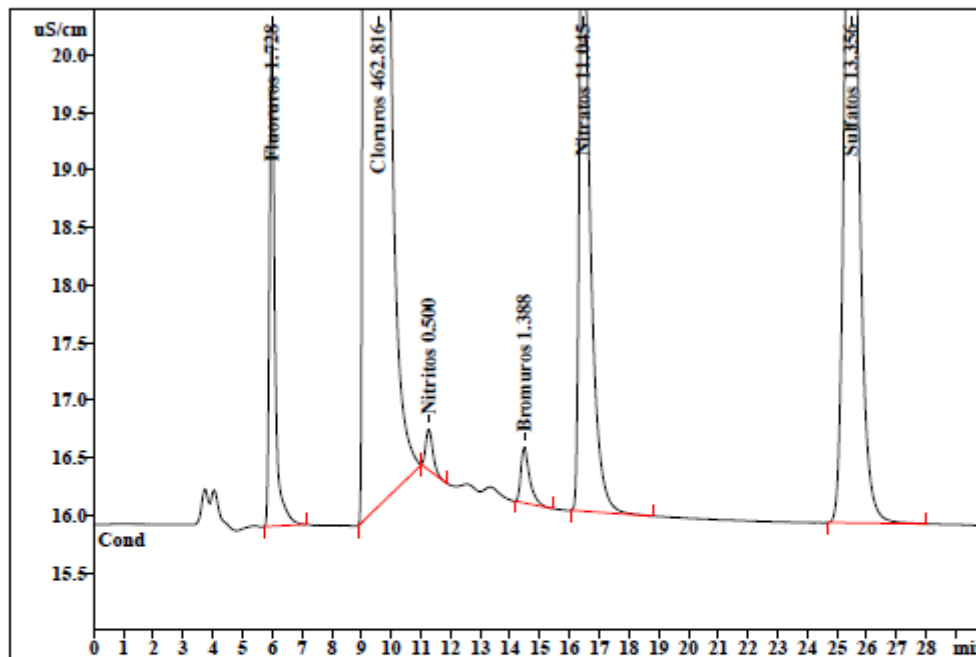
Quantitation method: Custom

No	Retention min	Height uS/cm	Area uS/cm*sec	Conc. mg/L	Name
1	5.67	2.16	28.219	0.893	Fluoruros
2	9.09	469.84	10535.759	472.487	Cloruros
3	13.89	0.40	7.776	1.090	Bromuros
4	15.55	0.28	6.689	0.533	Nitratos
5	23.90	8.63	254.508	14.061	Sulfatos
5	29.63	481.32	10832.951	489.064	

This report has been created by IC Net  
 METROHM LTD

**8.1.11. Ensayo con escoria de incineradora con activación térmica a 800°C y química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 1M.**

Flow: 0.70 mL/min  
Temperature: 20.0 °C  
Pressure: 14.8 MPa



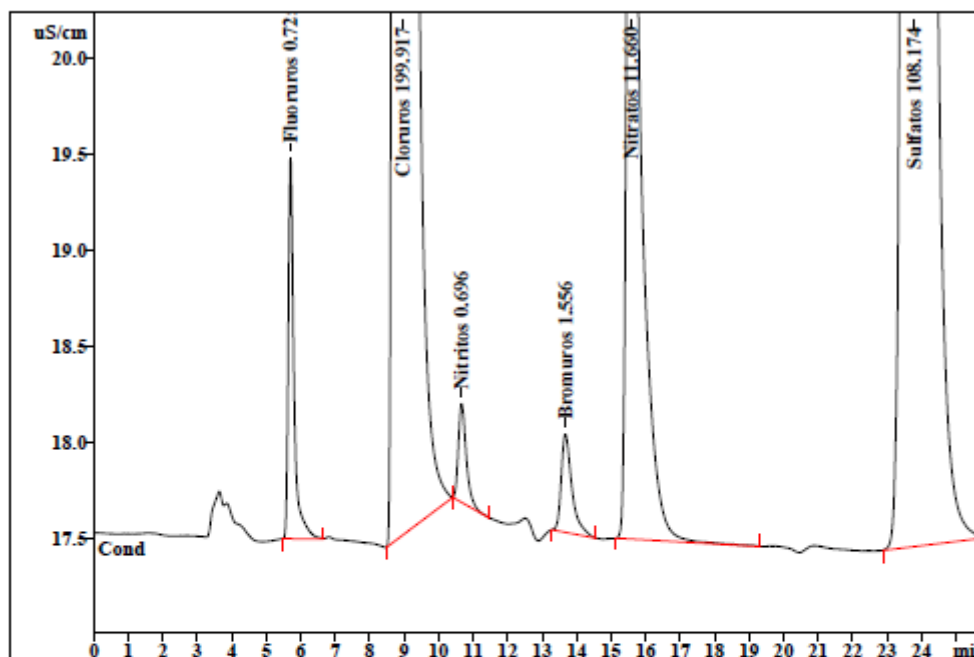
Quantitation method: Custom

No	Retention min	Height uS/cm	Area uS/cm*sec	Conc. mg/L	Name
1	5.99	4.32	54.647	1.728	Fluoruros
2	9.56	467.34	10320.100	462.816	Cloruros
3	11.27	0.38	8.915	0.500	Nitritos
4	14.48	0.48	9.902	1.388	Bromuros
5	16.45	5.65	138.746	11.045	Nitratos
6	25.47	7.80	241.734	13.356	Sulfatos
6	31.30	485.94	10771.044	490.834	

This report has been created by IC Net  
METROHM LTD

**8.1.12. Ensayo con escoria de incineradora con activación térmica a 900°C y química mediante disolución de sales de aluminio de concentración 1M.**

Flow: 0.70 mL/min  
Temperature: 20.0°C  
Pressure: 15.7 MPa



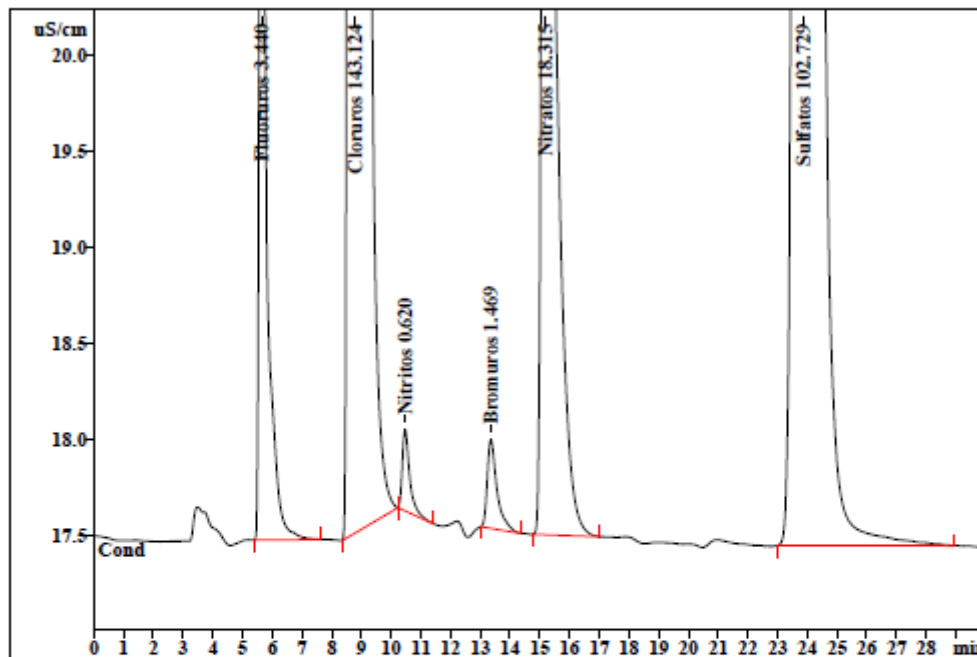
Quantitation method: Custom

No	Retention min	Height uS/cm	Area uS/cm*sec	Conc. mg/L	Name
1	5.70	1.98	22.931	0.725	Fluoruros
2	8.96	290.32	4457.858	199.917	Cloruros
3	10.67	0.51	8.236	0.696	Nitritos
4	13.68	0.51	11.097	1.556	Bromuros
5	15.58	5.83	146.469	11.660	Nitratos
6	23.81	62.07	1957.923	108.174	Sulfatos
6	25.87	361.23	6604.514	322.729	

This report has been created by IC Net  
METROHM LTD

**8.1.13. Ensayo con escoria de incineradora con activación química mediante disolución de sales de lantano de concentración 0,1M.**

Flow: 0.70 mL/min  
 Temperature: 20.0 °C  
 Pressure: 14.4 MPa



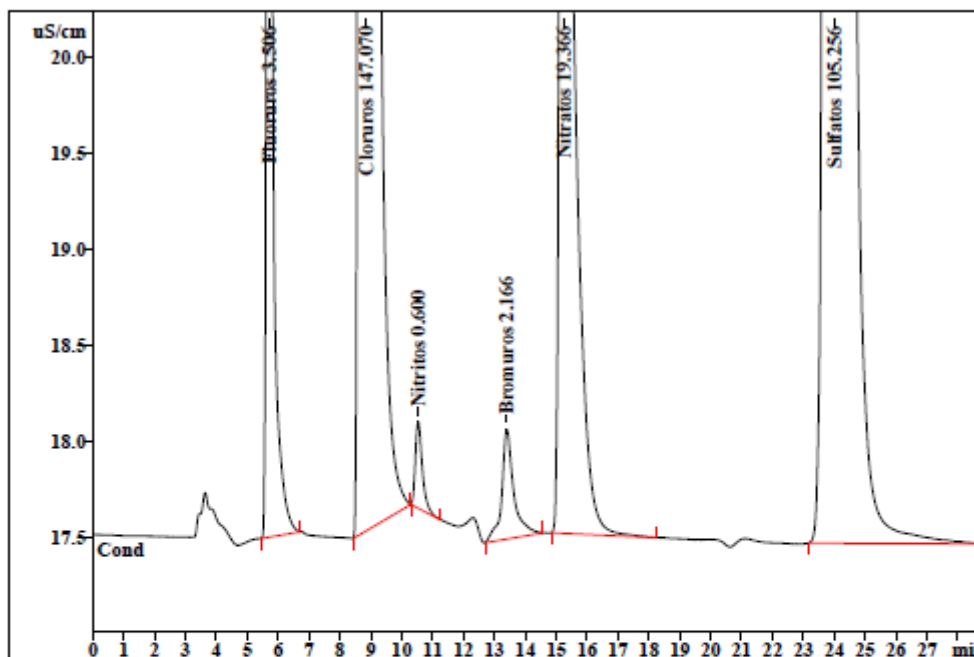
Quantitation method: Custom

No	Retention min	Height uS/cm	Area uS/cm <sup>2</sup> sec	Conc. mg/L	Name
1	5.65	8.72	108.748	3.440	Fluoruros
2	8.79	212.08	3191.447	143.124	Cloruros
3	10.47	0.42	7.333	0.620	Nitritos
4	13.36	0.46	10.482	1.469	Bromuros
5	15.20	9.06	230.061	18.315	Nitratos
6	23.87	55.12	1859.372	102.729	Sulfatos
6	37.31	285.87	5407.444	269.697	

This report has been created by IC Net  
 METROHM LTD

**8.1.14. Ensayo con escoria de incineradora con activación térmica a 800°C y química mediante disolución de sales de lantano de concentración 0,1M.**

Flow: 0.70 mL/min  
 Temperature: 20.0 °C  
 Pressure: 14.9 MPa



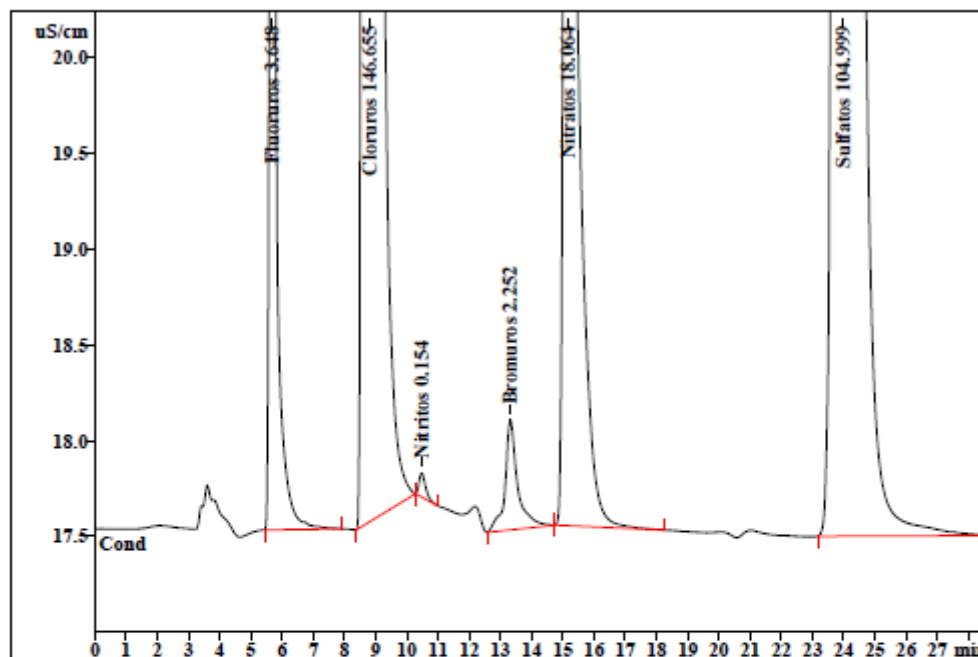
Quantitation method: Custom

No	Retention min	Height uS/cm	Area uS/cm*sec	Conc. mg/L	Name
1	5.71	9.98	110.841	3.506	Fluoruros
2	8.85	232.86	3279.448	147.070	Cloruros
3	10.83	0.45	7.101	0.600	Nitritos
4	13.40	0.57	15.451	2.166	Bromuros
5	15.25	10.25	243.262	19.366	Nitratos
6	24.02	58.99	1905.096	105.256	Sulfatos
6	28.87	313.10	5561.199	277.964	

This report has been created by IC Net  
 METROHM LTD

**8.1.15. Ensayo con escoria de incineradora con activación térmica a 900°C y química mediante disolución de sales de lantano de concentración 0,1M.**

Flow: 0.70 mL/min  
 Temperature: 20.0 °C  
 Pressure: 14.4 MPa



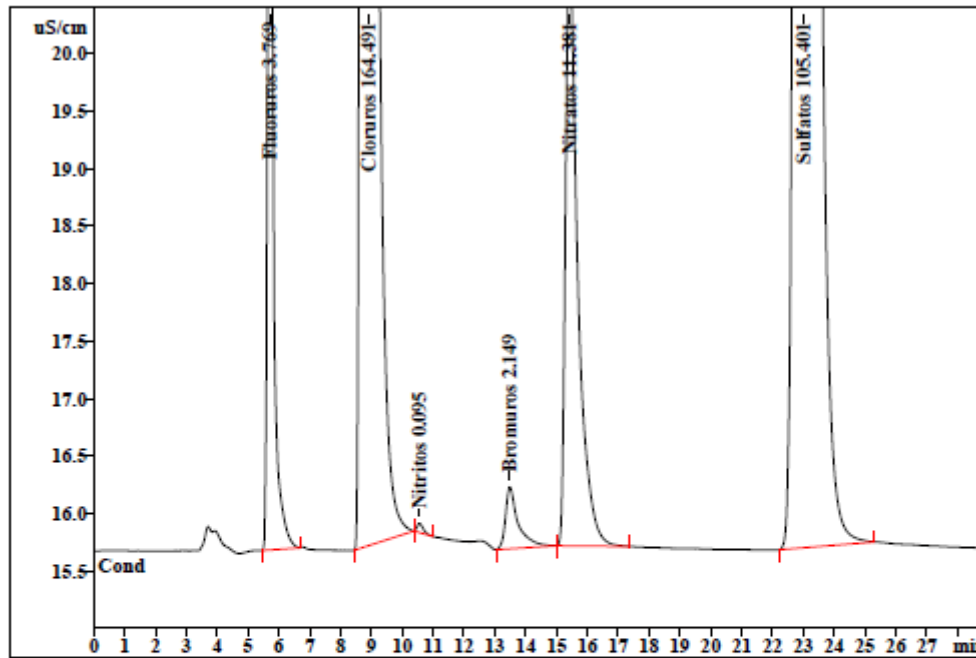
Quantitation method: Custom

No	Retention min	Height uS/cm	Area uS/cm*sec	Conc. mg/L	Name
1	5.68	10.24	115.339	3.648	Fluoruros
2	8.60	235.28	3270.195	146.655	Cloruros
3	10.48	0.13	1.827	0.154	Nitritos
4	13.32	0.57	16.064	2.252	Bromuros
5	15.16	9.57	226.913	18.064	Nitratos
6	24.00	58.76	1900.457	104.999	Sulfatos
6	28.59	314.55	5530.795	275.773	

This report has been created by IC Net  
 METROHM LTD

**8.1.16. Ensayo con escoria de incineradora con activación química mediante disolución de cloruro de zinc de concentración 0,5M.**

Flow: 0.70 mL/min  
 Temperature: 20.0 °C  
 Pressure: 17.2 MPa



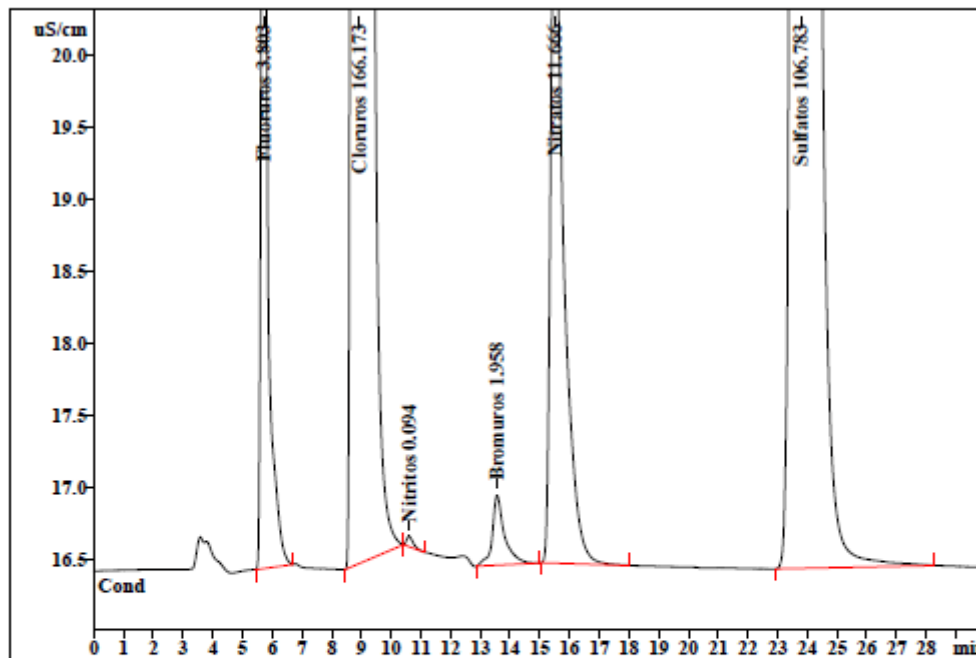
Quantitation method: Custom

No	Retention min	Height uS/cm	Area uS/cm*sec	Conc. mg/L	Name
1	5.71	10.66	119.181	3.769	Fluoruros
2	8.92	243.41	3667.896	164.491	Cloruros
3	10.57	0.08	1.122	0.095	Nitritos
4	13.49	0.54	15.330	2.149	Bromuros
5	15.43	5.11	142.955	11.381	Nitratos
6	23.01	59.79	1907.729	105.401	Sulfatos
6	28.92	319.58	5854.183	287.285	

This report has been created by IC Net  
 METROHM LTD

**8.1.17. Ensayo con escoria de incineradora con activación térmica a 800°C y química mediante disolución de cloruro de zinc de concentración 0,5M.**

Flow: 0.70 mL/min  
 Temperature: 20.0 °C  
 Pressure: 16.4 MPa



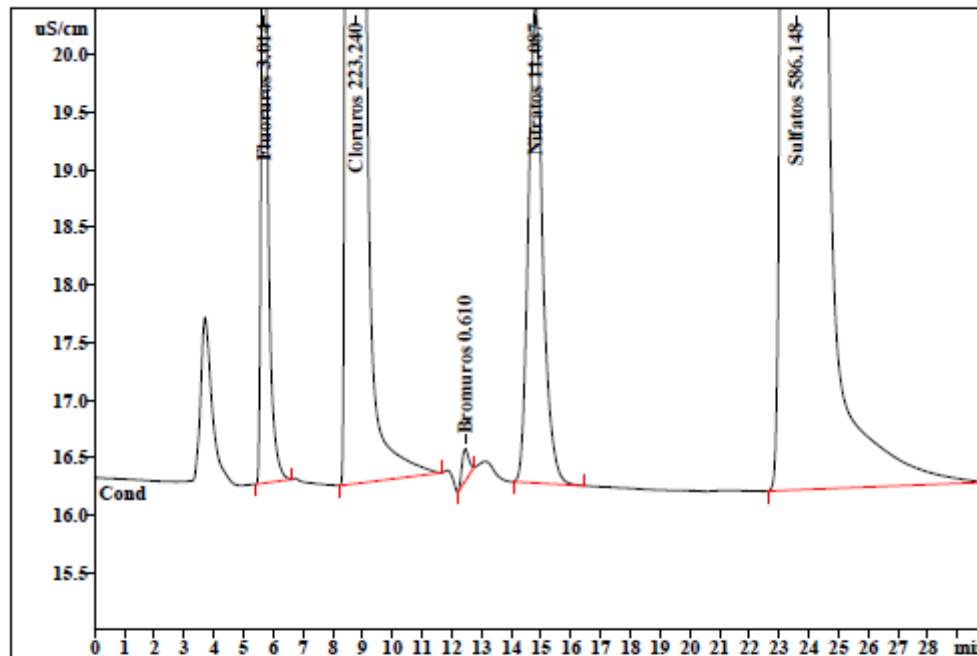
Quantitation method: Custom

No	Retention min	Height uS/cm	Area uS/cm*sec	Conc. mg/L	Name
1	5.71	9.61	120.255	3.803	Fluoruros
2	8.93	231.90	3705.413	166.173	Cloruros
3	10.62	0.07	1.107	0.094	Nitritos
4	13.57	0.49	13.964	1.958	Bromuros
5	15.51	4.85	146.545	11.666	Nitratos
6	23.79	55.31	1932.737	106.783	Sulfatos
6	35.56	302.23	5920.022	290.477	

This report has been created by IC Net  
 METROHM LTD

### 8.1.18. Ensayo con cenizas volantes sin activación.

Flow: 0.70 mL/min  
 Temperature: 20.0°C  
 Pressure: 16.2 MPa



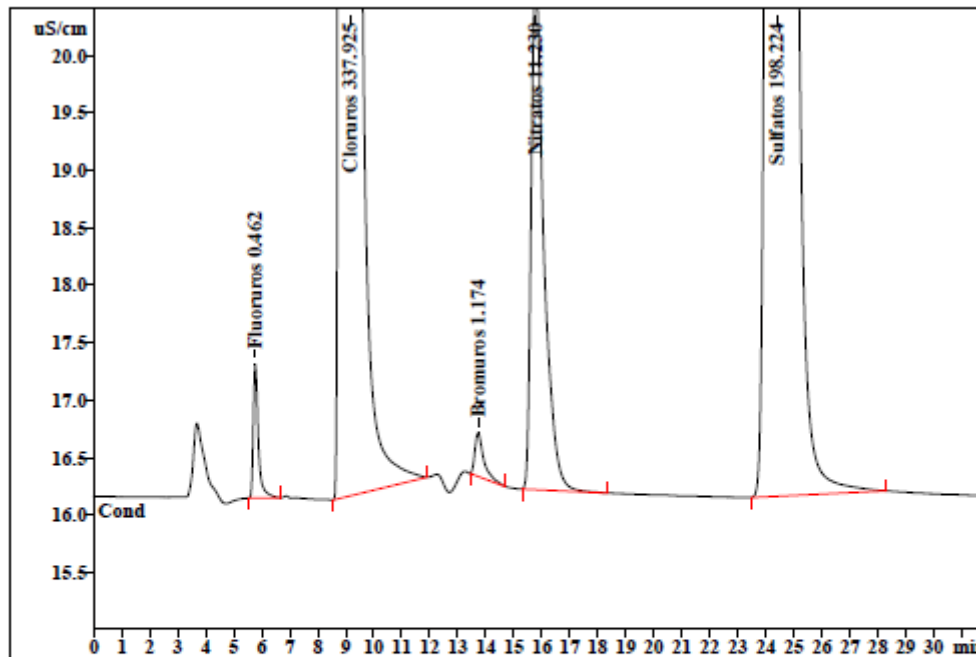
Quantitation method: Custom

No	Retention min	Height uS/cm	Area uS/cm*sec	Conc. mg/L	Name
1	5.69	6.46	95.308	3.014	Fluoruros
2	8.78	284.29	4977.919	223.240	Cloruros
3	12.43	0.28	4.352	0.610	Bromuros
4	14.81	4.16	139.272	11.087	Nitratos
5	23.57	251.31	10609.115	586.148	Sulfatos
5	29.98	546.50	15825.965	824.100	

This report has been created by IC Net  
 METROHM LTD

**8.1.19. Ensayo con cenizas volantes con activación química mediante disolución comercial de aluminio de concentración 0,5M.**

Flow: 0.70 mL/min  
 Temperature: 20.0°C  
 Pressure: 16.9 MPa



Quantitation method: Custom

No	Retention min	Height uS/cm	Area uS/cm*sec	Conc. mg/L	Name
1	5.77	1.16	14.618	0.462	Fluoruros
2	9.14	401.09	7535.213	337.925	Cloruros
3	13.73	0.38	6.377	1.174	Bromuros
4	15.79	4.48	141.061	11.230	Nitratos
5	24.40	99.81	3587.808	198.224	Sulfatos
5	31.86	506.91	11287.076	549.016	

This report has been created by IC Net  
 METROHM LTD