

CAPACITACIÓN EN VIVO

Parámetros para valorar la calidad de un carbón activado

22 ABRIL MARTES HORA CDMX 10:00 AM.

Presentado por: **GERMÁN GROSSO**



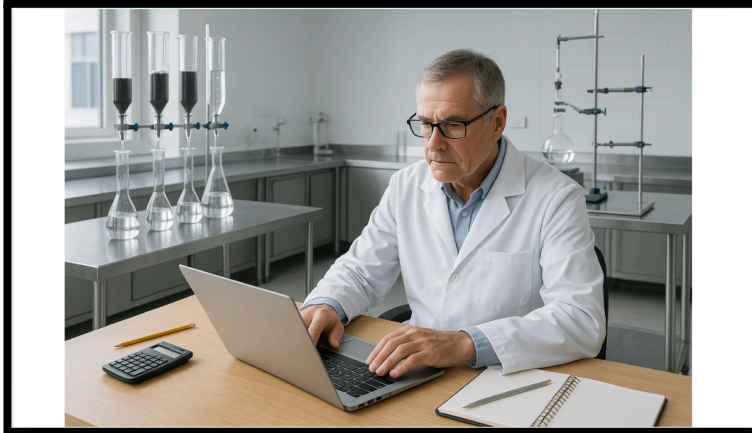
Cuando iniciaba mi vida profesional en ingeniería química, un colega de mayor edad y prestigiado me decía que para llegar a ser un ingeniero químico muy completo valía la pena iniciar en control de calidad. Hoy opino lo mismo.



Un principio rector de los sistemas de gestión de calidad y de los programas de mejora continua es “lo que no se mide, no se mejora”. También diría que lo que no se mide y lo que no se prueba, no se conoce por igual. Esto, además de que, si no medimos, no podemos asegurar la calidad.



La repetición de pruebas, monótona en apariencia, esconde una riqueza, como la que podemos encontrar al caminar en un desierto o en una peregrinación o al recitar un mantra. La riqueza que uno encuentra en las pruebas de calidad es comprensión y conocimiento de la naturaleza de los productos que analizamos.



Podemos encontrar tanta riqueza en el laboratorio que, hoy sigo creyendo que, para un ingeniero químico, vale la pena siempre tener un laboratorio a un lado. Hablo de ingenieros químicos porque es lo que estudié... no obstante, yo extendería que hacer pruebas, análisis o ensayos, nos puede aportar mucho. También creo que se es lo que se quiere o lo que se requiere ser y que todos podemos ser algo de médicos, abogados, cocineros, choferes, químicos...



En cuanto a los análisis de calidad, es imprescindible aplicar los sistemas que nos lleven a evitar errores. Un error en el laboratorio suele llevar a hacer juicios y a tomar decisiones erróneas y sumamente costosas.



Y el problema no solo está en los errores que pueden cometerse en el laboratorio, sino en el hecho de no cuestionar, como sucedía en tiempos en que no cuestionábamos al sacerdote, al médico o al abogado. Estos han sido sustituidos en los últimos años por las herramientas de internet en las que solemos creer lo que reportan sin cuestionarlo.

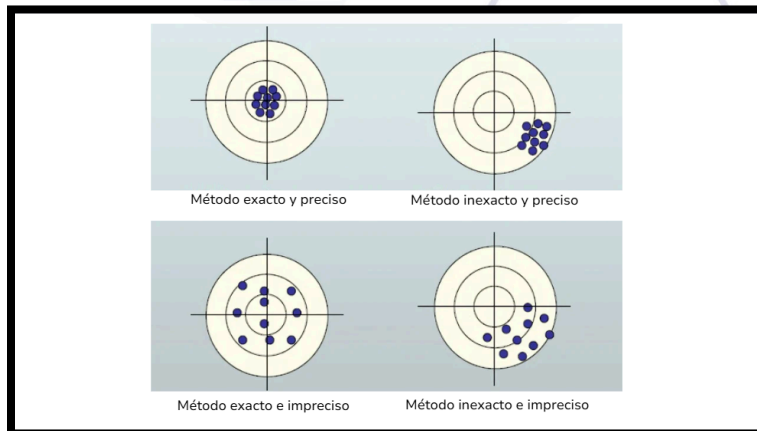
10. Procedure

10.1 The procedure applies to either powdered or granular activated carbon. When granular carbon is to be tested, grind a representative sample (see Practice E300) of carbon until 60 wt % (or more will pass through a 325-mesh screen) and 95 wt % or more will pass through a 100-mesh screen (U.S. sieve series, see Specification E11). Carbon received in the powdered form may need additional grinding to meet the particle size requirement given above.



En cuanto a quienes llevamos a cabo las pruebas en el laboratorio, debemos seguir los métodos publicados con todo detalle. Esta imagen es para recordar el caso de una empresa ubicada en Yakima, Washington, a la que le vendimos carbón activado a inicios de los noventa. El carbón debía tener un número de yodo superior a 800 mg/g y enviamos el producto que, de acuerdo con nuestros análisis de calidad, cumplía con esta especificación. Su laboratorio de control de calidad reportaba un número de yodo promedio de 500 mg/g por lo que se negaban a pagarnos. Mi padre y yo volamos hasta el lugar, cercano a la frontera con Canadá.

Encontramos que el joven laboratorista (tan joven e inexperto como yo) molía el carbón a mano en un mortero de laboratorio y no se cercioraba que al menos 60% pasara la malla 325 y que al menos el 95% pasara la malla 100 (como lo indica el método estandarizado de la ASTM). Al no pulverizarlo adecuadamente, el carbón reflejaba un número de yodo más bajo (mientras más grandes son las partículas de carbón, más tardan en realizar su función de adsorber y esto afecta particularmente al resultado de adsorción de ion triyoduro, que es con el que se hace la prueba). El asunto terminó en un “disculpen” del cliente, y en la evidente pérdida de tiempo y dinero para nosotros.



Aunque muchas pruebas de análisis de carbón activado requieren equipo de medición sencillo, todo equipo requiere suficiente precisión y exactitud para generar resultados que reflejen la realidad.

Características de un instrumento de medición

Resolución: el menor incremento que puede mostrar.

Precisión: consistencia de las mediciones.

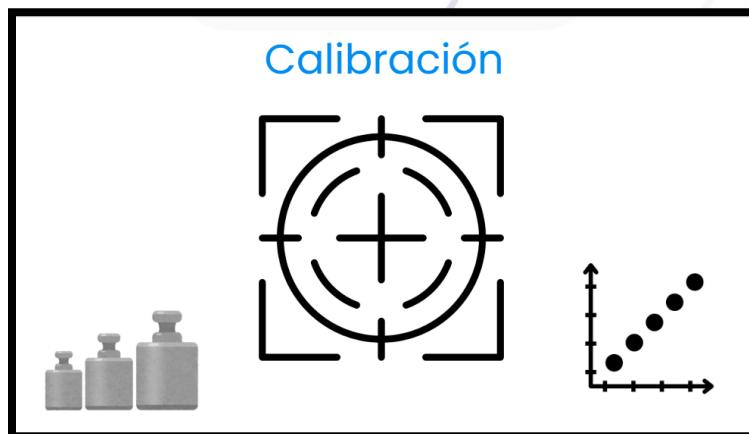
Exactitud: cercanía de la medición con el valor verdadero.

Rango de medición: rango de operación en que funciona adecuadamente.

Límite práctico de cuantificación: límite inferior de detección con precisión y exactitud aceptables.

DQO = 0 mg/L X

No hay que confundir precisión con resolución. Se puede tener un equipo con una resolución muy pequeña (como es una balanza analítica con resolución de diezmilésimas de gramo) y con una precisión pobre. O se puede tener un equipo con una resolución grande (como una báscula industrial con resolución de kilogramos) y con una buena precisión. También hay que considerar el límite práctico de cuantificación, que es el límite inferior de detección con precisión y exactitud aceptables. Y no hay que olvidar que cuando nuestro equipo de medición da como resultado “cero”, es indebido reportar este valor; debemos reportar que el valor es menor que el límite inferior de detección.



Podemos tener un instrumento sumamente preciso, pero es indispensable calibrarlo con la frecuencia necesaria.



También debemos tener en cuenta que todo método de análisis tiene interferencias. Es importante considerarlas ya que, si están presentes, distorsionarán el resultado.

Método de análisis cuantitativo

Estandarizado: ha sido desarrollado, implementado, validado y publicado por un organismo reconocido.

Acreditado: ha sido evaluado y aprobado por una entidad de acreditación reconocida, como la Entidad Mexicana de Acreditación (EMA) en México

Es importante que, si aplicamos un método de análisis, esté estandarizado. Es decir, que un organismo lo haya desarrollado, implementado, validado y publicado. Por otro lado, cuando un laboratorio realice un análisis, un criterio que brinda confianza es que el método esté acreditado. En México, la entidad de acreditación reconocida es la EMA (Entidad Mexicana de Acreditación).

No debemos olvidar que cabe la posibilidad de que una norma oficial mexicana exija el cumplimiento de un parámetro que la EMA aún no ha estandarizado y que, por lo tanto, no ha acreditado a ningún laboratorio. En este caso, la autoridad competente evaluará la validez y confiabilidad de los resultados presentados por el laboratorio (que, como dijimos, no está acreditado) y no puede ser determinante con la exigencia en el cumplimiento del parámetro en cuestión.

Precisión y sesgo (Precision and Bias)

Criterios de repetitividad y reproducibilidad

Un punto fundamental que hay que considerar es el que corresponde a la precisión y el sesgo de toda prueba (ensayo) de análisis. Es decir, al máximo grado de precisión que se puede esperar, considerando que hay un sesgo inevitable. Este máximo grado de precisión se puede expresar en términos de criterio de repetitividad y de reproducibilidad. El criterio de repetitividad es la máxima desviación respecto al valor promedio que se considera aceptable cuando un mismo laboratorista lleva dos o más repeticiones de una prueba. Y el criterio de reproducibilidad es la máxima desviación respecto al valor promedio que se considera aceptable cuando se comparan resultados de dos laboratorios.

Número de yodo (NI) ASTM D4607-14

Para carbones activados con NI entre 600 y 1450 mg/g:

Repetitividad: si la diferencia respecto al valor promedio es menor a $\pm 5.6\%$

Reproducibilidad: si la diferencia respecto al valor promedio es menor a $\pm 10.2\%$

A manera de ejemplo, en el caso del número de yodo, que se utiliza mucho para valorar carbones activados, de acuerdo con lo que reporta el método de análisis D4607-14 publicado por la ASTM, se considera que se cumple el criterio de repetitividad cuando la máxima variación respecto al valor promedio entre los

resultados obtenidos por repetición en el mismo laboratorio no es mayor a $\pm 5.5\%$. Por otro lado, se considera que se cumple el criterio de reproducibilidad cuando la máxima variación respecto al valor promedio entre los resultados obtenidos en dos laboratorios no es mayor a $\pm 10.2\%$.

Dentro de un mismo laboratorio:

NI entre 948 y 1052 mg/g son válidos
(rango: 104 mg/g)

Entre dos laboratorios:

NI entre 898 y 1102 mg/g son válidos
(rango: 204 mg/g)

De acuerdo con lo dicho, dentro de un mismo laboratorio, se consideraría que se cumplió con el criterio de repetitividad cuando un número de yodo resultó de 948 mg/g y el otro, de 1052 mg/g. Y entre dos laboratorios, se considera que se cumplió el criterio de reproducibilidad cuando un número de yodo resultó de 898 mg/g y el otro, de 1102 mg/g. No sería lícito exigir mayor grado de precisión porque no es posible técnicamente con el método publicado por la ASTM.

Muestreo



Carbotecnia

También es fundamental considerar el muestreo. En el caso de la imagen, si vamos a analizar distribución de tamaño de partícula, es muy distinto tomar la muestra de la parte superior del costal que tomarla de la parte inferior. Y esta imagen solo es un ejemplo de lo mucho que hay que considerar para muestrear, de acuerdo con el tamaño de un lote y con el parámetro que vamos a analizar. Los métodos estandarizados muchas veces publican los detalles que deben cumplirse para que el muestreo sea adecuado.

Aquí cabe recordar un caso. Las camas de carbón activado granular (CAG) que tratan agua en trenes de potabilización, tarde o temprano se vuelven camas de desarrollo de bacterias (ya que el carbón activado adsorbe materia orgánica, de la que se alimentan las bacterias). Esto sucede, independientemente de que el agua que tratan llegue clorada. En la parte superior, en la que el agua está clorada, no habrá bacterias, pero aparecerán en la parte baja, a partir de la profundidad en la que el carbón ha reaccionado con el cloro y lo ha convertido en ion cloruro. Para saber si hay que desinfectar la cama de CAG, no vale la pena esperar a que el agua presente olor a drenaje (por anaerobiosis). Es recomendable tomar una muestra de agua tratada por la cama de CAG cada cierto tiempo (por ejemplo, cada semana). Cuando esta agua muestre presencia de cierta concentración de bacterias, hay que desinfectar la cama de CAG. Y en relación con el muestreo: si la muestra no se toma con un método que evite la contaminación bacteriana desde el exterior del recipiente que contiene al CAG, el resultado dará un falso positivo y mostrará presencia de bacterias cuando no las hay. El reto es particularmente importante cuando el criterio de valoración será la presencia de bacterias mesófilas aerobias, que están presentes por todos lados en la biósfera.



Carbotecnia

En Carbotecnia, como en aquellas empresas convencidas del valor de una filosofía, cuando ocurre un incumplimiento en aseguramiento de la calidad o en seguridad y medio ambiente, los departamentos a cargo tienen una autoridad que está sobre cualquiera otra en la empresa.



Diversos organismos reconocidos publican métodos de análisis de parámetros con los que se valora la calidad de un carbón activado. El más aceptado en todo el mundo es la ASTM (*American Standard for Testing and Materials*). Este, al igual que los otros que se mencionan y otros más, publican los métodos de análisis estandarizados y los suelen tener a la venta.

Parámetros con los que se valora la calidad de un carbón activado		
Capacidad de adsorción	Área superficial y tamaño de poro	Pureza
<ul style="list-style-type: none">• Actividad al azul de metileno• Actividad relativa de melazas• Actividad al CCl₄• Actividad al butano• Capacidad efectiva de adsorción de butano / CCl₄	<ul style="list-style-type: none">• Número de yodo• Área superficial BET• Distribución de tamaño de poro• Diámetro predominante de poro• Volumen total de poros	<ul style="list-style-type: none">• Contenido de materia volátil• pH• Solubles en agua• Solubles en ácido• Solubles en etanol• Contenido total de cenizas
Forma y tamaño	Resistencia mecánica	Humedad
<ul style="list-style-type: none">• Forma: polvo, granular, pélet, otro• Tamaño de partícula de CAP• Distribución de tamaño de partícula de CAG	<ul style="list-style-type: none">• Dureza Ball-Pan de CAG• Resistencia a la abrasión de CAG	<ul style="list-style-type: none">• Humedad

En esta imagen se muestran algunos de los parámetros de calidad que se analizan en carbones activos. Los mostramos agrupados de acuerdo con el tipo de parámetros. En la siguiente imagen se muestran otros.

Parámetros con los que se valora la calidad de un carbón activado

Temperatura de ignición

- Temperatura de ignición
- Sustancias que sufren auto-ignición por oxidación.

Química superficial

- Punto de carga cero
- Titulación de Bohem
- Espectroscopía de Infrarrojo por Transformada de Fourier
- Otros

Densidad

- Densidad aparente compactada y base seca
- Densidad aparente descompactada y gase seca
- Densidad aparente "como se recibe" (descompactada y base húmeda)

Cinética de adsorción

- Longitud de semidecoloración

En la segunda parte de esta charla veremos detalles sobre estos métodos.

Gracias por su atención

Tel. +52 33 3834-0906

ventas@carbotecnia.com.mx

ingenieria@carbotecnia.com.mx

Carbotecnia
PURIFICACIÓN AVANZADA