

METODO DE ANÁLISIS DE CALIDAD DE CARBÓN ACTIVADO UTILIZADO POR CARBOTECNIA, S.A. de C.V.

27/Sep/2004

Número de yodo economizando reactivos y obteniendo un solo punto (de acuerdo con CEFIC –Conseil européen des Fédérations de l'Industrie Chimique-, Test Methods for Activated Carbon, que se basa en ASTM D-4607)

Generalidades. El número de yodo es el número de miligramos de yodo que adsorbe un gramo de CA, de una solución acuosa en la que la concentración residual de yodo es 0.02 N. El método aplica tanto a carbones granulares como en polvo.

Significado y uso. El número de yodo es un indicador relativo de la porosidad de un carbón activado. No es necesariamente una medida de la capacidad del carbón para adsorber otros compuestos. Puede utilizarse como una aproximación del área superficial. Sin embargo, no puede generalizarse una relación entre el No. de yodo y el área superficial. Esta varía con la materia prima del carbón, las condiciones del proceso y la distribución del volumen de poro.

La presencia de volátiles adsorbidos, azufre y solubles en agua, puede afectar el No. de yodo de un CA.

Aparatos y materiales.

Balanza analítica, con sensibilidad de 0.1 mg.

Bureta de 10 ml.

Matraces Erlenmeyer de 250 ml, de cuello esmerilado y con tapón.

Matraces Erlenmeyer de 250 ml, de boca ancha.

Papel filtro Whatmann 2V de 18.5 cm, o equivalente.

Embudos de 100 mm de diámetro en la parte superior.

Parrilla.

Pipetas volumétricas de 1.0, 5.0, 25.0 y 50.0 ml.

Matraz aforado de 1 l.

Probetas graduadas de 100 y de 500 ml.

Solución estandarizada de tiosulfato de sodio Aprox. 0.10 N.

Solución estandarizada de yodo Aprox. 0.1 N.

Solución de almidón.

Solución de ácido clorhídrico al 5%

Procedimiento.

Se pulveriza el CA hasta que más del 60% en peso pase a través de la malla 325 (U.S. Std. sieve), y más del 95% pase la malla 100. Se seca a 145 - 155°C hasta peso constante y se deja enfriar en el desecador. Dependiendo de la actividad esperada del carbón activado a analizar, se pesan con precisión de 1 mg, entre 0.500 y 1.500 g de carbón seco (0.500 g cuando el Número de yodo resultante será cercano a 1000 mg/g, y 2.000 g de carbón seco cuando el Número de yodo resultante será 400 mg/g). Se transfiere a un matraz Erlenmeyer de cuello esmerilado de 250 ml. Se agregan con pipeta 5.0 ml de la solución de ácido clorhídrico. Se tapa el matraz y se agita hasta que todo el carbón se haya humedecido. Se destapa y se coloca en la parrilla, hasta

que empiece a hervir la solución. Se deja hervir (con un hervor ligero) durante 30 ± 2 seg para eliminar el sulfuro que podría interferir con los resultados.

Se retira el matraz de la parrilla y se deja enfriar. Se agregan con pipeta 50.0 ml de la solución de yodo. Esta solución debe estar recién estandarizada (la realidad es que, si se almacena al resguardo de la luz y a temperatura ambiente no mayor a los 25°C , la normalidad de la misma no varía durante unos 4 días). Inmediatamente se tapa el matraz y se agita durante 30 ± 1 seg. Rápidamente se filtra por gravedad el contenido. Se descartan los primeros 10 a 20 ml para enjuagar una pipeta de 25 ml, y se recibe el resto del filtrado en un matraz limpio. Se agita el contenido y se transfieren 25 ml con la pipeta recién enjuagada a otro matraz Erlenmeyer limpio.

Se titula el filtrado con la solución de tiosulfato, hasta que la solución se torna amarillo muy pálido. Se agrega aproximadamente 1 ml de la solución de almidón, y se continúa la titulación hasta que el color azul del indicador desaparezca. Se registra el volumen de la solución de tiosulfato utilizado.

Cálculos.

Se calcula la cantidad de yodo adsorbido por el carbón, X/M (mg/g) y la concentración del filtrado residual, N_{residual} (N) con las siguientes ecuaciones:

$$X/M = \frac{(6,346.5 N_{\text{yodo}} - 279.246 N_{\text{tio}} V_{\text{tio}})}{M}$$

en donde N_{tio} es la normalidad del tiosulfato, N_{yodo} es la del yodo, V_{tio} es el volumen de tiosulfato utilizado en la titulación (ml), y M es el peso de la muestra de carbón (g).

$$N_{\text{residual}} = \frac{N_{\text{tio}} V_{\text{tio}}}{25}$$

Si el valor de N_{residual} no está dentro del rango de 0.008 N a 0.0334 N, hay que repetir el procedimiento, utilizando otra cantidad de muestra de CA (si N_{residual} es menor a 0.008N, hay que pesar una cantidad menor de carbón. Si N_{residual} es mayor a 0.0334N, hay que pesar una cantidad mayor de carbón).

Se calcula el Número de yodo, NI, corrigiendo la cantidad de yodo adsorbido por el carbón, X/M (mg/g), con el factor de corrección A que se lee en la tabla mostrada a continuación, de acuerdo con la siguiente ecuación:

$$NI = X/M \cdot A$$

En la tabla, el valor de corrección A depende de la normalidad residual N_{residual} .

Nota 1: Estimación del peso de las muestras de carbón:

$$(6,346.5 N_{\text{yodo}} - 6,981.15 N_{\text{residual}})$$

$$M = \frac{\text{-----}}{NI_E}$$

en donde NI_E es el número de yodo estimado.

Factor de corrección para la adsorción de Yodo.

Normalidad de filtrado residual	0.0000	0.0001	0.0002	0.0003	0.0004	0.0005	0.0006	0.0007	0.0008	0.0009
0.0080	1.1625	1.1613	1.1600	1.1575	1.1550	1.1533	1.1513	1.1500	1.1475	1.1463
0.0090	1.1438	1.1425	1.1400	1.1375	1.1363	1.1350	1.1325	1.1300	1.1288	1.1275
0.0100	1.1250	1.1238	1.1225	1.1213	1.1200	1.1175	1.1163	1.1150	1.1138	1.1113
0.0110	1.1100	1.1088	1.1075	1.1063	1.1038	1.1025	1.1000	1.0988	1.0975	1.0963
0.0120	1.0950	1.0938	1.0925	1.0900	1.0888	1.0875	1.0863	1.0850	1.0838	1.0825
0.0130	1.0800	1.0788	1.0775	1.0763	1.0750	1.0738	1.0725	1.0713	1.0700	1.0688
0.0140	1.0675	1.0663	1.0650	1.0625	1.0613	1.0600	1.0583	1.0575	1.0563	1.0550
0.0150	1.0538	1.0525	1.0513	1.0500	1.0488	1.0475	1.0463	1.0450	1.0438	1.0425
0.0160	1.0413	1.0400	1.0388	1.0375	1.0375	1.0363	1.0350	1.0333	1.0325	1.0313
0.0170	1.0300	1.0288	1.0275	1.0263	1.0250	1.0245	1.0238	1.0225	1.0208	1.0200
0.0180	1.0200	1.0188	1.0175	1.0163	1.0150	1.0144	1.0138	1.0125	1.0125	1.0113
0.0190	1.0100	1.0088	1.0075	1.0075	1.0063	1.0050	1.0050	1.0038	1.0025	1.0025
0.0200	1.0013	1.0000	1.0000	0.9988	0.9975	0.9975	0.9963	0.9950	0.9950	0.9938
0.0210	0.9938	0.9925	0.9925	0.9913	0.9900	0.9900	0.9888	0.9875	0.9875	0.9863
0.0220	0.9863	0.9850	0.9850	0.9838	0.9825	0.9825	0.9813	0.9813	0.9800	0.9788
0.0230	0.9788	0.9775	0.9775	0.9763	0.9763	0.9750	0.9750	0.9738	0.9738	0.9725
0.0240	0.9725	0.9708	0.9700	0.9700	0.9688	0.9688	0.9675	0.9675	0.9663	0.9663
0.0250	0.9650	0.9650	0.9638	0.9638	0.9625	0.9625	0.9613	0.9613	0.9606	0.9600
0.0260	0.9600	0.9588	0.9588	0.9575	0.9575	0.9563	0.9563	0.9550	0.9550	0.9538
0.0270	0.9538	0.9525	0.9525	0.9519	0.9513	0.9513	0.9506	0.9500	0.9500	0.9488
0.0280	0.9488	0.9475	0.9475	0.9463	0.9463	0.9463	0.9450	0.9450	0.9438	0.9438
0.0290	0.9425	0.9425	0.9425	0.9413	0.9413	0.9400	0.9400	0.9394	0.9388	0.9388
0.0300	0.9375	0.9375	0.9375	0.9363	0.9363	0.9363	0.9363	0.9350	0.9350	0.9346
0.0310	0.9333	0.9333	0.9325	0.9325	0.9325	0.9319	0.9313	0.9313	0.9300	0.9300
0.0320	0.9300	0.9294	0.9288	0.9288	0.9280	0.9275	0.9275	0.9275	0.9270	0.9270
0.0330	0.9263	0.9263	0.9257	0.9250	0.9250					

Significado de las ecuaciones de cálculo del No. de yodo:

La ecuación para calcular X/M en realidad es:

$$X/M = \frac{(P.E._{yodo} \times N_{yodo} \times V_{yodo}) - (DF \times N_{tio} \times V_{tio} \times P.E._{yodo})}{M}$$

$P.E._{yodo}$ es el peso equivalente del yodo (126.93)

V_{yodo} es el volumen de la solución de yodo que se agrega a cada matraz con carbón, ml
DF es el factor de dilución y está dado por:

$$DF = \frac{V_{\text{yodo}} + V_{\text{HCl}}}{F}$$

V_{HCl} es el volumen de ácido clorhídrico añadido a cada matraz con CA

F es el volumen de la alícuota del filtrado que se titula con la Sol. de tiosulfato, ml

$$N_{\text{residual}} = \frac{N_{\text{tio}} V_{\text{tio}}}{F}$$

Ecuación para estimar el peso de las muestras de carbón:

$$M = \frac{(P.E._{\text{yodo}} \times N_{\text{yodo}} \times V_{\text{yodo}}) - (DF \times P.E._{\text{yodo}} \times N_{\text{residual}} \times F)}{NI_E}$$