



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE QUÍMICA

**“DESARROLLO DE MÉTODOS DE PREPARACIÓN DE MATERIALES DE
REFERENCIA DE CARBÓN MINERAL”**

TESIS DE LICENCIATURA

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE
INGENIERO QUÍMICO**

PRESENTA

JAVIER ANSELMO JARAMILLO GODINEZ



CIUDAD DE MÉXICO

AÑO 2019



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

JURADO ASIGNADO:

PRESIDENTE: Profesor: SIGFRIDO ESCALANTE TOVAR

VOCAL: Profesor: ALEJANDRA MENDOZA CAMPOS

SECRETARIO: Profesor: MARIA DEL ROCIO ARVIZU TORRES

1er. SUPLENTE: Profesor: SELENA GUTIERREZ FLORES

2° SUPLENTE: Profesor: OSCAR GUZMAN MENDEZ

SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA: CENTRO NACIONAL DE METROLOGÍA, EL MARQUÉS, QUERÉTARO, MÉXICO

ASESOR DEL TEMA:

MARÍA DEL ROCÍO ARVIZU TORRES

SUPERVISOR TÉCNICO:

FRANCISCO SEGOVIANO REGALADO

SUSTENTANTE:

JAVIER ANSELMO JARAMILLO GODINEZ

ÍNDICE

| | |
|---|-----------|
| Capítulo 1: Introducción..... | 1 |
| Capítulo 2. Antecedentes..... | 7 |
| 2.1 El carbón mineral..... | 7 |
| 2.2 Clasificación del carbón mineral de acuerdo a su contenido energético... 8 | 8 |
| 2.3 Usos del carbón mineral. | 9 |
| 2.5 La presencia del mercurio como parte de la naturaleza y las actividades antropogénicas. | 11 |
| 2.6 Exposición al mercurio..... | 14 |
| 2.6.1 Efectos a la Salud. | 15 |
| 2.7 Acciones tomadas para eliminar las fuentes de emisión y liberación de mercurio..... | 16 |
| 2.8 Términos y definiciones de Materiales de Referencia..... | 19 |
| 2.9 La GUIA ISO-34..... | 23 |
| 2.9.1 Análisis Cualitativo para la verificación del tipo de material..... | 23 |
| 2.9.2 Preparación de muestras. | 28 |
| 2.9.3 Aplastamiento y trituración de muestras. | 28 |
| 2.9.4 Tamizado de un material..... | 29 |
| 2.9.5 Homogeneización y subdivisión. | 30 |
| 2.9.6 Estudio de Homogeneidad..... | 30 |
| 2.10 Medición de humedad en las muestras. | 31 |
| 2.10.1 Métodos de medición de Humedad..... | 35 |
| Capítulo 3: Procedimiento Experimental..... | 39 |
| 3.1 Tamizado de carbón mineral (determinación de distribución de tamaño de partícula)..... | 40 |
| 3.2 Molienda/Pulverización de material de Carbón mineral. | 44 |

| | |
|--|----|
| 3.2.1 Molienda de un material con un molino rotatorio. | 44 |
| 3.2.2 Molienda manual. | 47 |
| 3.3 Limpieza de los contenedores de la muestra. | 48 |
| 3.4 Empacado de muestras representativas del lote. | 49 |
| 3.5 Homogenización. | 50 |
| 3.5.1 Herramientas necesarias para calcular el número de unidades que se pueden obtener. | 52 |
| 3.6 Envasado de los frascos. | 57 |
| 3.6.1 Etiquetado de frascos de muestra de carbón mineral y sellado al vacío en bolsa mylar. | 57 |
| 3.7 Humedad de una muestra. | 58 |
| 3.7.1 Correcciones por empuje de aire. | 59 |
| 3.7.2 Criterio de Peso constante. | 60 |
| 3.7.3 Modelo de cálculo de humedad en una muestra. | 62 |
| 3.8 Desarrollo de métodos de medición de humedad aplicados en carbón mineral. | 63 |
| 3.8.1 Peso constante de contenedores de muestra. | 64 |
| 3.8.2 Métodos a seguir para la medición de humedad de una muestra de carbón mineral. | 67 |
| 3.8.3 Metodología para el secado con agente desecante. | 67 |
| 3.8.4 Exposición de muestra al medio ambiente y secado en estufa. | 68 |
| 3.8.5 Medición de humedad del carbón mineral a una temperatura mayor. | 70 |
| 3.8.6 Medición de humedad de diferentes muestras del lote a diferentes periodos de tiempo. | 71 |
| Capítulo 4. Resultados y discusión. | 73 |
| 4.1 Tamizado de carbón mineral. | 73 |

| | |
|--|-----|
| 4.1.1 Tamizado de carbón mineral (determinación de distribución de tamaño de partícula)..... | 73 |
| 4.2 Evaluación del método de preparación de muestra por molienda..... | 79 |
| 4.2.1 Molienda de muestra mediante molino rotatorio..... | 79 |
| 4.2.2 Evaluación de proceso de molienda a mano..... | 83 |
| 4.3 Limpieza de frascos de vidrio ámbar..... | 90 |
| 4.4 Homogenización y envasado de carbón mineral en frascos de color ámbar..... | 93 |
| 4.4.1 Envasado de carbón mineral en atmósfera inerte..... | 95 |
| 4.4.2 Etiquetado y sellado al vacío de frascos de carbón mineral..... | 95 |
| 4.5 Humedad en muestra..... | 100 |
| 4.5.1 Secado con agente desecante del carbón mineral..... | 101 |
| 4.5.2 Exposición de muestras de carbón mineral al medio ambiente..... | 105 |
| 4.5.3 Secado de muestra de carbón mineral expuesto a condiciones ambiente (secado en horno)..... | 109 |
| 4.5.4 Secado de muestras de carbón mineral en estufa siguiendo norma ASTM D1542-09..... | 114 |
| 4.5.5 Secado en estufa a 110 °C como marcan los límites de la norma ASTM D1542-09..... | 116 |
| 4.5.6 Resumen de medición y comparación de los métodos de medición de humedad en carbón mineral con errores asociados..... | 118 |
| 4.5.7 Medición de humedad de diferentes muestras del lote de carbón mineral con el método final seleccionado..... | 121 |
| Capítulo 5: Recomendaciones..... | 130 |
| Capítulo 6: Conclusiones..... | 133 |
| Bibliografía..... | 136 |
| Anexos..... | 142 |

ÍNDICE DE FIGURAS

| | |
|---|----|
| Figura 1. Ciclo biogeoquímico del mercurio. b (procesos bacterianos); Tb (Thiobacilli); mg (metanógenos); CO/CI (Complejos orgánicos e inorgánicos); CB (cinabrio) (Castillo R., et. al. 2005)..... | 13 |
| Figura 2. Clasificación granulométrica sencilla para tierras o suelos. Las flechas indican el sentido de lectura de los ejes del diagrama. | 26 |
| Figura 3. Evolución de algunas propiedades físicas en función del tamaño de las partículas integrantes del suelo..... | 28 |
| Figura 4. Arreglo de tamices que será usado para el tamizado 1 (izquierda) y Figura 5. Arreglo de tamices para el tamizado 2 (derecha)..... | 41 |
| Figura 6. Configuración de torre de tamices y tamizador de polvos Tyler. | 42 |
| Figura 7. Traje usado por la persona que llevará a cabo el tamizado. | 43 |
| Figura 8. Adaptaciones realizadas al cuarto de molienda. | 43 |
| Figura 9. Molino rotatorio Pulverisette 14..... | 45 |
| Figura 10. Molienda de carbón mineral en charola de acero. | 47 |
| Figura 11. Divisor simple con alimentador vibratorio acoplado marca Fritsch..... | 55 |
| Figura 12. Fracciones resultantes del trabajo de tamizado 3. | 77 |
| Figura 13. Apariencia del carbón mineral molido en el Pulverisette 14. | 83 |
| Figura 14 Bolsa usada para la molienda de muestra a mano. | 84 |
| Figura 15 y Figura 16. Lavado de material en jabón. | 90 |
| Figura 17. Lavado de material en ácido. | 91 |
| Figura 18 y Figura 19. Secado de material bajo flujo laminar..... | 91 |
| Figura 20. Material limpio en bolsa previo a las tapas..... | 92 |
| Figura 21 y Figura 22. Secado de material en estufa a 80 °C (izquierda) y material limpio con tapas después de someter a estufa (derecha). | 92 |
| Figura 23. Cono simple de 8 cabezales para el subdivisor rotatorio. | 93 |
| Figura 24. Esquema ejemplificado de la subdivisión de muestras para la producción del lote que será de 256 unidades de 20 g, aproximadamente..... | 94 |

| | |
|---|-----|
| Figura 25. Envasado de carbón mineral en cámara de ambiente controlado bajo atmósfera de argón. | 95 |
| Figura 26. Material candidato a material de referencia envasado bajo atmósfera inerte y sellado con termoplástico. | 96 |
| Figura 27. Etiquetado del material candidato a material de referencia..... | 96 |
| Figura 28. Etiquetado de lote de 256 unidades de candidato a material de referencia de 20 g de carbón mineral..... | 96 |
| Figura 29. Bolsas aluminizadas de terephtalato de polietileno o Mylar® para el sellado al vacío de los frascos..... | 97 |
| Figura 30. Bolsa aluminizada de terephtalato de polietileno (Mylar®)..... | 97 |
| Figura 31 Etiquetado de bolsas terephtalato de polietileno (Mylar®). | 98 |
| Figura 32. Sellado al vacío de los frascos con carbón mineral en la selladora al vacío AudioVac 93. | 98 |
| Figura 33. Producto terminado de candidato a material de referencia de mercurio en carbón mineral..... | 99 |
| Figura 34. Producción de materiales candidato a material de referencia de carbón mineral. | 99 |
| Figura 35. Lote producido de 256 unidades de candidato a material de referencia de carbón mineral de 20 g cada uno en frascos de vidrio ámbar y en bolsa aluminizada de terephtalato de polietileno (Mylar®) al vacío. | 100 |
| Figura 36. Secado en estufa de pesafiltros de borosilicato. | 101 |
| Figura 37. Pesado de pesafiltros vacíos en la balanza Sartorius..... | 101 |
| Figura 38. Agente desecante de Perclorato de Magnesio para el secado. | 102 |
| Figura 39. Desecadores empleados..... | 102 |
| Figura 40. Secado de muestras de carbón mineral de la botella 98..... | 102 |
| Figura 41. Vista desde arriba de pesafiltros con muestra para su secado en el desecador..... | 102 |
| Figura 42. Secado en estufa de muestras de carbón mineral a 107 °C. | 110 |
| Figura 43. Pesado de muestras de carbón mineral una vez se realizó el atemperamiento dentro del desecador con perclorato de magnesio..... | 110 |

ÍNDICE DE TABLAS

| | |
|--|----|
| Tabla 1. Definición granulométrica de los componentes integrantes de tierra fina en suelos..... | 25 |
| Tabla 2: Propiedades del material de acuerdo a su clasificación granulométrica. | 27 |
| Tabla 3: Carbón mineral recibido en el CENAM de COMIMSA en noviembre. | 39 |
| Tabla 4: Distribución de tamaños de partícula que se empleará..... | 40 |
| Tabla 5: Distribución de tamaños de partícula. | 41 |
| Tabla 6. Unidades máximas que se podrían producir. | 52 |
| Tabla 7. Cálculo de peso de muestras para cada subdivisión del lote con un cabezal de 8 subdivisiones..... | 53 |
| Tabla 8. Resumen de las unidades que se obtienen al usar un divisor de 8 cabezales: | 54 |
| Tabla 9. Representación de cada frasco antes de homogenizar y dividir en el subdivisor rotatorio de 8 cabezales 2 veces..... | 55 |
| Tabla 10. Representación de la muestra en cada frasco al homogenizar. | 56 |
| Tabla 11. Datos a registrar para la medición de peso constante..... | 64 |
| Tabla 12. Ejemplos de variación en la balanza al pesar material seco. | 65 |
| Tabla 13. Criterio de peso constante..... | 66 |
| Tabla 14. Carbón mineral recibido de COMIMSA el 22 de noviembre del 2017. | 73 |
| Tabla 15. Mallas usadas para la separación de la bolsa >100 y <100. | 74 |
| Tabla 16. Tamices empleados para la separación de las bolsas >30, >50, >60 >70 y >80. | 75 |
| Tabla 17. Tamices empleados para el reprocesado de la fracción de malla No. 100 del tamizado 2..... | 76 |
| Tabla 18. Distribución de tamaños de partícula de carbón mineral obtenidos. | 78 |
| Tabla 19. Molienda en molino rotatorio Pulverisette 14..... | 80 |
| Tabla 20. Porcentajes de recuperación de las pruebas de molienda en el Pulverisette 14. | 81 |
| Tabla 21. Simulación de molienda de todo el lote en diferentes mallas. | 82 |

| | |
|--|-----|
| Tabla 22. Pruebas de molienda a mano de carbón mineral. | 84 |
| Tabla 23. Porcentajes de recuperación de carbón mineral al moler a mano..... | 85 |
| Tabla 24. Simulación de molienda a mano de carbón mineral. | 86 |
| Tabla 25. Cantidades de carbón disponible actual y teórico para envasar. | 86 |
| Tabla 26. Molienda de carbón mineral a mano, realizado los días 8 y 9 de Febrero del 2018, de la bolsa etiquetada No. 70 (210 μ m) con intervalo definido de tamaño de partícula $210 \mu\text{m} < x < 250 \mu\text{m}$ del tamizado realizado el 13 y 14 de diciembre del 2017. | 87 |
| Tabla 27. Carbón mineral disponible al 1 de marzo del 2018 para poder envasar.... | 89 |
| Tabla 28. Resumen de humedad en muestras de carbón mineral mediante el secado con agente desecante. | 103 |
| Tabla 29. Exposición al medio ambiente de muestras de carbón mineral..... | 105 |
| Tabla 30. Resumen del secado en estufa de muestras de carbón mineral expuestas previamente a condiciones ambientales. | 111 |
| Tabla 31. Resumen de secado de muestras de carbón mineral de acuerdo a la normativa ASTM D5142-09 a 107 °C. | 114 |
| Tabla 32. Resumen de evaluación en los límites de norma ASTM D5142-09. | 116 |
| Tabla 33. Resumen-Comparación de los métodos de medición de humedad junto con su desviación estándar y covarianza..... | 118 |
| Tabla 34. Evaluación del tiempo de secado de la muestra 001 del lote de carbón mineral. | 122 |
| Tabla 35. Evaluación del tiempo de secado de la muestra 128 del lote de carbón mineral. | 124 |
| Tabla 36. Evaluación del tiempo de secado de la muestra 256 del lote de carbón mineral. | 124 |
| Tabla 37. Comparación y análisis de la humedad en las diferentes botellas del lote de carbón mineral..... | 127 |

Capítulo 1: Introducción.

El mercurio (Hg) es un elemento químico en estado líquido a temperatura ambiente y altamente tóxico y contaminante; es considerado un contaminante del tipo persistente, ya que tiene una extensa lista de propiedades que lo hacen presente en muchas formas, como el ser sumamente volátil, con capacidad de viajar por kilómetros, se biomagnifica a través de las cadenas alimentarias causando impactos graves y permanentes en la salud y tiene una alta capacidad de formar compuestos orgánicos (aquellas en las que el mercurio está unido covalentemente a al menos un átomo de carbono) e inorgánicos (Hg^0 (metálico), Hg_2^{2+} (mercurioso) y Hg^{2+} (mercúrico) dando una muy amplia variedad de mercurio en el medio ambiente y dificultando por mucho, su eliminación (Fernandez Bremauntz, 2004).

Los compuestos mercúricos son mucho más comunes que los compuestos mercuriosos. La mayor cantidad de Hg presente en el ambiente (exceptuando la atmósfera) se encuentra en forma de sales mercúricas inorgánicas y compuestos organomercúricos; mientras que el Hg elemental en forma de vapor prevalece en la atmósfera (Fernandez Bremauntz, 2004). El mercurio inorgánico puede ser transformado en mercurio orgánico, mediante la intervención de los microorganismos, sobre todo en ambientes acuáticos, por lo que es muy importante medir su contenido en el ambiente. Cuando el mercurio entra en la cadena alimenticia, llega al ser humano, siendo un detonador de alto riesgo de producir enfermedades de tipo neurológico, que afecta el sistema nervioso central que impactan en la atención, el lenguaje, la memoria, funciones cognitivas, sensoriales, motoras, etc. La primera gran señal de alarma se dio con el desastre de la bahía de Minamata (Japón), donde una planta de cloruro de vinilo y acetaldehído estuvo liberando de manera no controlada grandes cantidades de mercurio en sus aguas residuales durante el período 1953-1960. El resultado fueron un gran número de personas intoxicadas y muertas por la ingestión de pescado contaminado con metil-mercurio. También en Niigata (Japón) se reportaron más de 100 intoxicados por metil-mercurio. Años más tarde, entre 1971-1972, más de 400 personas murieron

en Irak por intoxicación con metil-mercurio (WHO, 1990). En ese caso, el origen del metil-mercurio se encontraba en el grano que se había utilizado para producir el pan, el cual había sido tratado con un fungicida basado en este compuesto organometálico de mercurio. Esta serie de desastres sensibilizaron a la comunidad internacional, de tal forma que la Organización Mundial de la Salud (OMS) publicó en 1977 el primer libro de la serie Environmental Health Criteria (Critères d'hygiène de l'environnement) dedicado exclusivamente al mercurio. A este siguieron otros tres más dedicados al mercurio en el medio ambiente, al metil-mercurio y al mercurio inorgánico.

Ante la necesidad urgente de adoptar medidas a nivel global, en el año 2009 se inicia el proceso de negociación de un instrumento jurídicamente vinculante sobre el mercurio. Es a partir de dicha negociación que en enero de 2013 se acuerda el texto del Convenio de Minamata. México lo firma el 10 de octubre del 2013 y lo ratifica el 29 de septiembre del 2015 entrando en vigor el 16 de agosto de 2017. El Convenio de Minamata tiene como objetivo proteger a la salud humana y el medio ambiente de las emisiones y liberaciones antrópicas de mercurio y sus compuestos. Con este fin, el Convenio incluye una serie de medidas para controlar las emisiones y liberaciones de mercurio a lo largo de su ciclo de vida, siendo necesario medir dichas cantidades de mercurio.

Convenio Minamata y acciones del PNUMA (Programa de las Naciones Unidas sobre el Medio Ambiente).

El PNUMA (Programa de las Naciones Unidas para el Medio Ambiente) en 2005, creó la Asociación Mundial del Mercurio con fines de tomar acciones en materia del mercurio. Tratándose de una asociación de múltiples actores con ocho prioridades o áreas de asociación, en consonancia con las principales fuentes de mercurio (como la extracción de oro artesanal y en pequeña escala, la combustión del carbón, plantas de cloro-alkali, el mercurio contenido en productos o el suministro y almacenamiento de mercurio).

Entre las principales fuentes de emisión que se citan en el Convenio figuran las centrales eléctricas de carbón, las calderas industriales de carbón, los procesos de fundición y calcinación utilizados en la producción de metales no ferrosos, las plantas de incineración de desechos y las fábricas de cemento clínker.

Con este convenio se invita a las naciones a tomar medidas a nivel nacional y regional, con el apoyo de las organizaciones internacionales y otras partes interesadas, a reducir y, cuando sea posible, eliminar los usos y liberaciones de mercurio, protegiendo así a la población de la exposición al mercurio y la contaminación ambiental.

La UNEP (United Nations Environment Programme) o Programa de las Naciones Unidas para el Medio Ambiente, ha establecido que son de interés para el estudio del mercurio las matrices de carbón mineral, material particulado, suelos de zonas mineras, cenizas, cemento y emisiones de fuentes de incineradoras (UNEP, 2014). Por ello, para medir el mercurio en muestras de matriz natural, es importante contar con métodos de medición validados, para ello es necesario contar con materiales de referencia certificados (MRC) con trazabilidad al Sistema Internacional (SI) de unidades. Actualmente, a nivel mundial no se encuentran disponibles MRC en todas las matrices necesarias, principalmente con matrices similares a las necesarias en nuestro país.

Es necesario contar en el país con materiales de referencia certificados de Hg en carbón mineral, para apoyar a los laboratorios ambientales analíticos del país, dedicados a apoyar a las instituciones, públicas y privadas involucradas en la realización de los monitoreos ambientales de Hg, que permita aplicar el control de calidad del carbón mineral que usan las termoeléctricas, la siderurgia y las cementeras, así como eliminar el riesgo de la salud de la población y apoyar al cumplimiento del Convenio Minamata. Con este fin, el presente trabajo incluye la propuesta de una metodología para la preparación de la muestra, aplicable para comparaciones internacionales, y siguiendo los estándares de otros certificados como el NIST (National Institute of Standards and Traceability) y la normativa ASTM.

Este proyecto tiene como objetivo el desarrollar un candidato a material de referencia de carbón mineral con un contenido significativo de mercurio, cuya base es la Guía ISO/DIS 17034 "*General requirements for the competence of reference material producers*", que contempla varias de las etapas que se requieren para certificar materiales de referencia, como los estudios de estabilidad, donde el estudio de medición de humedad es crucial para la obtención de un material de referencia estable.

Objetivo general.

Desarrollar e implementar la metodología de preparación y medición de humedad para la obtención de un lote de un candidato a material de referencia de mercurio en carbón mineral adecuado para el uso propuesto.

Hipótesis.

Los estudios de molienda, empleando métodos de molienda mecánica y manual, así como los de medición de humedad, usando estufa y agente desecante, permitirán obtener un candidato a material de referencia de mercurio en carbón mineral.

Objetivos Particulares.

Los objetivos de este trabajo son los siguientes:

1-Desarrollar un método de preparación de un material de carbón mineral, cuya distribución de tamaño de partícula sea adecuado para el uso propuesto, a través de estudios de molienda y tamizado.

2- Desarrollar un método de homogenización para el material de carbón mineral, así como de envasado en atmósfera inerte de argón, para producir una cantidad suficiente de carbón mineral y obtener un lote de por lo menos 250 unidades de 20 g cada uno.

3- Desarrollar un método de medición de humedad del carbón mineral a través del estudio de diferentes metodologías para seleccionar el adecuado al uso propuesto y aplicarlo para evaluar la humedad del lote en general para su certificación.

4- Aplicar la metodología desarrollada en este trabajo para la producción de un lote de carbón mineral como candidato a material de referencia para la medición de mercurio. Esta comprende de los siguientes aspectos:

4.1. Operaciones de Tamizado

4.2. Molienda

4.3. Homogenización

4.4. Limpieza de contenedores finales donde se almacenará el lote producido

4.5. Envasado en ambiente inerte, sellado del material y etiquetado

4.6. Estudios de humedad.

5 -Desarrollar conceptos a lo largo de este trabajo respecto a esta matriz compleja como lo es el carbón mineral, con el fin de posibles trabajos futuros en otras áreas dentro de la institución CENAM.

Capítulo 2. Antecedentes.

2.1 El carbón mineral.

Definido por el Servicio Geológico Mexicano, el carbón es una roca sedimentaria de color negro, muy rica en carbono y con cantidades variables de otros elementos como hidrógeno, azufre, oxígeno y nitrógeno. Arde fácilmente y es uno de los combustibles fósiles más utilizados (SGM, 2015).

El origen del carbón se debe a una progresiva carbonización de las materias vegetales mediante procesos anaeróbicos. Tras quedar sepultados los restos vegetales en cuencas, las bacterias anaerobias producen reacciones que transforman sus componentes en ácidos húmicos.

Es una mezcla de la descomposición de materia orgánica acumulada en zonas pantanosas, lagunares, o marinas, de poca profundidad, cubiertas o sepultadas por sedimentos que con el paso del tiempo, incrementan las condiciones de presión y temperatura produciendo un progresivo enriquecimiento en carbono, lo cual se conoce como carbonificación y da lugar a la formación de los diferentes tipos de carbón mineral (SGM, 2015).

El carbón mineral generalmente está compuesto de carbono amorfo acompañado de hidrocarburos, compuestos orgánicos de naturaleza compleja (glúcidos como la celulosa y lignina), proteínas vegetales y materia inorgánica, de coloración que va de café a negro y peso específico de 1.0 a 1.8 g/cm³.

Los principales componentes del carbón son los macerales y las cenizas. Los primeros, son restos vegetales macerados pero aún reconocibles, que conforman la parte orgánica del carbón. Se distinguen tres tipos: Huminita (o vitrinita si se trata de hullas), es el principal grupo en la mayoría de carbonos y procede de tejidos leñosos de las plantas. La Lipinita, que aparece en proporción menor que el grupo anterior y procede de partes resinosas y ceras de las plantas. Y la Inertinita, es el

componente más escaso en los carbones y es prácticamente inerte a lo largo de los procesos de carbonización (Coordinación general de minería, 2017).

2.2 Clasificación del carbón mineral de acuerdo a su contenido energético.

La clasificación del carbón más utilizada es por su contenido de carbono. Así, de menor a mayor se definen (Coordinación general de minería, 2017):

Turba: son depósitos de materias vegetales en descomposición; se trata del carbón más reciente (entre un 45 y 60 % de carbono), y constituye un primer paso en la carbonización natural. El color es más o menos parduzco. Su estructura es porosa, lo que le permite conservar una gran cantidad de agua (hasta un 90 %); si se seca o bien, pierde el agua, se contrae, esto sucede si es expuesto al aire. Se produce generalmente en zonas donde predominan los esfagnos, musgos pertenecientes al género *Sphagnum*. Estos musgos son propios de lugares húmedos con una forma de crecimiento en capas, por lo que estas mismas producen condiciones anaeróbicas, por lo que los organismos dentro mueren y se van transformando lentamente en turba, un carbón de baja calidad con una mínima potencia calorífica.

Lignito: Es un carbón fósil de formación reciente (posterior a la hulla). Se trata de un combustible de calidad media (entre el 60 y 75 % de carbono) siendo superior a la turba. Se encuentra en terrenos secundarios o terciarios. El lignito de textura terrosa se denomina tierra de sombra; existe otra variedad compacta llamada azabache de color negro, que tiene utilidad en joyería por su capacidad de ser pulida.

Hulla; Es un carbón natural negro y brillante, que tiene entre un 80 % y 90 % de carbono. También contiene entre el 3 % y 20 % de oxígeno, y entre 1 % y 5 % de hidrógeno. Está formado por vegetales típicos tales como equisetos, licopodios y helechos arborescentes. De la hulla se extrae por destilación seca: alquitranes, amoníaco y productos volátiles como gases de alumbrado. En forma seca se usa como combustible.

Antracita: Es un carbón natural de muy alto poder calorífico (posee un 95 % de carbono). Arde con mucha dificultad pero desprende mucho calor. Es más brillante que la hulla. Su formación se remonta a los primeros periodos de la era paleozoica.

Otro tipo de clasificación del carbón mineral se describe en las normas ASTM D121-15 "*Standard Terminology of Coal and Coke*" y la ASTM D388 - 18 "*Standard Classification of Coals by Rank*" donde las normas definen como carbones de bajo rango aquellos cuyo poder calorífico bruto, base húmeda sea menor a 6 390 kcal/kg, en este rango están los carbones denominados subbituminosos y los lignitos. Mientras tanto en los carbones de alto rango, con un poder calorífico mayor a 6 390 kcal/kg, se incluyen los carbones bituminosos y antracitos (Coordinación general de minería, 2017; ASTM, 2015).

El carbón térmico tiene alto contenido de energía y es significativo en la generación de electricidad. Entre mayor sea el contenido de carbón y más bajo el contenido de humedad, mayor será su contenido energético. El carbón térmico es considerado un semiconductor debido a la posesión de anillos bencénicos y radicales libres. Su principal uso corresponde a las centrales termoeléctricas.

2.3 Usos del carbón mineral.

El carbón mineral tiene usos tales como:

-Generación de energía eléctrica: El carbón suministra en la actualidad el 39% de la electricidad de todo el mundo. En México, el 6 % de electricidad que se consume en el país se genera a partir del carbón.

-Siderurgia: Mezclando minerales de hierro con carbón se obtiene una aleación en la que el hierro se enriquece en carbono, obteniendo mayor resistencia y elasticidad.

-Cementos: Los hornos suelen quemar carbón en forma de polvo y consumen cerca de 450 g de carbón por cada 900 g de cemento producido (Servicio Geológico Mexicano, 2015).

Como resultado del uso de este material de carbón mineral, ya sea para uso como materia prima, de los fenómenos naturales en el planeta o como combustible, está, inherentemente, la liberación de gases a la atmósfera, por lo que es de especial interés los compuestos liberados a la atmósfera.

Mercado internacional del carbón

El carbón actualmente representa el 30 % de las necesidades energéticas primarias y genera más del 41.1 % de la electricidad del mundo. También se utiliza en la producción de más del 70 % de acero en el mundo y tiene un papel relevante en la fabricación de cemento y como combustible. Actualmente, el carbón es producido en más de 40 países y es importado por más de 70 naciones (Coordinación general de minería, 2017).

2.4 Mercado nacional del carbón.

Coahuila es el principal productor de carbón en México y el volumen de la producción siempre depende directamente de la demanda. Se estima que el 39.12 % de la producción es de carbón térmico, el 47.06 % es de carbón coquizable, y el 13.81 % restante lo genera el carbón lavado (Coordinación general de minería, 2017).

Los pequeños productores destinan su producción para la generación de energía eléctrica (carbón térmico); mientras que los grandes productores, además de proveer a las plantas carboeléctricas, también extraen para su autoconsumo en sus procesos metalúrgicos (carbón coquizable), ya que son subsidiarias de empresas siderúrgicas.

Regiones carboníferas de México

Coahuila es la región más importante del país. Geológicamente, es una cuenca constituida por ocho subcuencas que localmente se designan como: Sabinas, Esperanzas, Saltillito, Lampacitos, San Patricio, Las Adjuntas, Monclava y San

Salvador. Las mejores conocidas por su explotación son las de Sabinas y la de Esperanzas.

Otras localidades que producen carbón son los que comprenden los estados de Tamaulipas, Nuevo León, la región carbonífera de Tezoatlán-Mixtepec que comprende de los estados de Oaxaca, extendiéndose hasta Puebla y Guerrero; la región carbonífera San Marcial-Santa Clara del estado de Sonora; la cuenca San Pedro Corralitos del estado de Chihuahua; la cuenca Tlacolulan en Xalapa, Veracruz; la cuenca Cualac en Guerrero y la cuenca Zacualtipán en Hidalgo (Coordinación general de minería, 2017).

2.5 La presencia del mercurio como parte de la naturaleza y las actividades antropogénicas.

El mercurio pasa al aire de forma natural por medio de las emisiones volcánicas, el termalismo o por vía antrópica por medio de las emisiones industriales. La combustión de carbón para la generación de electricidad y calor es una fuente importante de mercurio. El carbón contiene mercurio y otros contaminantes peligrosos de la atmósfera que son liberados cuando el carbón se quema en las plantas generadoras de electricidad, los quemadores industriales y las estufas domésticas.

Las fuentes antropogénicas de mercurio contribuyen significativamente a las concentraciones ambientales de este y comprenden las operaciones de minería, los procesos industriales, la combustión de combustibles fósiles, la producción de cemento y la incineración de residuos sanitarios, químicos y municipales. Los actuales niveles de mercurio en la atmósfera son entre 3 y 6 veces superiores a los que se estima que había antes de la industrialización (Poulin y Gibb. 2008).

Una vez que el mercurio entra en la atmósfera su tiempo de residencia puede variar entre días y años lo cual le brinda la capacidad de viajar miles de kilómetros. Este mercurio pasa al suelo por varias vías: por la lluvia, por precipitación seca o por

bioabsorción del mismo por parte de vegetales y su posterior incorporación al suelo por medio de los restos de estos. Los gases generados en la quema de combustibles fósiles, así como los incineradores de residuos, son las principales fuentes de emisión de mercurio a la atmósfera (Sánchez Oscar, 2005).

El Hg^0 , una vez en la atmósfera, se transforma lentamente por procesos de foto-oxidación y oxidación atmosférica, en compuestos solubles que entran a la biósfera con la precipitación. Además de haber una deposición seca de partículas y mercurio gaseoso sobre la vegetación.

El mercurio no forma parte de los macronutrientes necesarios para el crecimiento de los diferentes microorganismos, aunque algunos microorganismos poseen un aparato enzimático específico para su transformación.

El principal problema es que las bacterias se destoxifican de forma natural ya sea reduciendo la especie Hg^{2+} , a Hg^0 , o bien, metilándola para dar un catión altamente reactivo de metilmercurio (CH_3Hg^+). El proceso puede ser realizado por tanto bacterias del suelo como por las del lecho marino, pasando a una forma organometálica catiónica que es mucho mejor asimilada por los seres vivos.

En el ciclo biogeoquímico de este elemento juegan un papel importante las formas mono- y dimetiladas, producidas por distintos microorganismos como mecanismo de destoxificación (ver Figura 1) (Castillo R., *et. al.* 2005).

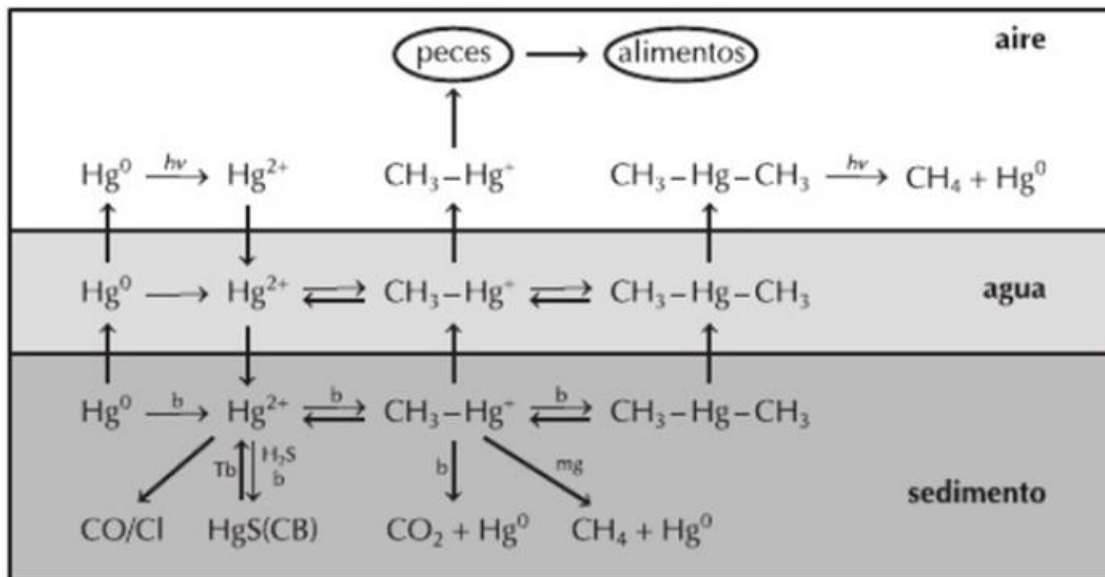


Figura 1. Ciclo biogeoquímico del mercurio. b (procesos bacterianos); Tb (*Thiobacilli*); mg (metanógenos); CO/Cl (Complejos orgánicos e inorgánicos); CB (cinabrio) (Castillo R., et. al. 2005).

En los ambientes acuáticos, el mercurio suele encontrarse en forma de Hg^{2+} , que se adsorbe fácilmente a las partículas, lo que favorece su metabolización por los microorganismos (Castillo R., et. al. 2005). La metilación del mercurio es la principal reacción que, para minimizar sus efectos tóxicos, llevan a cabo un importante número de bacterias, fundamentalmente del grupo de las reductoras de sulfato, en las condiciones anóxicas de los fondos y sedimentos marinos. En ambientes con limitación de sulfato, se ha observado que la transferencia interespecífica del H_2 y acetato entre metanógenos y bacterias reductoras de sulfato juega un papel importante en el proceso de metilación del mercurio. La formación del catión radical metilmercurio (CH_3Hg^+) implica la adición al Hg^{2+} de un grupo metilo, que es proporcionado por la metilcobalamina (CH_3B_{12}). La transferencia de un segundo metilo produce dimetilmercurio (CH_3HgCH_3), que es muy volátil y se libera a la atmósfera. El metilmercurio, al igual que el CH_3HgCl , presente en los fluidos

biológicos son mucho más tóxicos que el propio Hg^{2+} (en una magnitud 100 veces mayor), debido a que la presencia del metilo le permite atravesar con facilidad las membranas biológicas y, ya en el interior de la célula, el cloruro es desplazado por los grupos sulfhidrilo de las proteínas (Castillo R., *et. al.* 2005).

A pesar de la pequeña cantidad de metilmercurio que se genera en los fondos marinos, este fenómeno es suficiente para contaminar las cadenas tróficas acuáticas, ya que se incorpora en peces y mariscos a través de las branquias, y en ellos se acumula en las proteínas de los tejidos, preferentemente, y actúa como una potente neurotoxina. Aunque la metilación del mercurio se produce en todos los sedimentos, los niveles de mercurio son mayores en peces y mariscos de zonas donde se producen vertidos de residuos contaminados.

2.6 Exposición al mercurio.

Todas las personas están expuestas a cierto nivel de mercurio. En la mayoría de los casos se trata de niveles bajos, debidos casi siempre a una exposición crónica (por contacto prolongado, ya sea intermitente o continuo).

Los fetos son sensibles sobre todo a sus efectos sobre el desarrollo. La exposición intrauterina al metilmercurio, por consumo materno de pescado o marisco, puede dañar el cerebro y el sistema nervioso del bebé en pleno crecimiento. La principal consecuencia sanitaria del metilmercurio es la alteración del desarrollo neurológico.

El otro grupo de personas que presentan problemas de salud por la exposición a niveles elevados de mercurio es el de aquellas expuestas de forma sistemática (exposición crónica) como poblaciones que practiquen la pesca de subsistencia o personas expuestas en razón de su trabajo.

Un elocuente ejemplo de exposición al mercurio con consecuencias a la salud pública se produjo en Minamata (Japón) entre 1932 y 1968: durante aquellos años una fábrica de ácido acético estuvo vertiendo en la bahía de Minamata líquidos residuales que contenían elevadas concentraciones de metilmercurio. En la bahía

había abundantes peces y mariscos que constituían el principal medio de vida de los ribereños y pescadores de otras zonas.

Durante muchos años nadie advirtió que los peces estaban contaminados con mercurio y que ello provocaba una extraña dolencia que afectaba a la población de la localidad y otros distritos. Al menos 50,000 personas resultaron afectadas en mayor o menor medida, y se acreditaron más de 2,000 casos de la enfermedad de Minamata, que alcanzó su apogeo en 1950, con enfermos de gravedad afectados de lesiones cerebrales, parálisis, habla incoherente y estados delirantes.

El metilmercurio está presente en la mayoría de las especies acuáticas y se bioacumula en la cadena alimentaria acuática, lo que puede dar lugar a altas concentraciones en pescados, mariscos y mamíferos marinos. Las mayores concentraciones de mercurio se detectan en las especies carnívoras grandes y en los peces más viejos. La principal fuente de exposición humana al metilmercurio es la ingestión de pescado y otros alimentos marinos (que en el presente documento comprenden los mariscos y los mamíferos marinos, como las ballenas). Dicha exposición puede ser importante en las poblaciones que consumen mucho pescado (p. ej., los pescadores de subsistencia o los pescadores deportivos). Pueden generarse “puntos negros” medioambientales en las proximidades de actividades industriales y mineras, en las que la contaminación de las masas de agua locales puede dar lugar a altas concentraciones de metilmercurio en el pescado (Poulin J y Gibb H., 2008).

2.6.1 Efectos a la Salud.

El mercurio es, tal vez, el metal más tóxico de todos lo que el ser humano emplea con fines industriales (minería, electrónica, medicina, alimentación, cosmética, etc.).

Dicha toxicidad le viene dada, principalmente por la alta afinidad que muestra el Hg^{2+} por los grupos tiólicos e imínicos de las proteínas, lo que facilita su desnaturalización. Además, el mercurio es absorbido a mayor velocidad de la que

puede ser eliminado, por lo que se acumula en los tejidos vivos, fenómeno conocido como bioacumulación. A lo largo de la cadena trófica la concentración relativa de mercurio aumenta, por lo que se habla de biomagnificación.

Es un metal que es líquido a temperatura ambiente y su densidad es muy alta (15.5g/mL). El mercurio metálico, Hg^0 , forma amalgamas fácilmente con muchos metales, por lo que se emplea en diversos procesos industriales. Además, es muy volátil, por lo que es la forma en la que normalmente se encuentra en la atmósfera, donde se oxida fotoquímicamente a (Hg^{2+}). El Hg^0 es muy tóxico por inhalación, ya que es capaz de atravesar las membranas pulmonares y entrar en el torrente sanguíneo, pudiendo llegar al cerebro, donde origina graves efectos neurológicos. En el suelo, la forma más común es la del mineral Cinabrio, HgS , que por calentamiento en presencia de oxígeno se reduce a la forma metálica, con producción de SO_2 . A escala mundial, la producción y uso del mercurio metálico se estima en 40,000 toneladas anuales, de las que sólo una pequeña cantidad es reciclada; la mayor parte acaba en el ambiente como contaminante. Sólo la quema de combustibles fósiles libera más de 3,000 toneladas por año.

2.7 Acciones tomadas para eliminar las fuentes de emisión y liberación de mercurio.

La liberación de altos contenidos de elementos potencialmente peligrosos provenientes de la combustión del carbón se ha vuelto una preocupación a nivel medio ambiente.

El mercurio es un elemento que no se puede destruir. Por lo tanto, cabe la posibilidad de reciclar y destinar a otros usos el mercurio que ya está en circulación, sin necesidad de seguir extrayéndolo de minas. El uso de mercurio en las pequeñas minas auríferas de tipo artesanal es especialmente peligroso y tiene importantes consecuencias para la salud de las poblaciones vulnerables.

La preocupación por sobre estos elementos de trazas que son liberados al medio ambiente debido al uso del carbón (principalmente en plantas térmicas) ha hecho la determinación de estos elementos un aspecto en constante crecimiento en el análisis del carbón.

Según la Organización mundial de la salud, o WHO (por sus siglas en inglés), debido a la constante liberación de mercurio al medio ambiente debido a la incesante actividad humana, se ha hecho mucho más presente este metal y sus efectos negativos llevaron a que en el 2013 varios gobiernos adoptaran el Convenio de Minamata sobre el mercurio. En este acuerdo firmado, los gobiernos se comprometen a aplicar una serie de medidas para acabar con las emisiones de mercurio a la atmósfera y reducir paulatinamente los productos que contienen este elemento (OMS 2017).

Con el fin de proteger la salud humana y del medio ambiente, el convenio, jurídicamente vinculante para México, fue ratificado por nuestro país el 29 de septiembre del 2015 y entró en vigor en agosto del 2017 (Instituto Nacional de Ecología y Cambio Climático, 2017). Este convenio establece medidas para la fiscalización, la restricción de uso, propuestas de reducción de emisiones y el seguimiento del mercurio durante todo su ciclo natural y antropomórfico.

Por ello es fundamental contar con una forma bien establecida y reconocida con la cual poder medir estos contenidos de mercurio en la matriz natural de carbón mineral.

Para medir el mercurio en muestras de matriz natural, tal como lo es el carbón mineral, es importante contar con métodos de medición validados. Para ello es necesario contar en primer lugar con materiales de referencia certificados (MRC) con trazabilidad al Sistema Internacional (SI) de unidades. Actualmente, a nivel mundial no se encuentran disponibles MRC en todas las matrices necesarias, principalmente con matrices similares a las necesarias en nuestro país.

El PNUMA en 2005, creó la Asociación Mundial del Mercurio con fines de tomar acciones en materia del mercurio. Tratándose de una asociación de múltiples

actores con ocho prioridades o áreas de asociación, en consonancia con las principales fuentes de mercurio como la extracción de oro artesanal y en pequeña escala, la combustión del carbón, plantas de cloro-alkali, el mercurio contenido en productos, o el suministro y almacenamiento de mercurio. Mientras tanto, en México, las autoridades ambientales a través del Instituto Nacional de Ecología y Cambio Climático (INECC) de la SEMARNAT (Secretaría del Medio Ambiente y Recursos Naturales), ha identificado varias necesidades de contar con métodos de medición de mercurio validados. Por lo anterior el CENAM ha propuesto para desarrollarlos y validarlos, el contar con materiales de referencia certificados en mercurio. Con base a las necesidades detectadas por INECC, unas de las necesidades prioritarias son: carbón mineral, material particulado, suelos de zonas mineras, cenizas, cemento, emisiones de fuentes de incineradoras.

Por lo anterior, el CENAM priorizó iniciar con el desarrollo de un material de referencia de mercurio en carbón mineral. De acuerdo con los lineamientos internacionales que marca la Oficina Internacional de Pesas y Medidas (por sus siglas en Francés BIPM), es imperativo aplicar las normas y guías internacionales relacionadas con la producción y certificación de materiales de referencia, como las de la International Organization for Standardization (ISO).

En la siguiente sección se describen definiciones de acuerdo a la guía ISO 30:1992 o bien su equivalente en normativa mexicana NMX-CH-160-IMNC-2006 “Materiales de Referencia - Términos y definiciones”.

2.8 Términos y definiciones de Materiales de Referencia.

El vocabulario Internacional de Metrología Conceptos fundamentales y generales y términos asociados (JCGM. 2008) describe las siguientes definiciones:

Material de referencia (MR): Material suficientemente homogéneo y estable con respecto a propiedades especificadas, establecido como apto para su uso previsto en una medición o en un examen de propiedades cualitativas.

Material de Referencia Certificado (MRC): Material de referencia acompañado por la documentación emitida por un organismo autorizado, que proporciona uno o varios valores de propiedades especificadas, con incertidumbres y trazabilidades asociadas, empleando procedimientos válidos.

Los materiales de referencia certificados son preparados generalmente en lotes para los cuales los valores de la propiedad son determinados, dentro de los límites de incertidumbre establecidos, mediante mediciones realizadas sobre muestras representativas del lote completo.

Muestra: Cantidad representativa de un material extraído de un lote de un material de referencia.

Homogeneidad: Condición de tener una estructura o una composición uniforme con respecto a una o más propiedades especificadas. Se dice que un material de referencia es homogéneo con respecto a una propiedad especificada sí el valor de la propiedad, determinado por ensayos en muestras de tamaño especificado, se encuentra dentro de los límites de incertidumbre definidos, aunque las muestras sean tomadas de diferentes unidades de abastecimiento (botellas, paquetes, etc.) o de una sola unidad de abastecimiento.

Lote: Una cantidad definida de un producto elaborado por un proveedor de una sola vez bajo condiciones que se presumen, son uniformes.

Repetibilidad de medida: precisión de medida bajo un conjunto de condiciones de repetibilidad.

Condición de repetibilidad de una medición: condición de medición, dentro de un conjunto de condiciones que incluye:

- el mismo procedimiento de medición;
- el mismo observador;
- el mismo instrumento de medición usado bajo las mismas condiciones;
- la misma ubicación;
- la repetición en un periodo corto.

Trazabilidad metrológica: Propiedad de un resultado de medida por la cual el resultado puede relacionarse con una referencia mediante una cadena ininterrumpida y documentada de calibraciones, cada una de las cuales contribuye a la incertidumbre de medida.

Existen 3 tipos de Materiales de Referencia Certificados, con base en su aplicación:

Composición química

Propiedades físicas

Materiales de ingeniería

Este trabajo solo abarcará el tema de materiales de referencia por composición química, recordando que se abarcan sólo los temas de preparación del material para el certificado, previo a análisis de la sustancia de interés, la cual, es, como se ha ido mencionando, el mercurio.

Bajo el concepto de materiales de referencia para mediciones químicas, existen 3 tipos básicos con base en su composición química y su matriz.

Sustancias puras.

Consiste en una entidad simple, se emplean para preparar disoluciones de referencia y asignar valores a materiales de referencia de matriz natural.

Disoluciones calibrantes.

Es un material de referencia preparado como una mezcla de un disolvente con uno o más materiales de composición química establecida. Estos materiales pueden ser usados directamente como son adquiridos o pueden hacerse diluciones del mismo por el usuario.

Materiales de matriz natural.

Es un material de composición similar a muestras reales que contiene una o más entidades químicas caracterizadas. Los materiales de referencia certificados de matriz natural son materiales naturales típicamente homogeneizados con entidades presentes de interés para medir a niveles endógenos, a niveles mayores de los endógenos o con analitos adicionado de manera sintética (Moreno G. *et al.*, 2007).

De acuerdo con estos conceptos generales, es imprescindible definir que la matriz es el carbón mineral, el cual se encuentra en la clasificación de material de referencia de matriz natural, ya que es sustraída de la naturaleza.

La producción de un candidato a material de referencia, se realiza de acuerdo a normas internacionales como las guías ISO (International Organization for Standardization), que se aplican a la producción, aseguramiento de calidad y certificación. En seguida se muestra la relación de guías ISO y su versión equivalente en la normativa mexicana:

- ✓ ISO/GUIDE 30:2015 Materiales de referencia-Términos y definiciones. Equivalente a NMX-CH-160-IMNC-2018.
- ✓ ISO/GUIDE 31/2000 Materiales de referencia-Contenido de certificados y etiquetas. Equivalente a la NMX-161-IMNC-2006.
- ✓ ISO/GUIDE 32:1997 Materiales de referencia-Calibración en química analítica y el uso de materiales de referencia certificados. Equivalente a la NMX-CH-162-IMNC-2018.
- ✓ ISO/GUIDE 33:2015 Materiales de referencia-Buenas prácticas en el uso de materiales de referencia. Equivalente a la NMX-CH-163-IMNC-2018.
- ✓ ISO Guide 34:2009 Materiales de referencia-Requisitos generales para la competencia de productores de materiales de referencia. Equivalente a la NMX-CH-164-IMNC-2018.
- ✓ ISO Guide 35:2006 Materiales de referencia-Principios generales y estadísticos para certificación. Equivalente a la NMX-CH-165-IMNC-2008.

El trabajo se enfocó en el desarrollo de métodos para la preparación de un material de referencia. Es necesario establecer una serie de requisitos de organización y calidad para asegurar que el material de referencia se encuentre en condiciones de uso, por lo cual de toda esta normativa listada en la guía ISO 34 "Requisitos generales para la competencia de productores de materiales de referencia" es de especial utilidad. Ahí se establece, que el productor del material debe estar seguro de que el material ha recibido una preparación adecuada para sus propósitos de uso.

2.9 La GUIA ISO-34.

La Guía ISO 34 describe como principales lineamientos para la producción de un candidato a materiales de referencia:

1. Análisis cualitativo para la verificación del tipo de material.
2. Maquinado, molienda, mezclado, tamizado y homogenizado (con el fin de obtener muestras representativas)
3. Determinación de la distribución del tamaño de partícula
4. Limpieza de los contenedores de la muestra
5. Secado y esterilización (en caso de requerirlo)
6. Empacado de muestras representativas del lote
7. Estudios de humedad en materiales de matriz natural

Una vez establecidos estos lineamientos, se profundiza un poco más en la complejidad de cada uno de estos para su aplicación.

2.9.1 Análisis Cualitativo para la verificación del tipo de material.

Consiste en dar una valoración cualitativa al material. Siguiendo este concepto, se puede establecer, con base al conocimiento de Edafología (ciencia que estudia la naturaleza del suelo), en cuanto a materiales sólidos del tipo particulado como lo es el carbón mineral; lo siguiente:

Las partículas se clasifican según el tamaño en:

- Piedras y gravas (>2mm)
- Arenas (2mm-50 μ m)
- Limos (50 μ m a 2 μ m)
- Arcillas o fracciones finas (<2 μ m)

O bien, se pueden clasificar de acuerdo a su textura. Para la clasificación de las texturas se usa el triángulo de texturas en porcentajes de arena, limo y arcilla. Así se definen las texturas: arenosa, limosa, arcillosa y equilibrada; cada uno con más características específicas.

La mayoría de los minerales primarios se encuentran en las fracciones de limos y arenas. Las fracciones finas vienen representadas sobre todo por minerales secundarios. La caliza se encuentra en todas las fracciones (P. H. Douchafour, 2002).

Organización de las partículas: Estructura

La estructura del suelo, indica el modo de agregación de las partículas, tanto a escala macroscópica como microscópica.

La estructura determina la distribución en el espacio de la materia sólida y de los espacios vacíos, condicionando las propiedades físicas fundamentales del suelo.

-Poros gruesos; su volumen define la capacidad de aire

-Poros medios; agua útil.

-Poros finos; agua ligada.

Existe una primera clasificación general que distingue en dos grandes bloques el tipo de suelos. Así, como lo indica la Tabla 1, se habla de tierra fina cuando el tamaño medio de partícula es inferior a 2 mm, y de tierra gruesa cuando el tamaño medio de partícula es superior a los 2 mm.

Otros dos tipos de clasificaciones sencillas se muestran en la Tabla 1, que atiende a las denominaciones de Estados Unidos de América (Clasificación americana) y las utilizadas en Europa (Clasificación internacional).

Tabla 1. Definición granulométrica de los componentes integrantes de tierra fina en suelos.

| Clasificación Americana (μm) | | Clasificación Internacional (μm) | |
|---|---------|---|----------|
| Arenas | 2000-50 | Arenas Gruesas | 2000-200 |
| | | Arenas Finas | 200-20 |
| Limos | 50-2 | Limos | 20-2 |
| Arcillas | <2 | Arcillas | <2 |

Una vez considerada la definición de las diferentes fracciones de suelo es posible abordar la clasificación granulométrica de los suelos en función de las diferentes proporciones posibles de sus componentes. Para llevar a cabo la dosificación de los distintos componentes, o bien para llevar a cabo la dosificación de los suelos, resulta de gran eficacia el empleo de los denominados diagramas texturales triangulares. En la Figura 2, se recoge un diagrama triangular que ilustra la clasificación más sencilla. En este caso hay que hacer notar que las denominaciones de los diferentes suelos se extienden a los predomios respectivos de arenas, arcillas y limos (P. H. Douchafour, 2002).

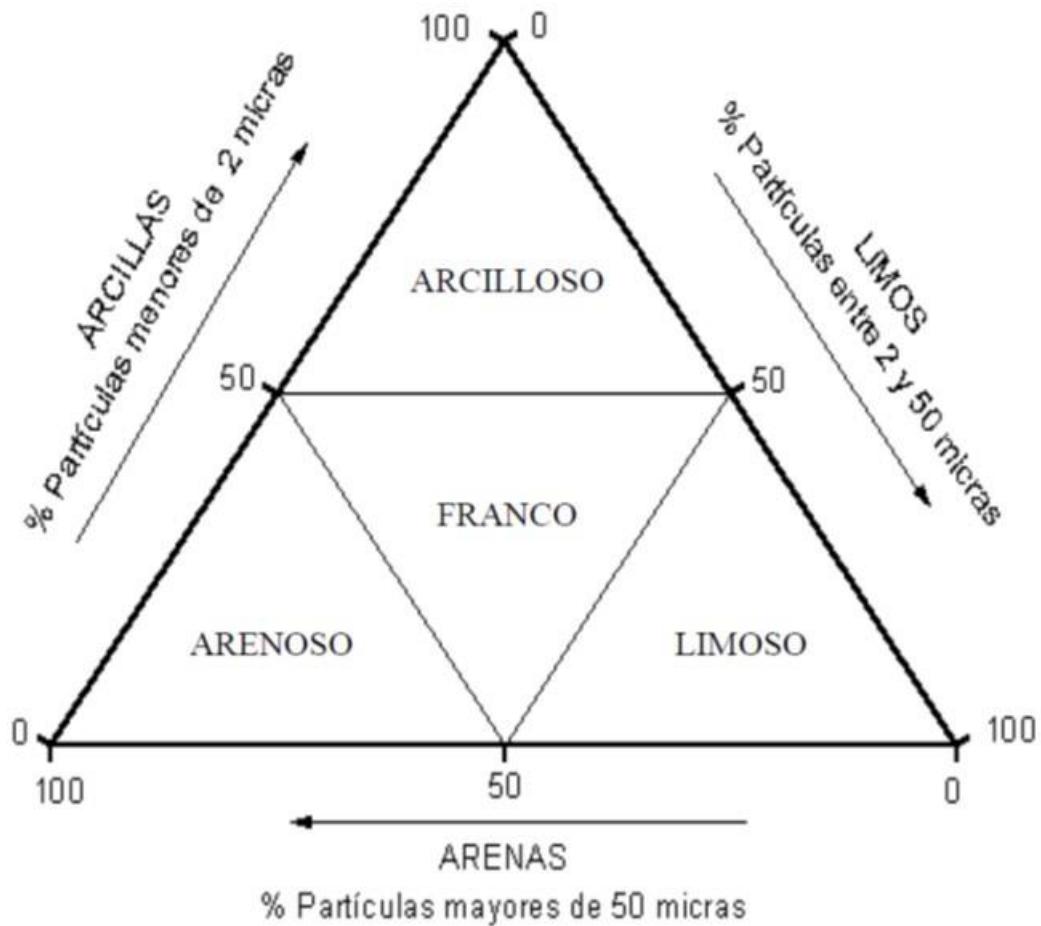





Figura 2. Clasificación granulométrica sencilla para tierras o suelos. Las flechas indican el sentido de lectura de los ejes del diagrama.

En lo que refiere a los tipos de suelos considerados en la clasificación recomendada por el Ministerio de Agricultura de USDA es posible resumir cómo evolucionan las propiedades físicas de las diferentes composiciones según se indica en la Tabla 2.

Por otra parte, los suelos más arcillosos son capaces de adsorber agua hasta un límite en que se transforman en impermeables. Este hecho es debido, mayoritariamente, a su capacidad de compactación por compresión-debida al peso de las capas superiores- y a su capacidad de drenaje –debida a la pérdida de agua por el mismo efecto-. Como se puede observar en la Figura 3, cuanto mayor es la

finura de la textura de un suelo o lo que es lo mismo, cuanto menor es el tamaño de las partículas que integran ese suelo, mayor es la superficie eficaz presentada por dicho suelo. Asimismo, todas las propiedades físicas consideradas (capacidad de adsorción, cohesión y plasticidad) aumentan rápidamente su intensidad a medida que el tamaño de sus partículas se aproxima al estado coloidal (José Ma Storch G. y Tomás G. M., 2004).

Tabla 2: Propiedades del material de acuerdo a su clasificación granulométrica.

| Denominación | Densidad (Tm/m ³) | Permeabilidad (m/día) | Capacidad * (meq/g) | Otras propiedades † |
|--|---|-----------------------|---|---|
| Arenas medias y gruesas $\phi > 5000\mu\text{m}$ | 2,0 – 2,16 | 10 – 100 | 0 |  CRECIENTE |
| Arenas finas y arena + franco $\phi > 2000\mu\text{m}$ | 1,8 – 1,88 | 1 – 10 | 0 | |
| Franco arenoso |  DECRECIENTE | 0,1 – 1 |  CRECIENTE | |
| Franco | | 0,01 – 1 | | |
| Franco arcilloso | | 0,001 – 0,1 | | |
| Arcillas | 1,2 – 1,68 | < 0,001 | 0,03 – 1,50 | |

(*) Referido a la capacidad de adsorción o de intercambio iónico.

(†) Incluye propiedades como superficie específica, plasticidad y cohesión

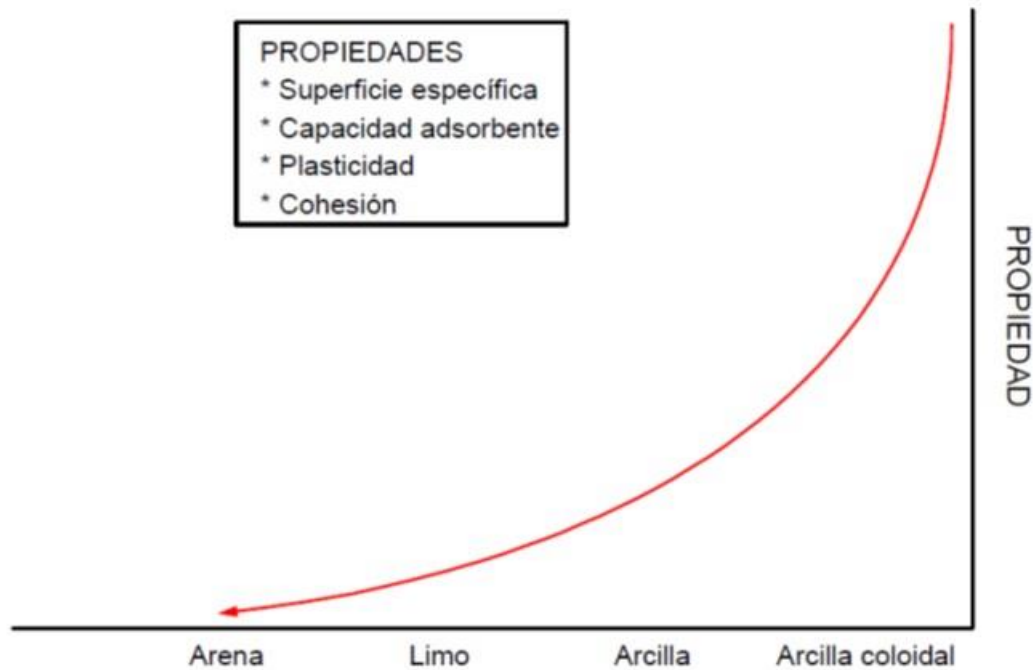


Figura 3. Evolución de algunas propiedades físicas en función del tamaño de las partículas integrantes del suelo.

2.9.2 Preparación de muestras.

El material muestreado experimenta generalmente varios pasos en la preparación antes de que se convierta en un material de referencia. Los pasos necesarios en este proceso pueden incluir el secado, reducción de tamaño de partícula, tamizado, la estabilización y subdivisión/embotellado. En la etapa del diseño del proyecto, debería ser establecido hasta qué punto debe extenderse la preparación de la muestra de acuerdo a las necesidades.

2.9.3 Aplastamiento y trituración de muestras.

A menudo, es necesario el moler a fin de obtener un tamaño de partícula menor. Esta operación, sin embargo, lleva a modificar la muestra, por lo que el tamaño no

se debe de reducir más de lo necesario perdiendo la homogeneidad y aumentando la susceptibilidad a los ataques de los reactivos.

Entre los cambios que pueden sufrir las muestras debido a la trituración o molienda, está el calor generado por dicha operación, provocando que se pierdan compuestos volátiles. Además de este problema, se aumenta el área superficial de la muestra, provocando que el material sea más susceptible a reaccionar con la atmósfera.

También es frecuente que el contenido de agua de la muestra se altere debido también al aumento de área superficial y por ello aumente la capacidad de adsorbancia de la muestra.

2.9.4 Tamizado de un material.

Una forma de separar y medir tamaños de partícula es haciéndolas pasar por mallas o tamices de distintas aperturas (denominado también como luz del tamiz). A este proceso se le conoce como tamizado de una muestra. El tamizado consiste en hacer pasar la muestra por un tamiz de alambre o tela donde sólo pasarán las partículas de un tamaño determinado. Todas las partículas que atraviesen el tamiz tendrán un tamaño menor que su luz.

El procedimiento consiste en hacer pasar por una serie organizada de tamices, de agujeros con tamaños decrecientes y conocidos, desde arriba hacia abajo. El primer tamiz, es el de mayor tamaño y es donde inicia el tamizado. Se tapa con el fin de evitar pérdidas de finos; el último tamiz está abajo y descansa sobre un recipiente de forma igual a uno de los tamices, y recibe el material más fino no retenido por ningún tamiz.

Con sacudidas horizontales y golpes verticales, mecánicos o manuales, se hace pasar el suelo por la serie de tamices, de arriba hacia abajo, para luego pesar por separado el material retenido en cada malla.

Siguiendo esta línea de pensamiento, al utilizar una serie de tamices de aperturas decrecientes apilados, se consigue fraccionar el sistema en muestras de distintos tamaños de partícula. Lo que queda retenido en un tamiz tiene un tamaño de partícula comprendido entre la apertura de dicho tamiz y la del tamiz inmediatamente anterior. De este modo se acotan los intervalos de tamaño de partícula, sirviendo esta operación como una manera de hacer distribuciones de tamaño o como un método de separación.

2.9.5 Homogeneización y subdivisión.

Subdivisión de la muestra sólida.

Consiste en la correcta separación del lote en submuestras las cuales deben de ser representativas del lote. Para ello, es necesario que el lote se encuentre lo más homogéneo posible antes de la subdivisión, ya que esto asegura que el material sea representativo del lote sin importar la submuestra tomada.

Ya sea en tamaño de partícula, molienda, análisis químico, análisis espectroscópico u otro, la incertidumbre del método de análisis se ve gravemente afectada por el método utilizado para la preparación de muestra. Para evitar la existencia de errores introducidos al inicio del análisis, se utilizará un instrumento y/o mecanismos de subdivisión apropiados, mediante el uso de un subdivisor rotatorio o un subdivisor centrífugo (David L. Duewer, *et. al.* NIST, 2004).

2.9.6 Estudio de Homogeneidad.

Se dice que un material de referencia es homogéneo con respecto a una propiedad especificada si el valor de la propiedad, determinado por ensayos en muestras de tamaño especificado, se encuentra dentro de los límites de incertidumbre definidos,

aunque sean tomadas de diferentes unidades de abastecimiento (botellas, paquetes, etc.) o de una sola unidad de abastecimiento (ISO 30, 2015).

Un estudio de homogeneidad es necesario en los proyectos de certificación por lote para demostrar que este mismo es suficientemente homogéneo. Los aspectos para asegurar la calidad del material de referencia yacen en que el material sea representativo del lote para efectos de repetitibilidad.

2.10 Medición de humedad en las muestras.

En este trabajo en particular, se hablará de la humedad o cantidad de agua del lote como una propiedad física que tiene al momento en que fue envasado, haciendo la distinción de que en el caso particular de esta matriz, no será usada directamente para hacer la medición, sino que es necesario que se lleve a cabo previamente un paso de preparación de muestras para que esta matriz sólida de carbón mineral pueda llevarse a una solución acuosa que sea compatible con la técnica de análisis deseada; este paso es crucial ya que usualmente consume muchos reactivos y lleva mucho tiempo; y las determinaciones multielementales son frecuentemente llevadas a cabo usando técnicas espectrométricas tales como la espectroscopía de emisión óptica por plasma inducido acoplado y espectrometría de masas con plasma inducido acoplado (Berghof products+instruments, Alemania, s.f.), las cuales, necesitan que la muestra se encuentre en disolución acuosa para su análisis. Es importante destacar que esta humedad que se reporte, será la base para cualquier medición del tipo analítica para poder hacer la corrección correspondiente y poder reportar resultados en base seca, ya que, como bien es conocido, la humedad, temperatura y presión varía considerablemente de acuerdo a la posición en el globo terráqueo, modificando a su vez el peso real del material al momento de la preparación, dando origen a errores.

Entonces, satisfaciendo las necesidades de la técnica de análisis, se emplean, en este caso, procedimientos de digestión ácida para transferir completamente los

analitos de la fase sólida a la disolución para que así puedan ser llevados al paso de determinación en fase líquida de elementos, objetivo futuro del proyecto llevado a cabo en las instalaciones del CENAM, para la medición de mercurio.

Volviendo al tema de este trabajo, el cual es la preparación y caracterización del material para certificar, se procederá a definir lo que es el contenido de humedad en la muestra y de qué tipo es la que caracteriza este material para que sea incluido en el certificado del material.

Medición de cantidad de agua en los materiales.

Muchos materiales contienen humedad como parte de su estructura, particularmente los materiales orgánicos, sales y cualquier cosa que tenga pequeños poros. La cantidad de agua en estos materiales depende de la humedad del gas que lo rodea y de la temperatura. Cuando la temperatura cambia, el agua migra del material al gas en los alrededores y viceversa. Tal como la condensación, esto puede causar cambios en la humedad medida.

Cualquier material contiene diferentes porciones de moléculas de agua “libres” y diferentes formas de “enlaces” de agua (unión química o física), capilar, atrapada o abultada. Adicionalmente, el agua “libre” puede encontrarse en forma gaseosa, líquida o sólida (Isengard H. D., 1995). El problema a veces es que muchos de los procedimientos analíticos emitidos para la determinación de contenido de agua no se refieren necesariamente a la misma fracción de agua que yace dentro del mismo ambiente molecular.

Estas cuestiones, casi nunca asociadas en el caso de la propagación de la incertidumbre, son particularmente importantes para archivar las condiciones de comparabilidad entre resultados analíticos de diferentes laboratorios (Vassileva & Quetel, 2006), por lo que la medición de la humedad, es un factor muy importante a considerar.

Correspondiente a las diferentes fracciones de agua, hay diferentes métodos de determinación, resultando en diferentes valores cuantitativos.

La temperatura en la cual el agua se evapora depende de su ambiente molecular, el agua libre normalmente se evapora a temperaturas más bajas que en el caso de que se encuentren enlaces de agua. Conforme una muestra pierde agua bajo condiciones de incremento de temperatura, calentando muestras y midiendo los correspondientes cambios en la masa es posible el obtener un indicio de la cantidad de agua presente en diferentes ambientes moleculares (Yazgan, Bernreuther e Isengard, 2006).

Resumiendo estas ideas, se dice que existen entonces 2 tipos diferentes de presencia de agua en un material; la primera, que puede estar dentro de las estructuras de un material, tanto las ligadas de forma libre (que en breve se describirá como agua no esencial), como la segunda, donde el agua se encuentra ligada a la estructura molecular de la materia (agua esencial).

Agua esencial.

El agua esencial es parte integral de la estructura molecular o cristalina de un compuesto en su estado sólido. Por lo tanto, el agua de cristalización en un hidrato sólido estable (por ejemplo, $CaC_2O_4 \cdot 2H_2O$ y $BaCl_2 \cdot 2H_2O$) es calificada como un tipo de agua esencial. El agua de constitución es un segundo tipo de agua esencial y es encontrada en compuestos que producen cantidades estequiométricas de agua cuando es calentada o descompuesta de otra forma. Ejemplos de este tipo de agua se encuentran en el hidrógeno sulfato de potasio o bisulfato de potasio y en el hidróxido de calcio, los cuales alcanzan el equilibrio con la humedad en la atmósfera cuando son calentados. Muchos de estos compuestos pueden llegar a su condición anhidro al calentarlos a 100 ó 120 °C, durante una hora ó dos (Douglas A. S. *et. al.*, 2015).

Agua no esencial.

Es el agua retenida por el sólido como consecuencia de fuerzas físicas. No es necesaria para la caracterización de la composición química de la muestra y, por lo tanto, no se presenta en ningún tipo de proporción estequiométrica.

El agua adsorbida es un tipo de agua no esencial que es retenida sobre la superficie de los sólidos. La cantidad adsorbida es dependiente de la humedad, la temperatura y el área de superficie específica del sólido. La cantidad de agua adsorbida disminuye conforme la temperatura del sólido aumenta y generalmente se acerca a cero cuando el sólido es calentado por encima de los 100°C. Normalmente la adsorción o desorción de humedad ocurre de manera rápida, con un equilibrio que se alcanza después de 5 ó 10 minutos.

Un segundo tipo de agua no esencial es la llamada agua absorbida, la cual está presente en varias sustancias coloidales, como el almidón, las proteínas, el carbón, los minerales de zeolita y el gel de sílice. En contraste con el agua adsorbida, la cantidad de agua absorbida suele ser elevada y llega a presentar hasta 20% o más de la masa total del sólido. Incluso los sólidos que contienen esta cantidad de agua pueden aparentar ser polvos perfectamente secos. El agua absorbida es mantenida como una fase condensada en los intersticios o capilares del sólido coloidal. La cantidad contenida en el sólido es altamente dependiente de la temperatura y la humedad.

La cantidad de agua absorbida varía de manera considerable con las condiciones atmosféricas. Sin embargo, en contraste con el agua adsorbida, el proceso de sorción puede requerir días o incluso semanas para alcanzar el equilibrio, en particular a temperatura ambiente. La cantidad de agua absorbida en un sólido disminuye también conforme el sólido es calentado. Sin embargo, la eliminación completa de este tipo de humedad a 100 °C no es una certeza. Después de que un material ha sido secado durante un periodo prolongado, su peso es aparentemente

constante. No obstante, humedad adicional puede ser removida por un aumento de la temperatura (Douglas A. S. *et. al.*, 2015).

Un tercer tipo de humedad no esencial es el agua ocluida, que es el agua líquida atrapada en las cavidades microscópicas espaciadas de manera irregular a lo largo de los cristales sólidos. Estas cavidades a menudo ocurren en minerales y rocas (y en precipitados gravimétricos).

En este trabajo se medirá sólo la cantidad de agua adsorbida y absorbida en el material, ya que esta será la que en su mayoría caracterizará al material para poder emitir el certificado que se quiere alcanzar en etapas posteriores dentro de la institución donde se realizó este trabajo y, por efectos del proceso por el cual será sometido el futuro material de referencia, no es necesario medir la humedad esencial o ligada molecularmente.

Una vez establecidos los conceptos de humedad, se proponen metodologías que servirán para cuantificar la humedad de la muestra, a través de la operación de secado, por lo que hace falta aún definir estos métodos.

2.10.1 Métodos de medición de Humedad.

La humedad es determinada estableciendo la pérdida de masa del espécimen de análisis de carbón o coque cuando es calentado bajo condiciones controladas rígidamente de temperatura, tiempo, atmósfera, masa del espécimen y especificaciones del equipo (ASTM, 2009).

Los diferentes procedimientos que existen entorno al secado de una muestra, con el fin de establecer su cantidad de agua, está dado por los siguientes:

Secado en horno o estufa.

Es la técnica más empleada de todas, se usa cuando se trata de una cantidad de muestra pequeña, ésta se coloca generalmente en un vidrio de reloj y se introduce en un horno o estufa a alta temperatura (aproximadamente 100 °C -110 °C), durante el tiempo necesario para producir la eliminación completa del agua (4 h a 8 h). Sin embargo se deben de extremar precauciones ya que este proceso puede llevar a pérdidas de masa que no sólo se deben a la evaporación del agua “libre”, sino que también de componentes volátiles (alcoholes, componentes saborizantes, etc.) y agua liberada de la descomposición de componentes debido a las altas temperaturas (reducción de azúcares, carbohidratos, etc.) (AOAC, 1993).

Todo este proceso, se hace hasta llevar al material a una masa constante. Este proceso es en general muy lento donde se pueden requerir desde horas hasta días.

Estos resultados son dependientes del tipo de estufa usada, el tiempo y la temperatura de secado, además de las características del producto. Si es muestra líquida la que se desea analizar, es necesario que la presión parcial de agua en la fase vapor sea inferior a la que alcanza en la muestra. Este método es simple y directo, permitiendo un análisis simultáneo de un gran número de muestras. Durante este proceso se requiere de cuidados para asegurar que la muestra no retome humedad entre el proceso de secado/pesado.

El grado de remoción de humedad se incrementa proporcionalmente con el aumento de temperatura (David Reid, 2006). Sin embargo, a mayores temperaturas se incrementa también la pérdida de otros compuestos volátiles o bien, en algunos casos, la degradación de materia. Por ello es importante escoger la temperatura de secado de acuerdo al tipo de muestra.

Otras alternativas para este proceso para eliminar la humedad, son el uso de hornos de microondas o bien el de uso de lámparas infrarrojas; también se ha mostrado útil el pesar la muestra antes de usarla para poder hacer las correcciones pertinentes en su relación a su peso seco.

Método por secado en estufa de vacío

Consiste en lo mismo que el método de secado por estufa, con la diferencia de que al abatir la presión del sistema, se abate la presión de vapor por lo cual el punto de ebullición del agua se reduce; teniendo como resultado, un incremento en la velocidad del secado.

Secado en termobalanza.

Se evapora de manera continua la humedad de la muestra y se realiza un registro continuo, hasta que la muestra se sitúe en el peso constante. Este método reduce el error de medición del peso ya que se mantiene la muestra expuesta lo menos posible al medio ambiente.

Método de destilación azeotrópica.

Destilación simultánea del agua con un líquido inmiscible en proporciones constantes. El agua es recolectada en un líquido con alto punto de ebullición, como el tolueno (111 °C) o el xileno (137 °C -140 °C). El agua destilada se recolecta en una trampa Bidwell donde se puede medir el volumen obtenido.

Método de Karl Fischer.

Método químico que mide directamente la cantidad de agua en alimentos, evaluando la extensión de una reacción química. Consta del uso de yodo, dióxido de azufre y una amina, imidazol en un alcohol (comúnmente metanol).



Se emplea exceso de dióxido de azufre, piridina y metanol haciendo que la fuerza de la reacción esté determinada por la concentración de yodo. El reactivo es un fuerte deshidratante, por lo que tanto la muestra como el reactivo deben de protegerse contra la humedad del aire.

La titulación puede ser visual o potenciométrica. Siendo visual, el color de la solución cambia de amarillo canario (indicando presencia de agua), hasta el color pardo antes del momento del vire. El valorante se compone de un alcohol (ROH), una base (B), SO₂ y de I₂ en concentración conocida.

Desecación química.

Se lleva a cabo en un desecador resistente al vacío que contiene un agente desecante y suele usarse para alimentos secos. La cantidad de agua eliminada depende del tipo de desecador usado

Desecantes con mayor eficiencia:

- Pentaóxido de fósforo
- Óxido de bario
- Perclorato de magnesio

A este método se le puede acoplar el uso de calentamiento. Los resultados por este método pueden servir como estándar de referencia para calibrar contenidos de humedad de procedimientos más rápidos.

Este trabajo abarcará el desarrollo de los métodos de secado por estufa y secado por agente desecante para la determinación de la humedad en muestras de carbón mineral del lote que será producido y que es reportado en este trabajo.

Capítulo 3: Procedimiento Experimental.

El proyecto inicia desde el día en que se recibieron muestras de carbón mineral que fueron procesadas por otra institución, cuyo origen es la región carbonífera al norte del estado de Coahuila (estado más productivo de carbón a nivel nacional en México). Dicha muestra se recibió en CENAM el día 22 de Noviembre del 2017, donde se realizó el pesado e identificación de las mismas, ver Tabla 3:

Tabla 3: Carbón mineral recibido en el CENAM de COMIMSA en noviembre.

| Carbón procesado en COMIMSA | | | |
|-----------------------------|--|----------|------|
| Identificación | Tamaño correcto de partícula (μm) | Peso (g) | (kg) |
| >30 | $x > 590$ | 21,695.4 | 21.7 |
| >40 | $590 > x > 420$ | 1,396.0 | 1.4 |
| >50 | $420 > x > 297$ | 4,961.4 | 5.0 |
| >60 | $297 > x > 250$ | 3,043.7 | 3.0 |
| >70 | $210 < x < 250$ | 1,126.6 | 1.1 |
| >80 | $177 < x < 210$ | 1,296.6 | 1.3 |
| >100 y finos | $x < 177$ | 12,648.9 | 12.6 |

Cada uno se recibe en su respectiva bolsa y son pesados e identificados para corroborar datos.

Posterior a esto, se procede a, de acuerdo a la bibliografía consultada, definir intervalos de tamaños de partícula del carbón mineral, justo como se revisó en la introducción, al hacer un tamizado con una torre de tamices, ya que se requiere obtener fracciones finas necesarias para producir un lote. A continuación se describe la metodología:

3.1 Tamizado de carbón mineral (determinación de distribución de tamaño de partícula).

Como se pudo observar en el apartado de tamizado de una muestra, al agregar secuencialmente los tamices, en forma de torre, de forma descendiente por tamaños, se asegura que el material que se está procesando, tenga una determinada distribución del tamaño de partículas entre la apertura del tamiz de arriba y el tamiz próximo.

El procedimiento a seguir para la correcta y adecuada separación de la muestra de carbón mineral, es, dado que es de interés obtener fracciones finas y una distribución acotada (ya que es de acuerdo al uso propuesto por la institución CENAM), emplear la cantidad máxima que el aparato de tamizado permita, con el tamaño de tamiz lo más centrado en obtener fracciones finas, esto es, como explica la Tabla 4:

Tabla 4: Distribución de tamaños de partícula que se empleará.

| Características de los tamices | |
|--------------------------------|---------------------------------------|
| Tamaños de malla | Tamaño de partícula (μm) |
| 60 | 250 |
| 70 | 210 |
| 80 | 177 |
| 100 | 150 |
| 120 | 125 |
| 170 | 90 |
| 200 | 75 |
| 230 | 63 |
| Fondos | <63 |

De acuerdo a la Tabla 4, se hace destacar el arreglo de tamices y que la muestra de interés se encontrará atrapado en el tamiz 100.

Se observa que los intervalos de tamaños de partícula quedan distribuidos de acuerdo a la Tabla 5 y las Figuras 4 y 5:

Tabla 5: Distribución de tamaños de partícula.

| Tamiz usado | Distribución de partícula obtenida (μm) |
|------------------------------|--|
| No. 70 (210 μm) | $210 < x < 250$ |
| No. 80 (177 μm) | $177 < x < 210$ |
| No. 100 (150 μm) | $150 < x < 177$ |
| No. 120 (125 μm) | $125 < x < 150$ |
| No. 170 (90 μm) | $90 < x < 125$ |
| No. 200 (75 μm) | $75 < x < 90$ |
| No. 230 (63 μm) | $63 < x < 75$ |
| Fondos (<63 μm) | $x < 63$ |

Como es de observar en la Tabla 5, la distribución de tamaño de partícula obtenida en el tamiz del No. 100, se obtiene una distribución de $150 < x < 177 \mu\text{m}$.



Figura 4. Arreglo de tamices que será usado para el tamizado 1 (izquierda) y

Figura 5. Arreglo de tamices para el tamizado 2 (derecha).

El equipo empleado para hacer dicha actividad de separación con los tamices es un equipo tamizador de polvos marca Tyler con capacidad máxima de 8 tamices, los cuales serán llenados a no más de una capacidad del 75 % (ver Figura 6).



Figura 6. Configuración de torre de tamices y tamizador de polvos Tyler.

La operación de este equipo (Figura 6), es en movimientos laterales con golpeteo por un martillo para asegurar el paso de la muestra a través de las mallas. Cuenta el equipo además, de un temporalizador con el cual se ajusta el tiempo que se realizará esta operación de tamizado por lotes.

Para asegurar que no haya contaminación en el lote, se hace uso de equipo especial para el operario, el cual consistirá en un traje especial antipelusa junto con el uso de goggles y mascarilla para polvos con el fin de no contaminar y aportar protección a la persona, ya que se trata con polvos finos del orden de micras (Figura 7).



Figura 7. Traje usado por la persona que llevará a cabo el tamizado.

De acuerdo a la Figura 7, se hace uso de traje completo, mascarilla, guantes de nitrilo, lentes de seguridad y botines para evitar contaminación de cualquier tipo al material y como protección para la persona.

Adicionalmente se realizan adaptaciones al laboratorio en la cual se realiza esta operación con el fin de preservar la limpieza (Figura 8).



Figura 8. Adaptaciones realizadas al cuarto de molienda.

Cada una de las fracciones obtenidas será separada en bolsas de plástico y debidamente etiquetadas para los pasos posteriores de homogenización y envasado del carbón mineral en la cámara de atmósfera controlada.

3.2 Molienda/Pulverización de material de Carbón mineral.

Desarrollando este trabajo, se hizo notorio que no se obtendrían a través del tamizado de la bolsa con tamaño <100 y finos, cantidad suficiente de material para lograr el número de unidades deseadas para envasar y certificar, el cual es de 250 unidades como mínimo de un intervalo de tamaño de partícula de 150 μm a 177 μm (correspondiente a lo atrapado debajo de la malla 80 pero arriba de la malla No. 100).

Por ello se hizo necesario durante la preparación del material, el realizar adicionalmente, operaciones de molienda de material, el cual será tamizado y añadido a las cantidades obtenidas entre un primer, segundo y tercer proceso de tamizado efectuado a diferentes fracciones de material del lote completo.

Para ello se hace una evaluación rápida con 2 métodos distintos de molienda.

-Molienda de un material con un molino rotatorio.

-Molienda manual.

En ambos casos es de considerarse el factor de contaminación y posibles pérdidas de analito, ya que se le da un tratamiento a la muestra que puede prestarse a cambios. La metodología a seguir de cada una viene descrita de la siguiente forma.

3.2.1 Molienda de un material con un molino rotatorio.

El material empleado consiste en el molino Pulverisette 14, marca Fischer, una balanza y las mallas que servirán para separar el material, del número 0.2, 0.5 y 0.08 (ver Figura 9).



Figura 9. Molino rotatorio Pulverisette 14

El molino Pulverisette (Figura 9), consiste en una serie de cuchillas rotatorias, las cuales hacen contacto con una malla de un tamaño de poro específico asegurando sólo el paso de un tamaño de partícula del material.

La materia prima empleada para la molienda es una fracción que fue separada de carbón en el paso de tamizado del lote. Adicionalmente, se emplea el equipo de protección para el operario.

El procedimiento con el molino es el siguiente:

- Encender el equipo de molienda
- Introducir la muestra por la fuente de alimentación.
- Esperar a que se triture y pase la muestra por la malla del molino, donde, mientras más pequeño sea el tamaño de la maya, menor será el tamaño de partícula en general obtenido.
- Realizar un tamizado por cada prueba, con el fin de calcular recuperación de material, y decidir si es conveniente o no usar este método de molienda.

-Realizar los cálculos correspondientes a cuánto material se obtendría si se realizase en su totalidad esta operación de molienda.

-Evaluar de forma cualitativa las características del material: si sufre alguna especie de cambio físico, o bien, si hay alguna modificación importante como lo es la temperatura que alcanza el material al ser procesado o la generación de polvos al usar el molino.

Dicho esto, los cálculos para determinar el porcentaje de recuperación después de cada proceso de molienda serán los siguientes:

$$\begin{aligned} & \% \text{material recuperado por tamiz} \\ & = \frac{\text{Cantidad de carbón obtenida en el tamiz (g)}}{\text{Cantidad total que se obtuvo en todos los tamices (g)}} * 100 \end{aligned}$$

Una vez realizado esto, se puede hacer el cálculo de cuánto se puede obtener al realizar dicha operación con la siguiente ecuación:

$$\begin{aligned} & \text{material por tamiz obtenido} \\ & = \frac{\% \text{material recuperado por tamiz}}{100} * \text{Total que se desea moler (g)} \end{aligned}$$

Con esta ecuación, se establece cuánto se obtiene en cada tamiz y posterior a esto, poder hacer los cálculos de cuántas unidades se pueden producir de 20 g cada una al hacer la respectiva división.

3.2.2 Molienda manual.

Material empleado:

Charola de acero inoxidable de grado alimenticio

Mazo de acero inoxidable grado alimenticio.

Equipo de seguridad para la persona que realiza la molienda.

El proceso consiste en mantener todo lo más limpio posible, al limpiar la charola y el mazo con jabón, agua y para eliminar grasas y cualquier otra sustancia que quede, ácido fosfórico al 10%, el cual es muy efectivo y no ataca al acero.

La molienda a mano se lleva a cabo con el uso del mazo, aprovechando la facilidad del carbón para quebrarse y producir partículas más pequeñas con movimientos giratorios y con baja fuerza, para evitar calentamiento de la muestra, y, por ende, pérdida del analito (Figura 10).



Figura 10. Molienda de carbón mineral en charola de acero.

El procedimiento a seguir para ambos casos de molienda consiste en pesar una muestra dada de carbón, darle el tratamiento de molienda, tamizar, y cuantificar porcentajes de recuperación y estimar cantidades que se obtendrían si es que se

decide realizar este proceso, tanto de distribuciones de partículas, como de unidades que se podrían producir de esta.

Al final, los dos métodos de molienda serán comparados y se decidirá, cuál de los dos es el más adecuado y se le dará seguimiento para la producción del lote de carbón que será envasado.

Siguiendo esto, el paso a continuación, será el de la limpieza de los contenedores que servirán como contenedor final del lote del candidato a material de referencia de carbón mineral.

3.3 Limpieza de los contenedores de la muestra.

Es necesario el asegurar que los contenedores del material de referencia se encuentren limpios y secos, y que el material depositado dentro de estos, es el mismo y no contiene algún otro residuo o contaminante.

Para ello se sigue un procedimiento específico de carácter interno, siguiendo los protocolos de gestión de calidad interno del CENAM, el cual se encuentra en la base de datos bajo el nombre: 600-AC-IT.008 “Limpieza del material utilizado en la Dirección General de Metrología de Materiales”.

Este procedimiento establece los siguientes pasos:

Limpieza de material de vidrio nuevo

- 1.-Enjuagar el material con agua mínimo 3 veces con la finalidad de eliminar el polvo que pudiera haber.
- 2.-Dejar el material en jabón libre de fosfatos durante 24 h, con la finalidad de que se eliminen las grasas del proceso de fabricación del material.
- 3.-Enjuagar con agua perfectamente hasta eliminar completamente el jabón

4.-Se prepara una disolución de ácido nítrico al 20 % y con esta misma se limpian los contenedores; esta disolución se puede emplear hasta 5 veces para la limpieza de material.

5.-Se enjuaga el material con agua de medición por lo menos 5 veces eliminando el jabón y se llenan los contenedores con este ácido dejándolos reposar por lo menos durante 12 horas en la campana de extracción.

6.-Seguido de esto, se retira todo el ácido colocándolo en un recipiente adecuado, ya que este ácido, como se mencionó, puede usarse hasta 5 veces con este propósito de limpieza. Mientras tanto, se enjuaga el material con agua de medición 5 veces más y es puesto el material a secar bajo flujo laminar, recordando que el primer enjuague del ácido con agua debe de ir a residuos, ya que contiene aún trazas de ácido.

7.-Una vez seco el material bajo el flujo laminar, y debido a la naturaleza de lo que se quiere analizar, que es el mercurio, estos contenedores adicionalmente son introducidos en una estufa a 70 °C, con el fin de eliminar cualquier compuesto volátil que pudiera quedar en el material. Finalmente, son cerrados los frascos dentro de la estufa y debidamente guardados en doble bolsa, listos para entrar en la cámara de ambiente controlado, donde se realizará el envasado del material de carbón mineral.

3.4 Empacado de muestras representativas del lote.

Como parte del trabajo, es necesario asegurar que no se contamine el material con algún agente externo del medio ambiente, razón por la cual, el proceso de envasado se llevará a cabo dentro de una atmósfera inerte, lograda gracias a una cámara especial que permite el control del gas que rodee el material, en este caso se empleará, argón.

Cámara de guantes con atmósfera controlada.

Está compuesta por una cámara que mantiene un ambiente sin escapes para que los experimentos puedan llevarse a cabo bajo condiciones controladas, tales como niveles bajos en oxígeno y humedad, con presión positiva o negativa, o en presencia de un gas inerte. Estas son empleadas ampliamente en la preparación de materiales de referencia inorgánicos, orgánicos, organometálicos y bioquímicos.

Los materiales que serán usados para el envasado del carbón mineral son los siguientes:

- Cámara de ambiente controlado
- Carbón mineral del tamaño de partícula que se va a emplear como candidato a material de referencia, previamente homogeneizado
- Frascos con tapa limpios
- Gas Argón

Llegados a este punto, ya establecido el punto de dónde se realizará el envasado, es necesario introducir la metodología y los cálculos que se deben de seguir para poder describir lo que es la homogenización del material, ya que este paso es más que esencial para la certificación del material, y va muy de la mano con el envasado del material, ya que debe homogenizarse todo el material primero antes de envasar y, además, envasarse el material en ese mismo momento para evitar algún tipo de gradiente y por ello una no-homogeneidad, la cual daría origen a muchos problemas para la certificación de este material que se está desarrollando.

3.5 Homogenización.

Como ya se mencionó, previo al envasado de la muestra de carbón mineral, y sin embargo de forma muy estrecha, se debe de asegurar que el material desarrollado

para candidato a material de referencia se encuentre completamente homogéneo y envasarlo al momento, tal como se vio en el apartado de antecedentes donde un requisito de un material de referencia es el ser homogéneo de acuerdo a la guía ISO 34 sobre los requisitos generales para la competencia de productores de materiales de referencia.

Para ello, haciendo uso de un procedimiento interno del CENAM 620-AC-P.541, conocido internamente como “Procesamiento de materiales de referencia de matriz natural”, se establece que se procederá de la siguiente manera:

La etapa de homogenización se lleva a cabo en 2 pasos:

- 1.-Homogenización en 3 dimensiones durante 2 horas.
- 2.-Uso del sistema de vibración y división rotatorio.

Esta primera parte consiste en una constante agitación durante 2 horas de todo el lote que se desea envasar en las tres direcciones de los ejes, es decir agitación sobre eje “x”, “y” y “z”. Con la finalidad de que las partículas más pesadas (las cuales se encuentran en los fondos, por definiciones de densidad de cualquier material), se distribuyan en todo el lote, lo mismo pasa con las partículas más finas de la distribución de tamaño de la muestra, resultando en un lote uniforme en cuanto a la distribución de tamaños a diferentes alturas del lote.

La segunda parte de la homogenización se resume en los siguientes pasos:

- 1.-Se divide la muestra de acuerdo a los frascos calculados para el divisor (los cuales se muestra el cómo se realizan en breve).
- 2.-Se hace una segunda división de cada frasco que se obtuvo del paso 1, obteniendo una cantidad determinada de frascos, la cual se vuelve a mezclar de acuerdo a la Tabla 9, de esta manera, se asegura que todo está perfectamente homogéneo tal como establece el procedimiento interno del CENAM 620-AC-P.541 “Procesamiento de materiales de referencia de matriz natural”.

3.-Se hacen las respectivas divisiones de acuerdo a los cálculos que se revisan más adelante y que son fundamentales de realizar primero antes que cualquier operación de homogenización, para así obtener los pesos y número de muestra deseados, ya que, como se hará hincapié, se pueden obtener resultados diferentes por el sólo hecho de elegir un tipo de cabezal diferente para el divisor rotatorio.

3.5.1 Herramientas necesarias para calcular el número de unidades que se pueden obtener.

Según lo que se requiere producir, al dividir el peso total de carbón mineral disponible en el tamaño de partícula de forma que se produzcan unidades de 20 g, se obtiene la Tabla 6:

Tabla 6. Unidades máximas que se podrían producir.

| Total de carbón mineral disponible (g) | Tamaño de partícula (µm) | Peso de cada unidad producida | Unidades máximas que se pueden producir |
|--|--------------------------|-------------------------------|---|
| 5578.86 | 150 < x < 177 | 20 | 278.94 |

El cálculo se muestra en la siguiente ecuación.

$$\text{Unidades que se producen} = \frac{5578.86 \text{ g}}{20 \text{ g}} = 278.943 \text{ unidades}$$

Sin embargo, estas unidades son considerando que se hace una división totalmente perfecta de la muestra (es decir, pesando exactamente cada una 20 g), sin pérdidas, y, además, teniendo el equipo necesario para hacer esta división, lo cual no significa necesariamente que se cuente con él en el laboratorio.

Considerando estos factores, y que sólo se cuentan en el laboratorio con divisores de 8 cabezales, se consideran entonces los siguientes procesos de división:

Los cálculos para un divisor de 8 frascos al realizar 3 divisiones sucesivas vienen dados por la Tabla 7.

Tabla 7. Cálculo de peso de muestras para cada subdivisión del lote con un cabezal de 8 subdivisiones.

| | Contenido de cada frasco (g) | | |
|-------------------|------------------------------|------------------|------------------|
| Muestra total (g) | Primera división | Segunda división | Tercera división |
| 5578.86 | 697.35 | 87.16 | 10.89 |

$$\text{Primer división} = \frac{5578.86 \text{ g}}{8} = 697.35 \text{ g}$$

$$\text{Segunda división} = \frac{697.35 \text{ g}}{8} = 87.16 \text{ g}$$

$$\text{Tercer división} = \frac{87.16}{8} = 10.89 \text{ g}$$

Frascos totales que se obtienen de 10.89 g = 8 x 8 x 8 = 512 frascos en total

Es importante hacer notar que en cada división, se obtienen por cada división 8 frascos con el peso descrito, por lo que al final de la 3ra división, se logra lo equivalente a 512 frascos de 10.89 g cada uno. Esto hace necesario mezclar 2 frascos de esta última división para completar los 20 g.

Entonces cada frasco al final al envasar será de:

$$10.89 \text{ g} + 10.89 \text{ g} = 21.79 \text{ g}$$

Con estos datos, se hacen los cálculos de las unidades que salen al emplear esta metodología para homogenizar.

Ya que son necesarios 2 frascos de 10.89 g para conseguir uno de 20 g, se puede inferir claramente que:

$$\text{Frascos de 20 g obtenidos de última división} = \frac{8}{2} = 4$$

A partir de aquí, cada subdivisión es en múltiplos de 8 (ya que se divide todo en 8 fracciones por división) los frascos de las divisiones superiores, tal como sigue:

$$8 \text{ fracciones} \times 4 \text{ frascos que se consiguen de cada una} \\ = 32 \text{ unidades de la segunda división}$$

$$8 \text{ fracciones} \times 32 \text{ unidades obtenidas de la segunda división} \\ = 256 \text{ unidades en total}$$

O lo que es equivalente a:

$$\frac{512 \text{ frascos}}{2} = 256 \text{ unidades de } 20 \text{ g aproximadamente}$$

A continuación se hace un resumen en la Tabla 8 de cada peso obtenido por subdivisión empleando el divisor rotatorio de muestras.

Tabla 8. Resumen de las unidades que se obtienen al usar un divisor de 8 cabezales:

| Unidades obtenidas de la tercera división | Unidades obtenidas por la segunda división | Unidades obtenidas de la primera división | Peso de cada unidad (g) |
|---|--|---|-------------------------|
| 4 | 32 | 256 | 21.79 |

Analizando todo este proceso, se hace un breve resumen:

Se vacía la muestra de aproximadamente 5.57 kg en un contenedor de 50 L bien sellado y es puesto en marcha en el homogeneizador durante 2 horas.

Usando el sistema de homogenización por vibración y división rotatoria Laborette 27 marca Fritsch acoplado con el alimentador vibrador en canal con forma en V, se llevan a cabo las acciones de división de muestra siguiendo el procedimiento 620-AC-IT.038 “Encendido, apagado y operación del equipo vibrador y divisor de polvos” (Figura 11).



Figura 11. Divisor simple con alimentador vibratorio acoplado marca Fritsch.

Una vez obtenidos los primeros 8 frascos, se procede a dividir cada uno en 8 frascos más:

Tabla 9. Representación de cada frasco antes de homogenizar y dividir en el subdivisor rotatorio de 8 cabezales 2 veces.

| Por cada lote, se obtienen 8 unidades más (segunda división, 87.16 g cada uno) | | | | | | | | Contenido de cada frasco |
|---|----|----|----|----|----|----|----|-------------------------------|
| 1a | 1b | 1c | 1d | 1e | 1f | 1g | 1h | 1a2b3c4d5e6f7g8h |
| 2a | 2b | 2c | 2d | 2e | 2f | 2g | 2h | 1b2c3d4e5f6g7h8a |
| 3a | 3b | 3c | 3d | 3e | 3f | 3g | 3h | 1c2d3e4f5g6h7a8b |
| 4a | 4b | 4c | 4d | 4e | 4f | 4g | 4h | 1d2e3f4g5h6a7b8c |
| 5a | 5b | 5c | 5d | 5e | 5f | 5g | 5h | 1e2f3g4h5a6b7c8d |
| 6a | 6b | 6c | 6d | 6e | 6f | 6g | 6h | 1f2g3h4a5b6c7d8e |
| 7a | 7b | 7c | 7d | 7e | 7f | 7g | 7h | 1g2h3a4b5c6d7e8f |
| 8a | 8b | 8c | 8d | 8e | 8f | 8g | 8h | 1h2a3b4c5d6e7f8g |
| 64 frascos en total después de la segunda división | | | | | | | | 8 Frascos al volver a mezclar |

Fuente: CENAM, procedimiento 620-AC-P.541.

Este proceso de subdivisión y mezclado asegura en gran medida que las muestras son representativas del lote completo, sin embargo se vuelve a realizar un mezclado y subdivisión para obtener el lote final homogeneizado.

Para asegurar homogeneidad, se mezclan de nuevo estos 8 frascos, para obtener 1 lote y se vuelve a hacer división en 8 submuestras en total de acuerdo a la Tabla 10:

Tabla 10. Representación de la muestra en cada frasco al homogenizar.

| | | | | | | | | Frasco al mezclar |
|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-------------------|
| 1a | 2a | 3a | 4a | 5a | 6a | 7a | 8a | 1a1b1c1d1e1f1g1h |
| 8b | 1b | 2b | 3b | 4b | 5b | 6b | 7b | 2a2b2c2d2e2f2g2h |
| 7c | 8c | 1c | 2c | 3c | 4c | 5c | 6c | 3a3b3c3d3e3f3g3h |
| 6d | 7d | 8d | 1d | 2d | 3d | 4d | 5d | 4a4b4c4d4e4f4g4h |
| 5e | 6e | 7e | 8e | 1e | 2e | 3e | 4e | 5a5b5c5d5e5f5g5h |
| 4f | 5f | 6f | 7f | 8f | 1f | 2f | 3f | 6a6b6c6d6e6f6g6h |
| 3g | 4g | 5g | 6g | 7g | 8g | 1g | 2g | 7a7b7c7d7e7f7g7h |
| 2h | 3h | 4h | 5h | 6h | 7h | 8h | 1h | 8a8b8c8d8e8f8g8h |

Fuente: CENAM, procedimiento 620-AC-P.541

De esta manera, se logra asegurar de acuerdo al procedimiento 620-AC-P.541, que cada frasco sea representativo de toda la muestra de carbón mineral.

Una vez que se obtienen las fracciones completamente homogeneizadas, se procede a realizar el envasado en lo que será la presentación final del producto del

lote dentro de la atmosfera controlada como se estableció en el punto 3.4 sobre el empaclado de muestras representativas del lote.

3.6 Envasado de los frascos.

Este proceso va de la mano con el de la homogenización de la muestra de carbón mineral, ya que, conforme se van obteniendo los 8 frascos de las últimas subdivisiones, se va envasando dentro de la cámara de ambiente controlado, bajo una atmósfera inerte de argón (como se estableció en el punto 3.4), en los frascos de vidrio color ámbar que previamente se limpiaron de acuerdo a lo descrito anteriormente en el punto 3.3, sobre limpieza de los contenedores de muestra.

El envasado consiste en el vaciado de la muestra de 2 frascos de la tercera división del subdivisor de muestras de 8 cabezales, en el frasco final que servirá como material de referencia al certificar los valores de Hg, los cuales, como ya se analizó anteriormente, cada uno pesa 10.89 g, dando como resultado 21.79 g en cada frasco, cerrándolos, identificándolos por orden de envasado y cerrados cada uno con un sello termoplástico con una pistola de aire caliente.

Estos frascos se encuentran entonces, listos para ser etiquetados y empacados dentro de bolsas aluminizadas (Mylar®), con la presentación final para venta a los clientes del CENAM una vez que se termine la certificación de este lote.

3.6.1 Etiquetado de frascos de muestra de carbón mineral y sellado al vacío en bolsa mylar.

Parte del proceso de un material de referencia, es el correcto etiquetado e información de las etiquetas de un material, lo cual está establecido en la norma ISO 31.

Se procede a etiquetar tanto el frasco con la muestra como la bolsa Mylar® donde se almacenará al vacío el material siguiendo la ISO 31 que establece que el material debe de tener el nombre de lo que se requiere envasar, la institución, responsable

del material, la identificación de la institución que le da a este material y el contenido del frasco.

Una vez etiquetado el frasco, se procede a sellar el material dentro de una bolsa aluminizada conocida como Mylar®, al vacío en una selladora Audiovac 93, la cual aplica el vacío y hace el sellado. Este proceso se repite para cada uno de los frascos hasta obtener el lote calculado de 256 frascos con el divisor de 8 cabezales.

Este material se encontrará entonces en las condiciones de venta, sin embargo quedan aún la incertidumbre de las propiedades del material de interés para las mediciones analíticas a las que será expuesto al momento de llegar al cliente final, por lo que se comienza a desarrollar y describir la metodología para dar la caracterización de una propiedad muy importante para las mediciones analíticas: cantidad de humedad en la muestra.

3.7 Humedad de una muestra.

Continuando con el proceso de caracterización del material, se hace la medición de humedad por el uso de tres métodos diferentes, ya que se desea conocer y saber cuál es el mejor método para evaluar la cantidad de humedad de la muestra; sin embargo, primero para esto es necesario revisar tanto el proceso a seguir en general, como las herramientas que se van a emplear para dichos métodos. Todo proceso de medición de humedad de las muestras sigue el estricto control del

El proceso de secado de material en general, donde el cálculo de humedad de la muestra deriva del proceso de secado, consiste en 2 pasos:

- Obtener peso constante en el contenedor vacío que se usará, el cual, en este caso son pesafiltros de borosilicato.
- Pesar la cantidad de masa que se desea secar en el contenedor a peso constante y obtener peso constante de las muestras de carbón mineral mediante alguno de los métodos de medición de humedad que se revisaron en el punto 2.10.

Una vez dicho esto, se revisan las herramientas para poder obtener los datos que se necesitan.

Herramientas necesarias para medir humedad:

- a) Cálculos para la corrección por empuje del aire
- b) Definición de peso constante
- c) Modelo de cálculo de humedad de la muestra

Medición de peso constante en una muestra.

3.7.1 Correcciones por empuje de aire.

Dado el nivel de medición que se realiza, es necesario considerar el efecto del aire en el peso, ya que es un fluido con densidad, ejerce peso en las muestras, por lo cual debe de considerarse al realizar estos cálculos de humedad en las muestras. Para realizar esta medición es necesario contar primero con los valores correspondientes de masa, temperatura, humedad y presión corregida, estos cálculos son sencillos y se revisan en el certificado de la balanza, termopar y medidor de presión y humedad que se emplean en la medición, sumando o bien, restando las correcciones correspondientes dependiendo del certificado. Posteriormente, se realiza el cálculo de densidad del aire, este valor es de importancia ya que produce un efecto de empuje de aire, el cual modifica el peso de lo que se esté midiendo, por lo que hay que corregir y estos valores, están determinados por las siguientes ecuaciones:

Calculo de densidad del aire

$$\rho_a = \frac{0.348444p - h_r(0.00252t - 0.020582)}{(273.15 + t)}$$

Donde:

ρ_a = Densidad del aire (kg/cm³)

p = Presión corregida (hPa)

h_r = Humedad relativa corregida (%)

t = Temperatura corregida (°C)

Mientras que para calcular la corrección de una masa cualquiera, sometida a condiciones ambientales por empuje de aire:

Masa corregida por efecto de empuje de aire

$$m_c = \frac{\left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_{ref}}\right)}{\left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_x}\right)}$$

Donde:

m_c = masa corregida considerando empuje de aire (g)

ρ_a = densidad del aire (g/cm³)

ρ_{ref} =densidad de la masa patrón (g/cm³)

ρ_x =densidad del material que se está pesando (g/cm³) (en caso de pesafiltros, borosilicato, en caso de pesar el carbón, la densidad de este mismo).

3.7.2 Criterio de Peso constante.

Una vez definidos estos cálculos, se pueden realizar mediciones de peso y calcular para cada uno su respectiva corrección, ya obtenidos estos valores, se procede a calcular la diferencia entre los valores tomados a un tiempo t y un tiempo $t+1$ entre cada registro de dato de medición al pesar.

Ejemplo:

Masa de pesafiltro con corrección por empuje de aire al tiempo 0= 53.02478 g

Masa de pesafiltro con corrección por empuje de aire al tiempo 1= 53.00478 g

La ecuación correspondiente a este cálculo sería:

$$\text{Criterio de Peso constante} = m_{ct} - m_{ct+1} \leq 0.0001 \text{ g}$$

Donde:

m_{ct} = Masa de muestra al tiempo t (g)

m_{ct+1} = Masa de muestra al tiempo t+1 (g)

El valor de este criterio debe de ser:

$$\text{Criterio de peso constante} = \text{Valor absoluto} [\leq 0.0001 \text{ g}]$$

Este será el indicador de que el material se encuentra en peso constante, tanto para los recipientes, como para la muestra que se esté pesando.

Por lo que según el ejemplo y aplicando el criterio recién visto:

$$\text{Criterio de peso constante} = 53.02478 - 53.00478 = 0.02000 \text{ g}$$

Por lo que aún no se cumple con el criterio de peso constante y es necesario seguir repitiendo el proceso de secado.

Una vez llegados a peso constante, es necesario realizar los cálculos correspondientes a la humedad contenida en la muestra.

Se observa que la metodología a seguir para nuestros experimentos se encuentran condiciones especiales para cada uno, sin embargo, para todos los experimentos se sigue un mismo procedimiento general, el cual consiste en:

- Llevar primero a peso constante los pesafiltros vacíos
- Una vez hecho esto, inmediatamente pesar 1 gramo de muestra para dar seguimiento al secado en estufa de la muestra aplicando este mismo criterio de peso constante.
- Una vez conseguido el peso constante en la muestra, hacer el cálculo de humedad de esta misma.

3.7.3 Modelo de cálculo de humedad en una muestra.

Una vez que se tiene tanto el recipiente como la muestra en peso constante, se puede realizar el cálculo de la humedad en la muestra.

Esto es de acuerdo a la siguiente ecuación:

$$\% \text{ humedad} = \frac{m_H - m_{H-1} - \overline{m}_b}{m_H} * 100$$

Donde:

% humedad= fracción de masa de agua en carbón mineral expresada en porcentaje

m_H =Masa húmeda de la muestra al tiempo t (g)

m_{H-1} = Masa de muestra después de un tiempo t (g)

\overline{m}_b = Masa promedio de los blancos usados (g)

Al final todos los resultados son graficados e interpretados junto con las condiciones de humedad ambiental para poder analizar si es que hay alguna relación con el comportamiento ambiental.

Ahora bien, se han descrito las herramientas y el procedimiento en general que serán empleadas en los experimentos, por lo que ahora se estudiará la metodología a seguir en cada uno de estos, ya que como se ha revisado hasta ahora, se proponen diferentes metodologías con el fin de encontrar la más adecuada y poder comparar si existen diferencias para poder aplicar la más adecuada y obtener un valor de humedad en el lote.

3.8 Desarrollo de métodos de medición de humedad aplicados en carbón mineral.

Como antes se mencionó, se llevarán a cabo 5 experimentos que brindarán amplia información para este lote que se producirá. Estos experimentos son los siguientes:

- a) Medición de humedad de muestra de carbón mineral en agente desecante.

- b) Medición de humedad de muestras expuestas a condiciones ambientales de laboratorio. Este se divide en 2 a su vez:
 - ✓ Exposición de muestra al ambiente con condiciones de laboratorio monitoreadas.
 - ✓ Secado de muestra de carbón mineral en estufa a condiciones de norma ASTM D5142-09 *“Standard test methods for proximate analysis of the analysis simple of coal and coke by instrumental procedures”*.

- c) Medición de humedad de carbón mineral de acuerdo a norma ASTM D5142-09 y certificado NIST para carbón sub-bituminoso.

- d) Evaluación de la robustez del método de medición de humedad seleccionado al final con respecto a la temperatura de secado y aplicación al lote completo.

Material a usar:

- Balanza Sartorius modelo MSA225S con resolución 0.01 mg (0.00001 g).
- Pesafiltros de borosilicato marca Kimax de 40 mm de diámetro y 50 mm de altura.
- Estufa.
- Desecador.
- Agente desecante, Perclorato de magnesio.

3.8.1 Peso constante de contenedores de muestra.

Ya se revisó anteriormente el concepto de criterio de peso constante, por lo cual ahora se procede a definir la metodología que se va a seguir para llegar a conseguir este criterio. Esta metodología es necesaria para los 5 experimentos, los cuales consisten en saber el peso seco de los contenedores para la medición de humedad a las condiciones en que se requiere medir el material para así, eliminar la variable de cantidad de agua en el contenedor.

El material empleado como ya se había mencionado, es el vidrio de borosilicato, el cual presenta una buena resistencia térmica y por lo tanto, estos pesafiltros son buenos para este propósito de medir humedad. El proceso de llevar este material a peso constante es el siguiente:

- 1.-Verificar la balanza usando las pesas de 50 y 100 g
- 2.-Medir el peso inicial de los pesafiltros de borosilicato registrando los datos como se describe en la siguiente Tabla 11:

Tabla 11. Datos a registrar para la medición de peso constante.

| Identificación | Hora | Deriva | Peso (g) | Deriva | T (°C) | P (hPa) | H _R (%) |
|----------------|------|--------|----------|--------|--------|---------|--------------------|
|----------------|------|--------|----------|--------|--------|---------|--------------------|

3.-Con la estufa en condiciones de medición (a 107 °C), se introducen los pesafiltros destapados haciendo uso de guantes de algodón y pinzas (con el fin de no entrar en contacto directo con el material). La temperatura de 107 °C se elige con base a que estas son las condiciones de la norma ASTM D5142-09 “*Standard test methods for proximate analysis of the analysis sample of coal and coke by instrumental procedures*” y la del certificado del NIST para carbón sub-bituminoso, que reportan este valor como el indicado para realizar estas mediciones. Los pesafiltros se dejarán dentro de la estufa durante un periodo de 2 horas. Una vez finalizado este tiempo, los pesafiltros son tapados dentro de la estufa y depositados de forma rápida

y ordenada en el desecador, cubriéndolo rápidamente, esto debido a que se desea evitar el choque térmico y producir algún efecto de condensación dentro del pesafiltro.

4.-Se dejan reposar los pesafiltros dentro del desecador durante 1 hora completa para que estos se atemperen. Esto es muy importante ya que si continúa caliente el material y se mide al momento, se produce un efecto de condensación en el material debido al efecto natural de encontrar el equilibrio del material con el ambiente que lo rodea.

5.-Se mide el peso de cada pesafiltro sacando uno por uno sólo cuando se realice el pesado, donde se colocará este en la bandeja y se le quitará la estática, con el fin de evitar tener variaciones. Una vez realizado esto, se toma el valor a los 10 segundos que es el tiempo de estabilización de la balanza, esto, debido a que el pesafiltro llega a un valor determinado en este tiempo y, momentos después, comienza a subir, debido, a que el pesafiltro comienza a ganar humedad en las paredes del recipiente y por ello, el valor comienza a aumentar.

Por ejemplo:

Tabla 12. Ejemplos de variación en la balanza al pesar material seco.

| Tiempo (s) | Peso (g) |
|-------------------|-----------------|
| 10.00 | 54.00001 |
| 10.01 | 54.00002 |
| 10.02 | 54.00003 |
| 10.03 | 54.00004 |

Es por ello que es importante darle al material el tiempo de atemperamiento necesario para evitar este tipo de efectos; y, adicionalmente, el tiempo de estabilización en la balanza es importante ya que el material seco tenderá a encontrar el equilibrio con la humedad relativa del ambiente. Se registra el valor entonces considerando esto y además registrando siempre de acuerdo a la Tabla 12.

La serie de mediciones se lleva a cabo durante los ciclos de secado necesarios hasta alcanzar el llamado criterio de peso constante, el cual consta de una diferencia entre los pesos de 2 ciclos de secado consecutivos del material o bien, de la muestra. Este depende además del tipo de medición que deseamos usar.

El criterio para el peso constante de acuerdo al procedimiento interno de CENAM 620-AC-IT.057 “*Instrucción de trabajo: Obtención de Material a Peso Constante*”, es el siguiente:

Tabla 13. Criterio de peso constante.

| Tipo de muestra | Masa (g) |
|----------------------|----------|
| Matriz natural | 0.0001 |
| Sales de alta pureza | 0.00008 |

En el caso de este trabajo, ya que se trabaja con una matriz natural, el criterio de diferencia de pesos es de 0.0001 entre 2 pesadas consecutivas tal como se encuentra descrito en la Tabla 13. El procedimiento interno también indica que es necesario una balanza de resolución de 0.01 mg.

Una vez alcanzado este criterio, se procede a la parte de medición de humedad de muestra de carbón mineral, empezando por el secado con agente desecante y el de exposición al medio ambiente. Haciendo una evaluación entre estos dos métodos y para complementar información.

3.8.2 Métodos a seguir para la medición de humedad de una muestra de carbón mineral.

Serán usados diferentes métodos para medir la cantidad de agua contenida en una masa determinada de carbón mineral, del mismo lote preparado dentro de las instalaciones de CENAM.

Estos métodos tienen la intención de evaluar varios parámetros, entre los cuales se encuentran la temperatura y el tipo de método de secado.

Los métodos a seguir son los siguientes:

- Secado con agente desecante.
- Exposición al ambiente de muestras de carbón mineral y secado en horno.
- Evaluación de norma ASTM D5142-09.
- Evaluación de la norma ASTM D5142-09 dentro del límite superior del valor de temperatura a emplear.
- Evaluación de la norma ASTM D5142-09 a condiciones normales para diferentes muestras del lote producido.

Ya se revisaron las herramientas necesarias, por lo que ahora queda definir la metodología de cada uno de estos experimentos.

3.8.3 Metodología para el secado con agente desecante.

Material a usar:

- Balanza Sartorius modelo MSA225S con resolución 0.01 mg (0.00001 g).
- 5 Pesafiltros de borosilicato marca Kimax de 40 mm de diámetro y 50 mm de altura.
- Desecador.
- Agente desecante, Perclorato de magnesio.

-Muestra de carbón mineral del lote que se producirá.

Contando con 5 pesafiltros, los cuales una vez son llevados a peso constante, se pesan en 3 de ellos muestras de 1 g de carbón mineral, mediante el pesado por diferencia, mientras que los 2 restantes se quedarán vacíos sirviendo como blancos y como parte muy importante para los cálculos como se observará más adelante. Estos pesafiltros con muestra (los cuales deben de tener registrado como en el paso de peso constante de pesafiltros vacíos, las condiciones ambientales) serán introducidos en el desecador destapados, con el fin de que vayan perdiendo humedad por efecto del agente desecante. Se conoce previamente que este proceso es lento, por lo que se realizarán monitoreos de humedad periódicamente en tiempos largos. Se hará el registro del peso de cada pesafiltro registrando condiciones ambientales para poder hacer las correcciones pertinentes (correcciones por certificados y por efecto de empuje del aire) y se empleará el mismo criterio de peso constante que el paso anterior.

3.8.4 Exposición de muestra al medio ambiente y secado en estufa.

Material a usar:

- Balanza Sartorius modelo MSA225S con resolución 0.01 mg (0.00001 g).
- 5 Pesafiltros de borosilicato marca Kimax de 40 mm de diámetro y 50 mm de altura.
- Estufa
- Desecador
- Agente desecante, Perclorato de magnesio.
- Carbón mineral proveniente del lote que fue envasado en las instalaciones del CENAM

Este experimento es interesante ya que consiste en 2 etapas:

- Monitoreo de muestra al ser expuesta al ambiente

-Secado de muestra de carbón mineral

Se inicia el experimento llevando primero 5 pesafiltros vacíos a peso constante, de acuerdo a lo descrito en un inicio de peso constante en contenedores de muestra.

Una vez alcanzado el peso constante, se procede a pesar 1 g de muestra por pesado por diferencia el carbón mineral de la misma botella del lote que se va a producir que en el caso del experimento de secado con agente desecante.

Terminado de pesar la muestra, esta es monitoreada durante un periodo de tiempo prolongado, se deja expuesto el material de carbón mineral con el fin de observar que ocurre con este a condiciones de laboratorio monitoreado, se espera que el material adsorba humedad y aumente su masa, lo cual podrá ser cuantificado con el peso.

Una vez que se llegue a un peso constante de la muestra al ser expuesta, esta será sometida a secado en estufa a las mismas condiciones que el experimento de secado con agente desecante, que a su vez, es el mismo que la norma ASTM D5142-09 "Standard test methods for proximate analysis of the analysis sample of coal and coke by instrumental procedures". y el certificado del NIST para el carbón mineral sub-bituminoso, la cual es, 2 horas en estufa a 107 °C y 1 hora atemperando en desecador.

Este proceso de secado es idéntico al de llevar a peso constante los pesafiltros vacíos, resumiendo los pasos:

-Meter el material destapado en la estufa

-Dejar secar el tiempo establecido

-Una vez haya terminado el tiempo de secado, tapar dentro de la estufa los pesafiltros y colocarlos rápidamente dentro del desecador por 1 hora con el fin de promover el atemperamiento y la ganancia de humedad

- Pesar los pesafiltros con muestra seca

-Hacer los cálculos para peso constante y humedad de la muestra.

Una vez conseguido este peso constante, y con la humedad, podemos pasar al siguiente experimento el cual consiste en evaluar la norma ASTM D5142-09.

-Norma ASTM D5142-09 “*Standard test methods for proximate analysis of the analysis sample of coal and coke by instrumental procedures*”.

Se ha mencionado mucho esta norma, pero no se ha especificado que establece, por ello se explica en general lo que establece:

-Conceptos de humedad para la matriz de carbón general

-Metodología para la medición de esta por el método de secado en estufa, la cual consiste en:

- 1) Secado de muestra en atmósfera de nitrógeno de ser posible, o bien, con aire.
- 2) Establece 2 horas como tiempo de secado base.
- 3) Se debe de pesar 1 g de muestra.
- 4) El uso de una balanza con resolución de 0.01 mg
- 5) El rango de temperaturas para el secado debe de ser de 104 °C a 110 °C

Con estos parámetros definidos, se procede a la medición directa del material al tener los contenedores en peso constante, y de inmediato, pesar 1.00000 ± 0.00002 g de muestra por pesado por diferencia para el proceso de secado hasta peso constante y calcular la cantidad de humedad de la muestra.

3.8.5 Medición de humedad del carbón mineral a una temperatura mayor.

Se desea evaluar la robustez del método de secado, al hacer el secado de carbón a una temperatura límite del establecido en la norma ASTM D5142-09 y el certificado del NIST para el carbón sub-bituminoso, la cual es de 110 °C.

Para esto, seguimos la metodología ya descrita de peso constante en contenedores vacíos, la de pesado por diferencia de la muestra y el secado en estufa, con la diferencia de que la temperatura será del límite superior de estas 2 bibliografías (ASTM, 2011. Gonzalez C. A. y Choquette S., 2017).

Todos los métodos serán revisados, comparados y evaluados, para poder aportar el valor de humedad que mejor caracterice a la matriz de carbón mineral del lote producido.

3.8.6 Medición de humedad de diferentes muestras del lote a diferentes periodos de tiempo.

Una vez evaluadas las metodologías que se establecieron a lo largo del trabajo, se selecciona la más adecuada para medir humedad y se utiliza para medir diferentes muestras del mismo lote de carbón mineral, ya que esto nos garantizará la homogeneidad del lote y se obtendrán cifras suficientes para poder establecer un valor de humedad en el lote.

El proceso es simultáneamente expuesto a tiempos largos para poder evaluar si existe alguna relación del material con la exposición prolongada de temperatura, es decir, si el carbón mineral sufre alguna alteración o cambio notorio para poder establecer si el tiempo es o no, una variable significativa en este proceso de secado para la medición de humedad.

Cabe resaltar, que para todo caso de medición de humedad se emplean 5 pesafiltros en total, de los cuales, se encontrarán divididos de la siguiente forma:

- 3 Pesafiltros para submuestra de carbón mineral por botella
- 2 pesafiltros que servirán como blanco durante la medición.

Para el caso de medición de humedad en 3.8.6, es necesario recalcar que se emplearán 3 botellas del lote que se produzca, por lo que el total de submuestras serán de 9, con sólo 6 blancos en total, esto, debido a que todas las mediciones de esta metodología serán medidas al mismo tiempo en 2 desecadores.

Terminado esto, se harán sugerencias y conclusiones, dando así, el final a este proyecto de preparación de muestra de carbón mineral para su certificación en el CENAM.

Capítulo 4. Resultados y discusión.

4.1 Tamizado de carbón mineral.

4.1.1 Tamizado de carbón mineral (determinación de distribución de tamaño de partícula).

Como se mencionó antes, el proyecto inicia con la recepción de un lote de material que proviene de la región carbonífera al norte del estado de Coahuila, recibido de COMIMSA el 22 de noviembre del 2017 dentro de las instalaciones de CENAM, el cual es identificado y resumido en la siguiente Tabla:

Tabla 14. Carbón mineral recibido de COMIMSA el 22 de noviembre del 2017.

| Carbón procesado en COMINSA | | | |
|---|--|-------------------|------|
| Identificación con la que llega el lote | Tamaño correcto de partícula (μm) | Observaciones (g) | (kg) |
| >30 | $x > 590$ | 21,695.4 | 21.7 |
| >40 | $590 > x > 420$ | 1,396.0 | 1.4 |
| >50 | $420 > x > 297$ | 4,961.4 | 5.0 |
| >60 | $297 > x > 250$ | 3,043.7 | 3.0 |
| >70 | $210 < x < 250$ | 1,126.6 | 1.1 |
| >80 | $177 < x < 210$ | 1,296.6 | 1.3 |
| >100 y <100 | $x < 177$ | 12,648.9 | 12.6 |

El material de interés es el de la fracción fina de material, el cual tiene tamaño menor a $177 \mu\text{m}$ pero mayor a $150 \mu\text{m}$, correspondiente a la malla no. 100, por lo cual, es necesario separar y obtener las distribuciones de tamaño que servirán, ya que aún se encuentran mezcladas con otros tamaños de partícula más finos y es necesario una distribución específica.

Para ello se procede con el proceso de tamizado. Este proceso se llevó a cabo 3 veces, a lo largo de lo cual se obtuvo la tabla donde se hace la observación de que fueron 3 procesos de tamizado usando diferentes arreglos de tamices.

En el tamizado 1, se procesó la bolsa etiquetada como >100 y <100 de COMIMSA con las mallas de la Tabla 15.

Tabla 15. Mallas usadas para la separación de la bolsa >100 y <100.

| Cantidad de carbón mineral que se va a tamizar (kg): | |
|--|---|
| 12.6489 | |
| Tamiz usado | Tamaño Correcto de partícula obtenida (μm) |
| No. 60 (250 μm) | $x > 250$ |
| No. 70 (210 μm) | $210 < x < 250$ |
| No. 80 (177 μm) | $177 < x < 210$ |
| No. 100 (150 μm) | $150 < x < 177$ |
| No. 170 (90 μm) | $90 < x < 125$ |
| No. 200 (75 μm) | $75 < x < 90$ |
| No. 230 (63 μm) | $63 < x < 75$ |
| Fondos (<63 μm) | $x < 63$ |

Fuente: Javier Anselmo Jaramillo Godinez, CENAM, 2018

En el tamizado 2, se procesaron las bolsas de COMIMSA etiquetadas >30, >50, >60 >70 y >80; de acuerdo a la Tabla 16, la serie de tamices usados fueron los siguientes:

Tabla 16. Tamices empleados para la separación de las bolsas >30, >50, >60 >70 y >80.

| Cantidad de carbón mineral que se tamizó(kg): | |
|---|--|
| 12.6489 | |
| Tamiz usado | Tamaño Correcto de partícula obtenida (µm) |
| No. 100 (150 µm) | 150 < x < 177 |
| No. 120 (125 µm) | 125 < x < 150 |
| No. 170 (90 µm) | 90 < x < 125 |
| No. 200 (75 µm) | 75 < x < 90 |
| No. 230 (63 µm) | 63 < x < 75 |
| Fondos (<63 µm) | x < 63 |

Fuente: Javier Anselmo Jaramillo Godinez, CENAM, 2018

En el tamizado 3, se reprocesó lo obtenido en la malla No. 100 del tamizado 2 usando una cantidad de mallas mayor (ver Tabla 17).

Tabla 17. Tamices empleados para el reprocesado de la fracción de malla No. 100 del tamizado 2.

| Cantidad de carbón mineral que se tamizó(kg): | |
|---|---|
| 10.6669 | |
| Tamiz usado/Identificación | Tamaño Correcto de partícula obtenida (μm) |
| No. 70 (210 μm) | $x > 210$ |
| No. 80 (177 μm) | $177 < x < 210$ |
| No. 100 (150 μm) | $150 < x < 177$ |
| No. 120 (125 μm) | $125 < x < 150$ |
| No. 170 (90 μm) | $90 < x < 125$ |
| No. 200 (75 μm) | $75 < x < 90$ |
| No. 230 (63 μm) | $63 < x < 75$ |
| Fondos (<63 μm) | $x < 63$ |

Fuente: Javier Anselmo Jaramillo Godinez, CENAM, 2018

Las fracciones obtenidas, son guardadas y debidamente etiquetadas para su posterior uso (Figura 12).



Figura 12. Fracciones resultantes del trabajo de tamizado 3.

En la Tabla 18, se observa un resumen de todas las fracciones obtenidas de los intervalos de tamaño de partícula que se obtuvieron para el carbón mineral en su totalidad para finales del mes de enero del 2018, estos resultados indican el periodo en que se procesó, el origen del material y totales obtenidos.

Tabla 18. Distribución de tamaños de partícula de carbón mineral obtenidos.

| Resumen de carbón mineral disponible en el CENAM al día 31/Enero/2018 | | | | | |
|---|-----------------|------------------------------|---|---------------|--------------------|
| Fecha en la que se realizó | Lugar procesado | Tamiz usado | Tamaño Correcto de partícula obtenida (μm) | Cantidad en g | Cantidad total (g) |
| 2017/Nov/22 | COMIMSA | >30 (590 μm) | $x > 595$ | 21,695.4 | 21,695.4 |
| 2017/Dic/13-14 | Tamizado 1 | No. 60 (250 μm) | $x > 250$ | 23 | 23 |
| 2017/Dic/13-14 | Tamizado 1 | No. 70 (210 μm) | $210 < x < 250$ | 7,679.9 | 17,231.08 |
| 2018/Ene/29-30 | Tamizado 3 | | $x > 250$ | 9,551.18 | |
| 2017/Dic/13-14 | Tamizado 1 | No. 80 (177 μm) | $177 < x < 210$ | 2,077.2 | 2,809.56 |
| 2018/Ene/29-30 | Tamizado 3 | | | 732.36 | |
| 2017/Dic/13-14 | Tamizado 1 | No. 100 (150 μm) | $150 < x < 177$ | 1,297.4 | 1,542.16 |
| 2018/Ene/29-30 | Tamizado 3 | | | 244.76 | |
| 2017/Dic/26-29 | Tamizado 2 | No. 120 (125 μm) | $125 < x < 150$ | 65.7 | 80.26 |
| 2018/Ene/29-30 | Tamizado 3 | | | 14.56 | |
| 2017/Dic/13-14 | Tamizado 1 | No. 170 (90 μm) | $90 < x < 125$ | 1,119.7 | 1307.36 |
| 2017/Dic/26-29 | Tamizado 2 | | | 183 | |
| 2018/Ene/29-30 | Tamizado 3 | | | 4.66 | |
| 2017/Dic/13-14 | Tamizado 1 | No. 200 (75 μm) | $75 < x < 90$ | 136.9 | 172.46 |
| 2017/Dic/26-29 | Tamizado 2 | | | 24.6 | |
| 2018/Ene/29-30 | Tamizado 3 | | | 10.96 | |
| 2017/Dic/13-14 | Tamizado 1 | No. 230 (63 μm) | $63 < x < 75$ | 78.2 | 133.36 |
| 2017/Dic/26-29 | Tamizado 2 | | | 51.3 | |
| 2018/Ene/29-30 | Tamizado 3 | | | 3.86 | |
| 2017/Dic/13-14 | Tamizado 1 | Fondos (<63 μm) | $x < 63$ | 60.2 | 198.26 |
| 2017/Dic/26-29 | Tamizado 2 | | | 133.5 | |
| 2018/Ene/29-30 | Tamizado 3 | | | 4.56 | |

Fuente: Javier Anselmo Jaramillo Godinez, CENAM, 2018

De acuerdo a la Tabla 18, aún realizando estos 3 tamizados, no se pudo obtener la cantidad deseada de carbón mineral de interés dentro del intervalo de partícula que se queda retenido en la malla número 100, con distribución de tamaño de $150 < x < 177 \mu\text{m}$, por lo que se decidió continuar con moler parte de una fracción de carbón mineral, dando lugar a las pruebas de molienda para encontrar el mejor método.

4.2 Evaluación del método de preparación de muestra por molienda.

4.2.1 Molienda de muestra mediante molino rotatorio.

Empleando el molino rotatorio Pulverisette 14 con diferentes números de mallas, se pesó y procesaron pequeñas cantidades con el fin de determinar la utilidad de este método para el procesamiento de carbón mineral ya que es necesario tomar en consideración que el material no debe contaminarse, que el proceso no llegue a alterar la muestra como para tener algún tipo de pérdida significativa y la eficiencia del método para obtener la distribución de tamaño que se necesita obtener. El material que se somete a la molienda es el de una fracción con intervalo de tamaño de partícula amplio, de $x > 150 \mu\text{m}$.

Tabla 19. Molienda en molino rotatorio Pulverisette 14.

| Pulverisette 14, Fisher, molienda del 17 y 18 de enero 2018 | | | | | | |
|---|--|---------------------|---------------------|---------------------|--------------|--------------|
| Molienda de carbón mineral | | | | | | |
| No de malla rotatoria | | 0.5 | 0.5 | 0.2 | 0.2 | 0.08 |
| Tamiz usado | Tamaño de partícula obtenida (μm) | Carbón prueba 1 (g) | Carbón prueba 2 (g) | Carbón prueba 3 (g) | Prueba 4 (g) | Prueba 5 (g) |
| No. 70 (210 μm) | 210 < x < 250 | 70.48 | 55.11 | 20.27 | 5.45 | 28.4 |
| No. 80 (177 μm) | 177 < x < 210 | 61.12 | 38.04 | 1.38 | 3.68 | 0.26 |
| No. 100 (150 μm) | 150 < x < 177 | 31.65 | 11.2 | 3.56 | 5.73 | 0.23 |
| No. 120 (125 μm) | 125 < x < 150 | 0.49 | 0.32 | 0.61 | 0.28 | 0.08 |
| No. 170 (90 μm) | 90 < x < 125 | 1.07 | 0.23 | 0.47 | 0.76 | 0.13 |
| No. 200 (75 μm) | 75 < x < 90 | 1.37 | 0.34 | 0.59 | 0.43 | 0.18 |
| No. 230 (63 μm) | 63 < x < 75 | 0.06 | 0.1 | 0.19 | 0.05 | 0.13 |
| Fondos (<63 μm) | x < 63 | 0.19 | 0.01 | 0.06 | 0.02 | 0.14 |
| TOTAL molido por prueba (g) | | 166.4 | 105.4 | 27.1 | 16.4 | 29.6 |

Fuente: Javier Anselmo Jaramillo Godinez, CENAM, 2018

Como se puede observar en la Tabla 19, al realizar pruebas en el molino rotatorio se obtienen más fracciones de los números 70, 80 y 100, por lo que cabe la posibilidad de obtener la cantidad necesaria para las 250 unidades de carbón mineral que se desean producir, sin embargo, no es seguro afirmarlo ya que no existe aún una forma de comparar estos resultados, por lo que se realiza el cálculo de porcentaje de recuperación (ver Tabla 20).

Tabla 20. Porcentajes de recuperación de las pruebas de molienda en el Pulverisette 14.

| Molienda con el Pulverisette 14 | | | | | | |
|--|---|-------------------------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|
| Porcentaje de lo que se obtiene por prueba de molienda | | Malla rotatoria 0.5 | Malla rotatoria 0.5 | Malla rotatoria 0.2 | Malla rotatoria 0.2 | Malla rotatoria 0.08 |
| Tamiz usado | Tamaño correcto de partícula obtenida (μm) | Prueba 1 (% recuperado) | Prueba 2 (% recuperado) | Prueba 3 (% recuperado) | Prueba 4 (% recuperado) | Prueba 5 (% recuperado) |
| No. 70 (210 μm) | 210 < x < 250 | 42.35 | 52.31 | 74.71 | 33.23 | 96.11 |
| No. 80 (177 μm) | 177 < x < 210 | 36.72 | 36.11 | 5.09 | 22.44 | 0.88 |
| No. 100 (150 μm) | 150 < x < 177 | 19.02 | 10.63 | 13.12 | 34.94 | 0.78 |
| No. 120 (125 μm) | 125 < x < 150 | 0.29 | 0.30 | 2.25 | 1.71 | 0.27 |
| No. 170 (90 μm) | 90 < x < 125 | 0.64 | 0.22 | 1.73 | 4.63 | 0.44 |
| No. 200 (75 μm) | 75 < x < 90 | 0.82 | 0.32 | 2.17 | 2.62 | 0.61 |
| No. 230 (63 μm) | 63 < x < 75 | 0.04 | 0.09 | 0.70 | 0.30 | 0.44 |
| Fondos (<63 μm) | x < 63 | 0.11 | 0.01 | 0.22 | 0.12 | 0.47 |

Fuente: Javier Anselmo Jaramillo Godinez, CENAM, 2018

En la Tabla 20 se puede notar que las cantidades de recuperación varían mucho, sin embargo, se realiza el cálculo correspondiente para asegurar o no, que se obtiene la cantidad deseada de carbón mineral.

Tabla 21. Simulación de molienda de todo el lote en diferentes mallas.

| Simulando el proceso de molienda, se logra obtener carbón mineral con estos porcentajes de las pruebas (g): | | Malla rotatoria 0.5 | Malla rotatoria 0.5 | Malla rotatoria 0.2 | Malla rotatoria 0.2 | Malla rotatoria 0.08 |
|---|---|------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|-------------------------|
| Tamiz usado | Tamaño Correcto de partícula obtenida (μm) | Prueba 1 (g) | Prueba 2 (g) | Prueba 3 (g) | Prueba 4 (g) | Prueba 5 (g) |
| No. 70 (210 μm) | 210 < x < 250 | 4517.23 | 5580.00 | 7969.70 | 3544.79 | 10251.78 |
| No. 80 (177 μm) | 177 < x < 210 | 3917.33 | 3851.63 | 542.58 | 2393.55 | 93.85 |
| No. 100 (150 μm) | 150 < x < 177 | 2028.52 | 1134.02 | 1399.71 | 3726.91 | 83.02 |
| No. 120 (125 μm) | 125 < x < 150 | 31.41 | 32.40 | 239.84 | 182.12 | 28.88 |
| No. 170 (90 μm) | 90 < x < 125 | 68.58 | 23.29 | 184.79 | 494.32 | 46.93 |
| No. 200 (75 μm) | 75 < x < 90 | 87.81 | 34.43 | 231.97 | 279.68 | 64.98 |
| No. 230 (63 μm) | 63 < x < 75 | 3.85 | 10.13 | 74.70 | 32.52 | 46.93 |
| Fondos (<63 μm) | x < 63 | 12.18 | 1.01 | 23.59 | 13.01 | 50.54 |

Fuente: Javier Anselmo Jaramillo Godinez, CENAM, 2018

Mediante la Tabla 21, se hace notar que no se lograría alcanzar la cantidad deseada de material para poder lograr el envasado del material al realizar las moliendas. También puede hacerse notar que se nota un cambio apreciable en las características físicas del material durante la molienda, ya que el carbón, pasa de

su color negro característico, a uno color café óxido oscuro; además de una textura tipo talco (ver figura 13), dando a entender que durante este procesamiento se modifica la muestra, por lo que se decidió suspender esta operación y hacer pruebas de molienda manual de una fracción de carbón mineral para evitar alguna alteración en el material.



Figura 13. Apariencia del carbón mineral molido en el Pulverisette 14.

4.2.2 Evaluación de proceso de molienda a mano.

Para realizar la operación de molienda a mano, se empleó una charola de acero inoxidable grado alimenticio, junto con un mazo del mismo material con el fin de no contaminar el material, y manteniendo un área limpia gracias al uso del traje especial para evitar contaminación por parte de la persona operaria, teniendo acondicionada la zona para evitar contaminación.

Las pruebas de molienda a mano del carbón mineral se llevan a cabo con una bolsa etiquetada como No. 70 (210 μm) con una distribución de tamaño de partícula de $150 < x < 177\mu\text{m}$ del lote del tamizado 1 (figura 14); las pruebas están dadas por la Tabla 22.

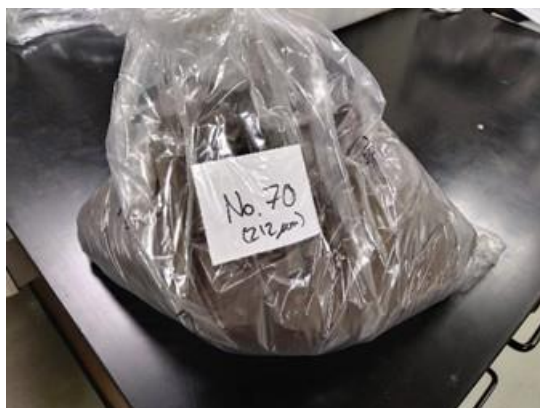


Figura 14 Bolsa usada para la molienda de muestra a mano.

Tabla 22. Pruebas de molienda a mano de carbón mineral.

| Número de tamiz | Prueba 2.1. | Prueba 2.2. | Prueba 2.3. | Prueba 2.4. |
|-----------------------|-------------------|-------------|-------------|-------------|
| | masa obtenida (g) | | | |
| No. 70 (210 μ m) | 10.99 | 13.36 | 14.59 | 13.53 |
| No. 80 (177 μ m) | 9.37 | 12.51 | 14.79 | 14.41 |
| No. 100 (150 μ m) | 48.28 | 103.03 | 123.11 | 127.65 |
| No. 120 (125 μ m) | 6.3 | 4.03 | 4.32 | 2.33 |
| No. 170 (90 μ m) | 18.13 | 21.59 | 15.54 | 15.71 |
| No. 200 (75 μ m) | 11.67 | 10.16 | 7.52 | 4.07 |
| No. 230 (63 μ m) | 13.78 | 3.85 | 3.54 | 2.56 |
| Fondos (<63 μ m) | 18.91 | 1.42 | 1.42 | 1.01 |
| TOTAL procesado (g) | 137.43 | 169.95 | 184.83 | 181.27 |

Fuente: Javier Anselmo Jaramillo Godinez, CENAM, 2018

En la Tabla 22 se observa, comparando con la Tabla 20, una mejoría completa del material que se obtiene, ya que al realizar este proceso de molienda a mano se obtiene una cantidad aproximada del 50% de la distribución del tamaño que se desea. Al realizar los cálculos de porcentajes de recuperación y obteniendo un promedio para realizar la simulación de lo que se obtendrá con este método, se obtienen los resultados de la Tabla 23.

Tabla 23. Porcentajes de recuperación de carbón mineral al moler a mano.

| Número de tamiz | %recuperado | %recuperado | %recuperado | %recuperado | Promedios (%) |
|------------------|-------------|-------------|-------------|-------------|---------------|
| No. 70 (210µm) | 8.00 | 7.86 | 7.89 | 7.46 | 7.80 |
| No. 80 (177 µm) | 6.82 | 7.36 | 8.00 | 7.95 | 7.53 |
| No. 100 (150 µm) | 35.13 | 60.62 | 66.61 | 70.42 | 58.20 |
| No. 120 (125 µm) | 4.58 | 2.37 | 2.34 | 1.29 | 2.64 |
| No. 170 (90 µm) | 13.19 | 12.70 | 8.41 | 8.67 | 10.74 |
| No. 200 (75 µm) | 8.49 | 5.98 | 4.07 | 2.25 | 5.20 |
| No. 230 (63 µm) | 10.03 | 2.27 | 1.92 | 1.41 | 3.90 |
| Fondos (<63 µm) | 13.76 | 0.84 | 0.77 | 0.56 | 3.98 |
| | | | | | 100.00 |

Fuente: Javier Anselmo Jaramillo Godinez, CENAM, 2018

Al comparar la Tabla 23 con la Tabla 20, se observa que se obtiene un porcentaje mayor del tamaño de partícula deseado (malla No. 100) moliendo a mano que con el molino Pulverisette ya que se puede obtener aproximadamente la mitad de lo que se muele en el tamiz donde se requiere tener el carbón mineral.

Se elabora una simulación con estos porcentajes de recuperación de carbón mineral al moler a mano, a fin de obtener una respuesta a cuánto se obtendría si se moliera a mano todo el lote del material, obteniendo los resultados mostrados en la Tabla 24.

Tabla 24. Simulación de molienda a mano de carbón mineral.

| Material de malla No 70 ($210 < x < 250$) usado para moler | | |
|--|---------------------|-------------|
| Identificación | Tamaño de partícula | g obtenidos |
| No. 70 ($210\mu\text{m}$) | $210 < x < 250$ | 599.3 |
| No. 80 ($177\mu\text{m}$) | $177 < x < 210$ | 578.5 |
| No. 100 ($150\mu\text{m}$) | $150 < x < 177$ | 4,469.3 |
| No. 120 ($125\mu\text{m}$) | $125 < x < 150$ | 203.1 |
| No. 170 ($90\mu\text{m}$) | $90 < x < 125$ | 825.0 |
| No. 200 ($75\mu\text{m}$) | $75 < x < 90$ | 399.0 |
| No. 230 ($63\mu\text{m}$) | $63 < x < 75$ | 299.9 |
| Fondos ($<63\mu\text{m}$) | $x < 63$ | 305.7 |
| TOTAL TEÓRICO QUE SE OBTENDRÍA | | 7,679.9 |

Fuente: Javier Anselmo Jaramillo Godinez, CENAM, 2018

Se observa en la Tabla 24 que la mayoría del carbón mineral que se obtendría sería del tamaño adecuado para la producción del lote, por lo que se corrobora el cálculo para verificar que sea lo suficiente para el envasado.

Revisando la Tabla 18, donde existe un valor de 1,542.16 g para la malla número 100, más lo que teóricamente se obtiene de acuerdo a la simulación de molienda de la Tabla 24, se logra saber el aproximado total y cuántos frascos de 20 g se lograrían obtener para el envasado del carbón mineral (ver Tabla 25).

Tabla 25. Cantidades de carbón disponible actual y teórico para envasar.

| | |
|-----------------------|---------|
| Malla 100 anterior | 1542.16 |
| Malla 100 de molienda | 4469.3 |
| Total | 6011.5 |
| Unidades de 20 g c/u | 300.6 |

Fuente: Javier Anselmo Jaramillo Godinez, CENAM, 2018

La Tabla 25 muestra, que es posible llegar a producir hasta 300 unidades con el carbón que ya se cuenta de malla 100 y el nuevo teórico que se puede obtener.

Durante el proceso de molienda a mano puede hacerse destacar una serie de conclusiones adicionales, la primera es que no es necesaria tanta fuerza para poder moler a mano; si se hace uso de golpes, el material desprende muchos polvos causando pérdida de material, mientras que para moler la muestra basta con sólo utilizar el mazo en movimientos rotatorios contra la charola; por último, se puede decir, por experiencia, que es mucho más fácil moler una fracción que se encuentre acotada en un intervalo específico de tamaño de partícula, a uno más amplio, como es el caso de la muestra que se muele en el molino rotatorio Pulverisette 14 que corresponde a una malla número 70.

Una vez realizadas estas pruebas, se procedió a la molienda manual del material, donde se aprecian las cantidades obtenidas resultando en las siguientes fracciones (ver Tabla 26).

Tabla 26. Molienda de carbón mineral a mano, realizado los días 8 y 9 de Febrero del 2018, de la bolsa etiquetada No. 70 (210 μm) con intervalo definido de tamaño de partícula $210 \mu\text{m} < x < 250 \mu\text{m}$ del tamizado realizado el 13 y 14 de diciembre del 2017.

| Tamiz usado | Tamaño Correcto de partícula obtenida (μm) | Obtenido en molienda (g) | Anterior disponible (g) | Total (g) | Unidades de 20 g |
|------------------------------|---|--------------------------|-------------------------|-----------|------------------|
| No. 70 (210 μm) | $210 < x < 250$ | 1,029.4 | | | |
| No. 80 (177 μm) | $177 < x < 210$ | 1,082.7 | | | |
| No. 100 (150 μm) | $150 < x < 177$ | 4,036.7 | 1,542 | 5,579 | 278 |
| No. 120 (125 μm) | $125 < x < 150$ | 390.6 | | | |
| No. 170 (90 μm) | $90 < x < 125$ | 407.2 | | | |
| No. 200 (75 μm) | $75 < x < 90$ | 74.5 | | | |
| No. 230 (63 μm) | $63 < x < 75$ | 42.7 | | | |
| Fondos (<63 μm) | $x < 63$ | 68.5 | | | |

Fuente: Javier Anselmo Jaramillo Godinez, CENAM, 2018

Como se puede observar, de acuerdo a la Tabla 26, se obtuvo una cantidad suficiente para producir hasta 278 unidades de carbón mineral, además de poder asegurar que durante el control en la temperatura, la molienda a mano presentó una mejoría notable para la obtención del tamaño de partícula que se requiere, ya que no se notó un cambio apreciable en textura o color del material que se obtuvo.

Realizado esto, se hace un resumen de todo el carbón mineral con el cual se dispone en el CENAM, hasta la fecha del 1 de marzo del 2018, como indica la Tabla 27.

Tabla 27. Carbón mineral disponible al 1 de marzo del 2018 para poder envasar.

| Resumen de todo el carbón mineral disponible en el CENAM al día 1/Marzo/2018 | | | | | |
|--|-----------------|------------------------------|---|---------------|--------------------|
| Fecha en la que se hizo | Lugar procesado | Tamiz usado | Tamaño Correcto de partícula obtenida (μm) | Cantidad en g | Cantidad total (g) |
| 2017/Nov/22 | COMIMSA | >30 (590 μm) | $x > 595$ | 21,695.4 | 21,695.4 |
| 2017/Dic/13-14 | Tamizado 1 | No. 60 (250 μm) | $x > 250$ | 23 | 23 |
| 2017/Dic/13-14 | Tamizado 1 | No. 70 (210 μm) | $210 < x < 250$ | 7,679.9 | 18,260.5 |
| 2018/Febrero/6-7 | Molienda a mano | | | 1,029.4 | |
| 2018/Ene/29-30 | Tamizado 3 | | $x > 250$ | 9,551.18 | |
| 2017/Dic/13-14 | Tamizado 1 | No. 80 (177 μm) | $177 < x < 210$ | 2,077.2 | 3,892.3 |
| 2018/Ene/29-30 | Tamizado 3 | | | 732.36 | |
| 2018/Febrero/6-7 | Molienda a mano | | | 1,082.7 | |
| 2017/Dic/13-14 | Tamizado 1 | No. 100 (150 μm) | $150 < x < 177$ | 1,297.4 | 5,578.9 |
| 2018/Ene/29-30 | Tamizado 3 | | | 244.76 | |
| 2018/Febrero/6-7 | Molienda a mano | | | 4,036.7 | |
| 2017/Dic/26-29 | Tamizado 2 | No. 120 (125 μm) | $125 < x < 150$ | 65.7 | 470.9 |
| 2018/Ene/29-30 | Tamizado 3 | | | 14.56 | |
| 2018/Febrero/6-7 | Molienda a mano | | | 390.6 | |
| 2017/Dic/13-14 | Tamizado 1 | No. 170 (90 μm) | $90 < x < 125$ | 1,119.7 | 1,714.6 |
| 2017/Dic/26-29 | Tamizado 2 | | | 183 | |
| 2018/Ene/29-30 | Tamizado 3 | | | 4.66 | |
| 2018/Febrero/6-7 | Molienda a mano | | | 407.2 | |
| 2017/Dic/13-14 | Tamizado 1 | No. 200 (75 μm) | $75 < x < 90$ | 136.9 | 247.0 |
| 2017/Dic/26-29 | Tamizado 2 | | | 24.6 | |
| 2018/Ene/29-30 | Tamizado 3 | | | 10.96 | |
| 2018/Febrero/6-7 | Molienda a mano | | | 74.5 | |
| 2017/Dic/13-14 | Tamizado 1 | No. 230 (63 μm) | $63 < x < 75$ | 78.2 | 176.1 |
| 2017/Dic/26-29 | Tamizado 2 | | | 51.3 | |
| 2018/Ene/29-30 | Tamizado 3 | | | 3.86 | |
| 2018/Febrero/6-7 | Molienda a mano | | | 42.7 | |
| 2017/Dic/13-14 | Tamizado 1 | Fondos (<63 μm) | $x < 63$ | 60.2 | 266.8 |
| 2017/Dic/26-29 | Tamizado 2 | | | 133.5 | |
| 2018/Ene/29-30 | Tamizado 3 | | | 4.56 | |
| 2018/Febrero/6-7 | Molienda a mano | | | 68.5 | |

Fuente: Javier Anselmo Jaramillo Godinez, CENAM, 2017-2018

Como se puede observar en la Tabla 27, se cuenta con poco más de 5.5 kg de carbón mineral, suficiente para producir las unidades que se requieren obtener y el cual será envasado.

4.3 Limpieza de frascos de vidrio ámbar.

Para la limpieza del material, se lleva a cabo un lavado en jabón (ver Figuras 15 y 16), se lava el material en ácido (ver Figura 17) y se dejan reposar en agua para enjuagar, se deja bajo flujo laminar (Figura 18 y 19) y se almacenan en doble bolsa (Figura 20). Posteriormente, y ya que el mercurio es una sustancia tan particular, presente en el ambiente y con una capacidad de adherirse a las paredes, se somete a un secado en estufa a 80 °C todo el material, tanto tapas como frascos, durante 2 horas (Figura 21), y posteriormente, son cerrados dentro de la estufa y almacenados, limpios y listos para el envasado de carbón mineral en ambiente inerte dentro de bolsas de polietileno (Figura 22).



Figura 15 y Figura 16. Lavado de material en jabón.



Figura 17. Lavado de material en ácido.



Figura 18 y Figura 19. Secado de material bajo flujo laminar.



Figura 20. Material limpio en bolsa previo a las tapas.



Figura 21 y Figura 22. Secado de material en estufa a 80 °C (izquierda) y material limpio con tapas después de someter a estufa (derecha).

Una vez obtenida una fracción suficiente para la producción del lote de carbón mineral para material de referencia y de que se tienen los contenedores limpios, se sigue a obtener las unidades envasadas.

4.4 Homogenización y envasado de carbón mineral en frascos de color ámbar.

Siguiendo la metodología establecida, fue mezclado el lote de carbón mineral producido de aproximadamente 5.5 kg en un contenedor de 50 L, durante el periodo de 2 horas, en los tres ejes dimensionales “x”, “y” y “z”, con el fin de asegurar un mezclado perfecto. Posterior a esto, se introduce el lote de carbón mineral en el divisor rotatorio con el fin de mezclar una vez más, asegurando la distribución de los tamaños de partícula en todo el lote.

Usando el divisor rotatorio de muestras Laborette 27, con un cabezal de 8 divisiones (Figura 23), se realizó la segunda homogeneización al dividir en 8 submuestras y mezclando, actividad realizada por duplicado, de acuerdo a lo visto en la metodología sobre la homogenización del material con ayuda del divisor, esto aseguró que se tiene una distribución uniforme de todo el material en el lote (ver Figura 24).



Figura 23. Cono simple de 8 cabezales para el subdivisor rotatorio.

A continuación, se hacen las subdivisiones como en los cálculos que se revisaron en la metodología, con la ayuda de un alimentador por vibración, ejemplificando con la Figura 24.

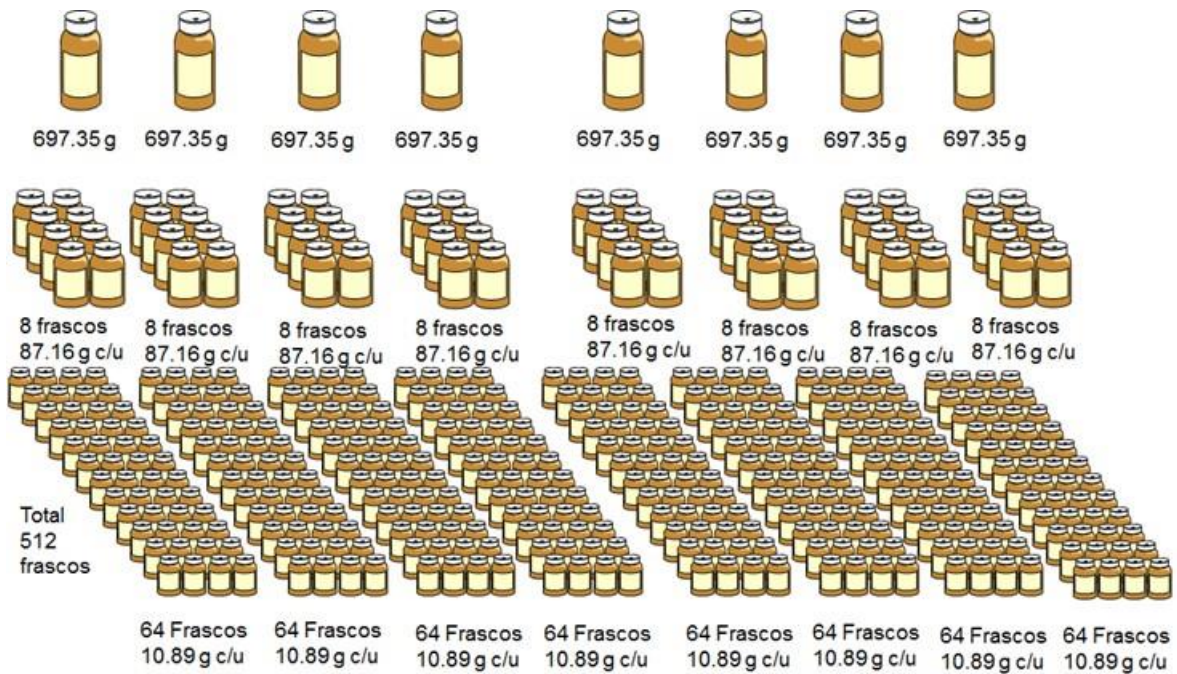


Figura 24. Esquema ejemplificado de la subdivisión de muestras para la producción del lote que será de 256 unidades de 20 g, aproximadamente.

Como se observa en la Figura 24, cada que se realiza una división se obtienen múltiplos de 8 de cada frasco que se divide. Por lo que al dividir el lote inicial, se obtienen en la primera división 8 frascos de 697.35 g cada uno; seguido de la segunda división, da un total de 64 frascos de 87.16 g cada uno y en la tercera, un total de 512 frascos de 10.89 g cada uno.

Cada uno de estos 512 frascos tienen un peso aproximado de 10 g, por lo que para obtener la cantidad necesitada de material, que son unidades de 20 g cada uno, se hace necesario mezclar 2 frascos para obtener al final un total de 256 unidades de 20 g cada uno que serán el lote de material candidato a material de referencia.

4.4.1 Envasado de carbón mineral en atmósfera inerte.

Finalizado el paso de la homogenización, es importante, como se mencionó en el apartado de metodología, que el envasado sea realizado de inmediato al terminar la homogenización, para garantizar la homogeneidad del lote, por lo que el envasado del carbón mineral se realizó dentro de los frascos de vidrio ámbar limpios en la cámara de ambiente controlado (ver Figura 26), bajo una atmósfera de argón, asegurando que se mantiene una atmósfera inerte en el material. Se le agrega un sello termoplástico y con una corriente de aire caliente, se termina el envasado de cada frasco (Figura 25).



Figura 25. Envasado de carbón mineral en cámara de ambiente controlado bajo atmósfera de argón.

4.4.2 Etiquetado y sellado al vacío de frascos de carbón mineral

Posterior a esto, se etiquetan los frascos uno por uno en el mismo orden en que fueron envasados cada uno de acuerdo a lo establecido a la norma ISO 31 sobre el etiquetado de muestras (ver Figura 27), se etiqueta cada una hasta obtener el lote de 256 frascos (ver Figura 28) y también se sellan al vacío en bolsa aluminizada (terephthalato de polietileno o Mylar®) cada uno de los 256 frascos (ver Figuras 29 y 30).

El sellado al vacío se lleva a cabo en una selladora de alto vacío Audionvac 93 (ver Figura 32 y 33), esto con el fin de proteger las muestras de carbón y promover la

estabilidad de esta lo más posible. Al final se obtiene el lote completo sellado al vacío y en orden numérico en cajas (ver Figura 34 y 35).



Figura 26. Material candidato a material de referencia envasado bajo atmósfera inerte y sellado con termoplástico.

Figura 27. Etiquetado del material candidato a material de referencia.



Figura 28. Etiquetado de lote de 256 unidades de candidato a material de referencia de 20 g de carbón mineral.



Figura 29. Bolsas aluminizadas de tereftalato de polietileno o Mylar® para el sellado al vacío de los frascos.



Figura 30. Bolsa aluminizada de tereftalato de polietileno (Mylar®).



Figura 31 Etiquetado de bolsas tereftalato de polietileno (Mylar®).



Figura 32. Sellado al vacío de los frascos con carbón mineral en la selladora al vacío AudioVac 93.

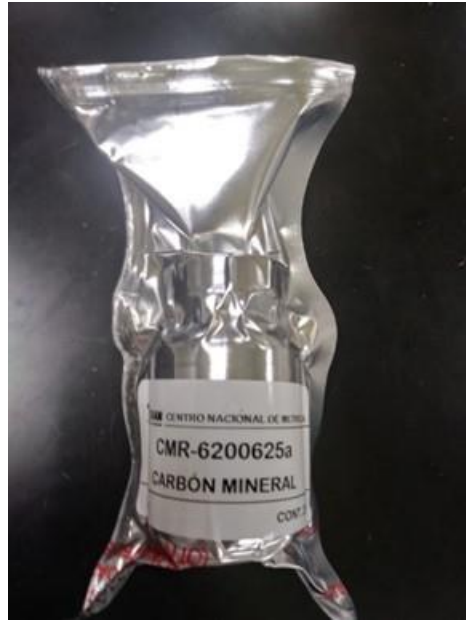


Figura 33. Producto terminado de candidato a material de referencia de mercurio en carbón mineral.



Figura 34. Producción de materiales candidato a material de referencia de carbón mineral.



Figura 35. Lote producido de 256 unidades de candidato a material de referencia de carbón mineral de 20 g cada uno en frascos de vidrio ámbar y en bolsa aluminizada de tereftalato de polietileno (Mylar®) al vacío.

4.5 Humedad en muestra.

Previo a todo el proceso de secado de muestras de carbón mineral, es de considerarse que se deben de llevar a peso constante los pesafiltros donde se pesará la muestra, esto para descartar la contribución que tiene el material, por lo que los pesafiltros son introducidos en la estufa siempre a condiciones de temperatura donde serán medidas (Figura 36) y pesadas en balanza (Figura 37) hasta alcanzar el peso constante (recordar que se debe seguir el criterio de peso constante revisado en la sección 3.7, humedad en una muestra).

A continuación se revisarán los resultados de las diferentes metodologías aplicadas para encontrar un método óptimo para medir la humedad en el lote de carbón mineral obtenido.



Figura 36. Secado en estufa de pesafiltros de borosilicato.



Figura 37. Pesado de pesafiltros vacíos en la balanza Sartorius.

4.5.1 Secado con agente desecante del carbón mineral

Tomando una muestra de 1 gramo de la botella número 98 del lote de carbón mineral producido, se deja expuesto el material dentro del desecador con perclorato de magnesio. Considerando el criterio de peso constante, se tienen los resultados del experimento resumidos en la Tabla 28 y Gráfico 1 en función de humedad en base húmeda de la muestra. Si se desea consultar los datos registrados, así como las Tablas con los cálculos, consulte el Anexo 1.

El agente desecante empleado fue Perclorato de magnesio (Figura 38), empleando 2 desecadores (Figura 39), donde fueron colocados 5 pesafiltros de los cuales 2 eran blancos y 3 de la botella número 98 del lote producido (Figuras 40 y 41).



Figura 38. Agente desecante de Perclorato de Magnesio para el secado.



Figura 39. Desecadores empleados.



Figura 40. Secado de muestras de carbón mineral de la botella 98.

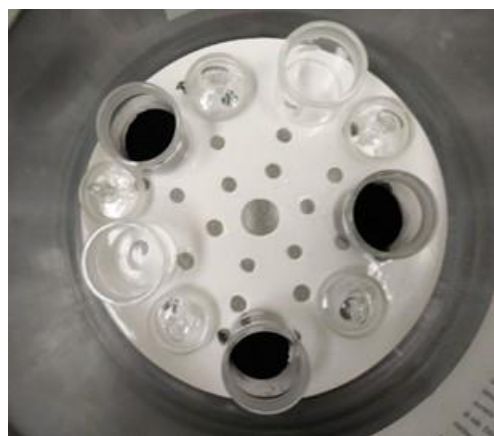


Figura 41. Vista desde arriba de pesafiltros con muestra para su secado en el desecador.

Tabla 28. Resumen de humedad en muestras de carbón mineral mediante el secado con agente desecante.

| Humedad | | Segunda | Cuarta | 20 horas | 22 horas | 24 horas | 47 horas |
|---|---------------|----------------|--------|----------|----------|----------|----------|
| | | Hora | hora | | | | |
| | | 2 | 4 | 20 | 22 | 24 | 47 |
| | | Porcentaje (%) | | | | | |
| Pesafiltro 26 | Botella 98 s1 | 0.48 | 0.62 | 1.11 | 0.85 | 0.98 | 1.07 |
| Pesafiltro 28 | Botella 98 s2 | 0.61 | 0.75 | 1.25 | 1.00 | 1.12 | 1.20 |
| Pesafiltro 30 | Botella 98 s3 | 0.48 | 0.61 | 1.07 | 0.82 | 0.94 | 1.00 |
| Humedad relativa promedio en el laboratorio | | 44.32 | 43.89 | 43.95 | 45.09 | 44.89 | 43.34 |

Tabla 28. Continuación.

| 67 horas | 89 horas | 163 horas | 184 horas | 208 horas | 229 horas | 253 horas | 278 horas | 302 horas | 326 horas |
|----------------|----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| 67 | 89 | 163 | 184 | 208 | 229 | 253 | 278 | 302 | 326 |
| Porcentaje (%) | | | | | | | | | |
| 1.21 | 1.26 | 1.30 | 1.29 | 1.31 | 1.29 | 1.31 | 1.33 | 1.39 | 1.38 |
| 1.39 | 1.44 | 1.48 | 1.46 | 1.47 | 1.46 | 1.47 | 1.64 | 1.77 | 1.77 |
| 1.13 | 1.20 | 1.26 | 1.25 | 1.25 | 1.25 | 1.24 | 1.25 | 1.28 | 1.31 |
| 42.90 | 43.88 | 43.36 | 43.53 | 42.91 | 43.53 | 42.91 | 43.50 | 44.20 | 44.28 |

Fuente: Javier Anselmo Jaramillo Godinez, CENAM, 2018

Como puede observarse en la Tabla 28, el agente desecante ha mostrado efectivamente pérdida progresiva de humedad con el tiempo, sin embargo muestra que los tiempos para que esto ocurra son largos (hasta 326 horas, equivalente a 13 días y medio de secado).

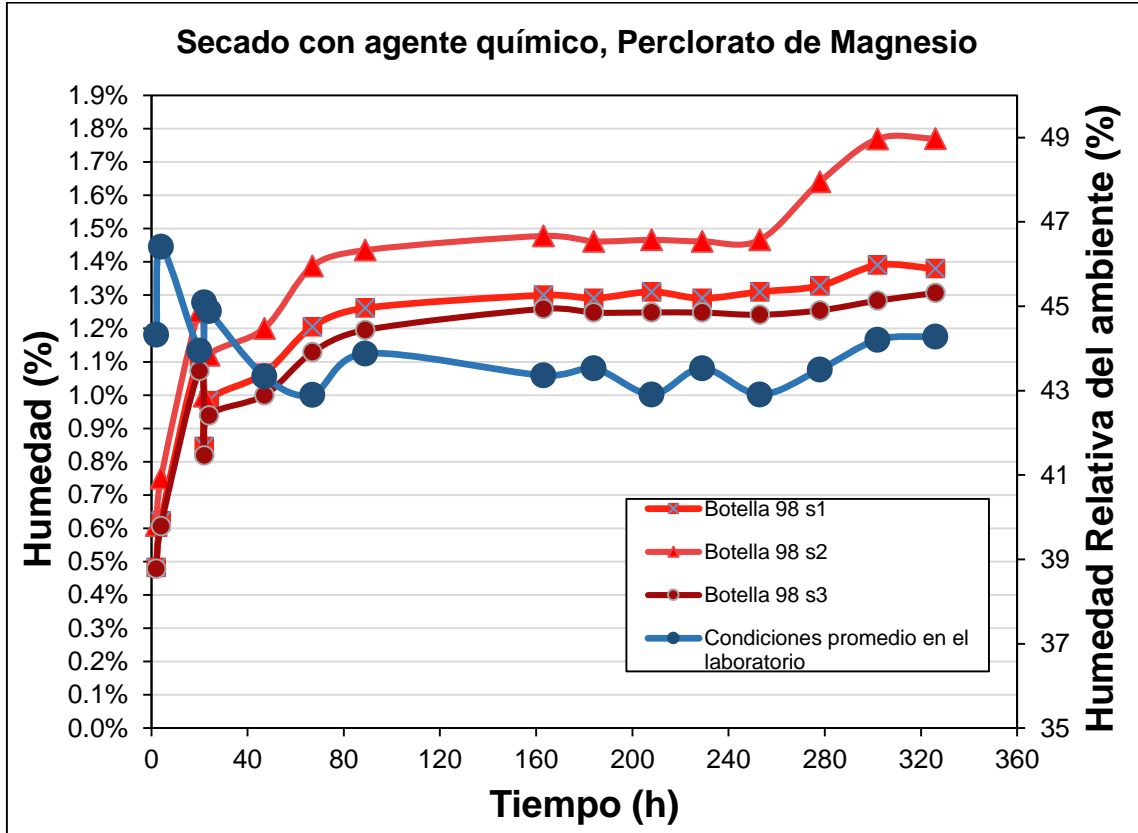


Gráfico 1. Humedad de la muestra de carbón mineral en 3 muestras de 1 gramo.

De acuerdo al Gráfico 1, se puede notar una clara tendencia del material a que con el paso del tiempo, vaya perdiendo cada vez mayores cantidades de humedad, y es, sin embargo, hasta las 300 horas donde se alcanza el punto de peso constante, dando a notar que este proceso es lento y sin embargo, no es posible asegurar aún que es toda la humedad contenida en el material. Sin embargo, de acuerdo al criterio de peso constante anteriormente definido, se decide dejar este experimento hasta este punto. Las variaciones en el valor son debidas a las mismas condiciones ambientales y error sistemático (humedad del ambiente y tiempo transcurrido desde que se saca el pesafiltro del desecador y del que se pesa en la balanza).

El intervalo del porcentaje de humedad obtenida en este experimento es de 1.31 % hasta 1.77 %.

4.5.2 Exposición de muestras de carbón mineral al medio ambiente.

De acuerdo a otro método de medición de humedad, se estudió la pérdida natural de humedad por exposición al medio ambiente, para ello se dejaron los pesafiltros con 1 gramo de muestra destapados en condiciones monitoreadas de laboratorio. Dichos resultados se concentran en la Tabla 29.

Tabla 29. Exposición al medio ambiente de muestras de carbón mineral.

| Porciento de humedad en carbón mineral | | | | | | | | | |
|--|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Tiempo en horas | 1 | 2 | 3 | 4 | 20 | 21 | 22 | 23 | 24 |
| Botella 98 s4 | -0.18 | -0.13 | -0.09 | -0.09 | -0.10 | -0.09 | -0.09 | -0.09 | -0.09 |
| Botella 98 s5 | -0.14 | -0.12 | -0.10 | -0.08 | -0.09 | -0.08 | -0.07 | -0.07 | -0.07 |
| Botella 98 s6 | -0.13 | -0.12 | -0.01 | 0.04 | 0.03 | 0.05 | 0.07 | 0.10 | 0.09 |
| Condiciones promedio de laboratorio | 45.08 | 44.81 | 44.59 | 47.72 | 44.24 | 44.97 | 45.54 | 44.64 | 45.09 |

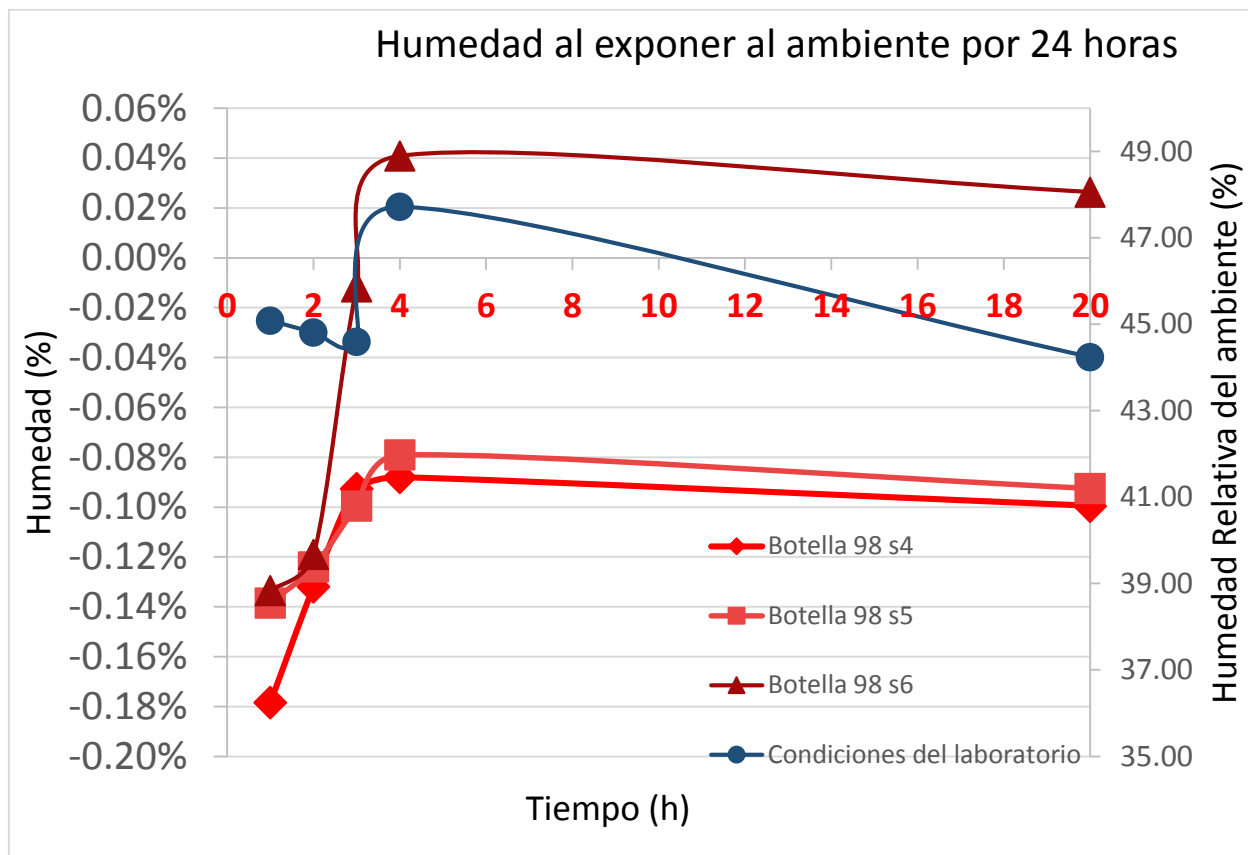
Fuente: Javier Anselmo Jaramillo Godínez, CENAM, 2018

Tabla 29. Continuación.

| Porciento de humedad en carbón mineral | | | | | | | | | | | | |
|--|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 41 | 47 | 67 | 71 | 89 | 163 | 184 | 208 | 229 | 253 | 278 | 302 | 326 |
| -0.05 | -0.01 | 0.00 | 0.03 | 0.10 | 0.03 | 0.05 | 0.09 | 0.05 | 0.09 | 0.09 | 0.10 | 0.12 |
| -0.05 | -0.02 | -0.01 | -0.01 | 0.01 | 0.00 | 0.02 | 0.02 | 0.02 | 0.02 | 0.00 | 0.01 | 0.06 |
| 0.11 | 0.14 | 0.15 | 0.18 | 0.21 | 0.21 | 0.22 | 0.30 | 0.22 | 0.30 | 0.30 | 0.32 | 0.36 |
| 44.41 | 43.71 | 43.15 | 44.26 | 43.48 | 43.82 | 44.02 | 43.21 | 44.02 | 43.21 | 43.53 | 44.18 | 43.92 |

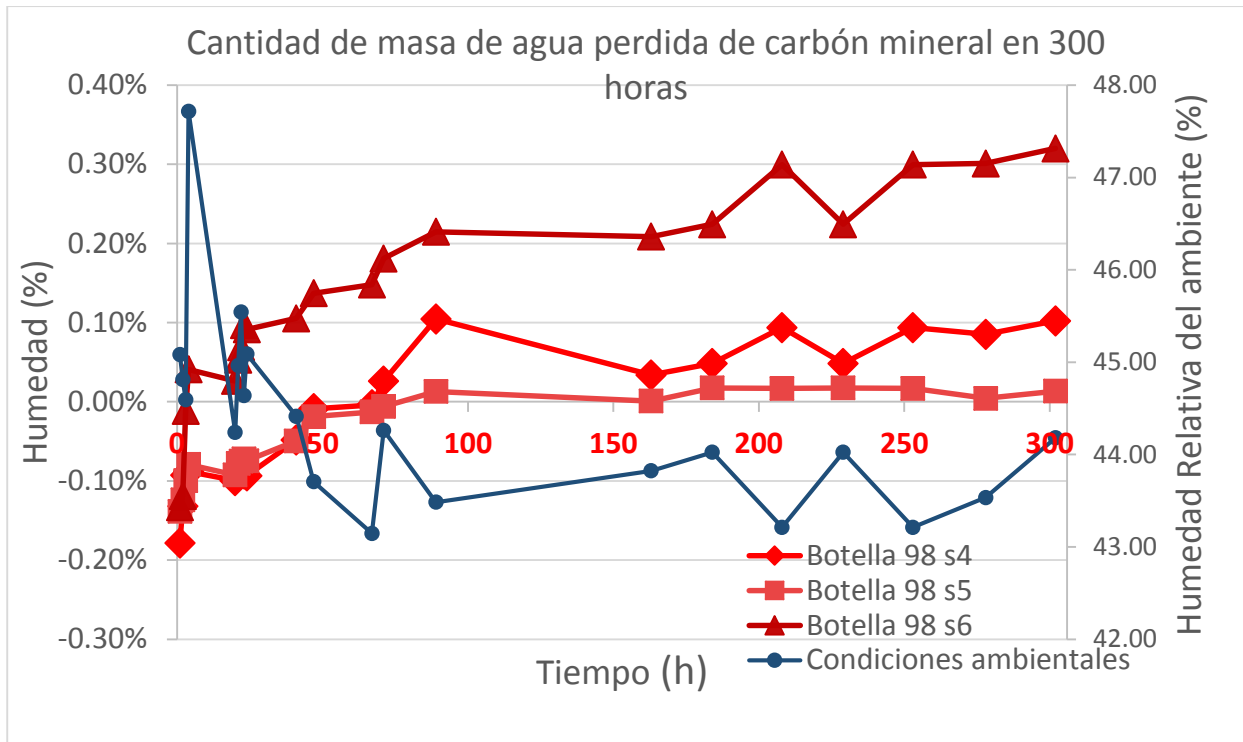
Fuente: Javier Anselmo Jaramillo Godínez, CENAM, 2018

Realizando un análisis gráfico, al comparar con las condiciones de laboratorio, los resultados se ven expresados por el Gráfico 2.



Gráfica 2. Humedad al ambiente de muestra de carbón mineral durante las primeras 24 horas expuesto.

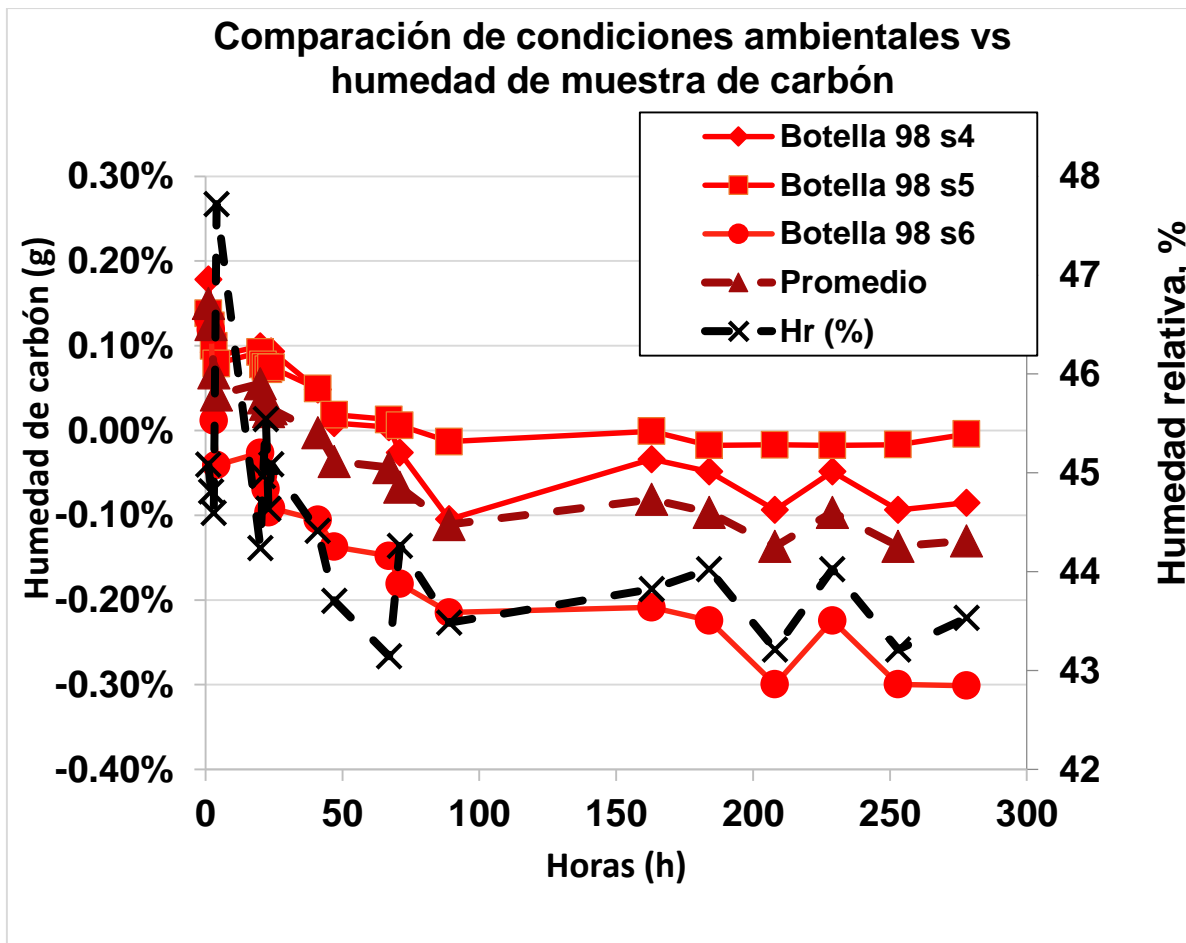
Como se puede observar, se logra alcanzar el peso constante de la muestra durante las primeras 24 horas expuesto el material, con una humedad de -0.10 % hasta 0.02 %, lo cual indica que efectivamente el material, en las primeras horas de exposición, tiende a absorber humedad. Sin embargo, se puede notar que posterior a este tiempo, la humedad se comienza a perder, tal como se resume en el Gráfica 3, el cual muestra el comportamiento de la humedad de la misma muestra pero a tiempos largos.



Gráfica 3. Secado de muestra de carbón mineral al dejar expuesto a condiciones de laboratorio durante 300 horas.

Es de observarse, que al inicio del experimento se aprecia como esa humedad adsorbida durante las primeras 24 horas (Gráfica 2), se pierde y en lugar de adsorber más, se desorbe dentro de tiempos largos, por lo que se puede reportar una pérdida de cantidad de agua expresada en % del 0.01 hasta el 0.34 %.

Esto puede dar una idea de la humedad que tiene el material, del comportamiento del carbón mineral al ser expuesto a condiciones abiertas, sin embargo, se requiere observar cómo es que estas condiciones influyen, por lo que se modifica el Gráfico 3 a manera que pueda interpretarse tal como el Gráfico 4.



Gráfica 4. Comparación de las condiciones ambientales con la humedad del carbón mineral.

Como se aprecia en la Gráfica 4, las condiciones ambientales sí influyen en gran medida con la cantidad de agua presente en el carbón mineral, esto se hace particularmente notorio al comparar las condiciones ambientales de Humedad relativa, con el comportamiento promedio de la muestra a lo largo del tiempo, ya que ambas muestran una misma tendencia, especialmente en tiempos largos.

Bajo estos resultados se afirma que las condiciones ambientales influyen en la cantidad de agua en el material al momento de pesar. A continuación se revisa la parte complementaria del experimento, la cual es, secar estas mismas muestras con estufa y diferenciar si existe algún cambio aparente en la humedad y poder posteriormente comparar con otros métodos que se revisaron en este trabajo (agente desecante y secado en estufa).

4.5.3 Secado de muestra de carbón mineral expuesto a condiciones ambiente (secado en horno).

De acuerdo a la metodología propuesta al inicio del trabajo, se procedió a desarrollar la metodología de medición de humedad mediante el secado en horno.

Para ello, se mide la cantidad de humedad que puede perder el carbón si es expuesto a condiciones de estufa, siguiendo lo establecido en la norma ASTM D5142-09 "*Standard test methods for proximate analysis of the analysis sample of coal and coke by instrumental procedures*" y el certificado del NIST para el carbón mineral bituminoso, la cual describe 2 horas en estufa a 107 °C (ver Figura 42) y 1 hora atemperando en desecador, para finalmente pesar en la balanza (Figura 43). Esta temperatura se elige con fines de poner a prueba la norma y poder afirmar que se sigue un proceso establecido para comparaciones internacionales. Los resultados de este experimento servirán para comparar más adelante con los otros métodos realizados.

Los resultados de la cantidad de humedad están dados por la Tabla 30. El resto de tablas, tanto de peso constante de pesafiltros, como el de peso constante de muestra, puede verse a detalle en el anexo 1.



Figura 42. Secado en estufa de muestras de carbón mineral a 107 °C.



Figura 43. Pesado de muestras de carbón mineral una vez se realizó el atemperamiento dentro del desecador con perclorato de magnesio.

Como se puede observar en la Figura 42, se muestra cómo se acomodaron los 5 pesafiltros dentro de la estufa a 107 °C siendo 3 muestras y 1 blanco. Todo se monitoreó con un termómetro calibrado dentro de la estufa y sobre platos de cerámica para cuidar los pesafiltros de borosilicato.

En la Figura 43, una vez que transcurre el periodo de tiempo dentro de la estufa los pesafiltros, se sacan, se dejan atemperar dentro de un desecador y posterior a esto, se pesan en la balanza analítica para determinar la humedad de la muestra.

Continuando con el experimento, se procede al paso donde se determinará la humedad desprendida por calor de cada muestra. Esto se refleja en la Tabla 30, haciendo uso de las ecuaciones ya descritas en el capítulo 3, específicamente el subtema de medición de humedad y correcciones por empuje de aire.

Tabla 30. Resumen del secado en estufa de muestras de carbón mineral expuestas previamente a condiciones ambientales.

| Secado de carbón mineral en estufa | | | | | | |
|------------------------------------|---------------|--------------|-------|-------|-------|-------|
| Ciclo de secado | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| Pesafiltro | ID | % de humedad | | | | |
| Pesafiltro 21 | Botella 98 s4 | 1.47 | 1.52 | 1.47 | 1.45 | 1.46 |
| Pesafiltro 23 | Botella 98 s5 | 1.45 | 1.51 | 1.46 | 1.43 | 1.44 |
| Pesafiltro 25 | Botella 98 s6 | 1.47 | 1.53 | 1.49 | 1.45 | 1.45 |
| Condiciones ambientales | | 45.43 | 43.49 | 43.27 | 43.80 | 42.36 |

Fuente: Javier Anselmo Jaramillo Godinez, CENAM, 2018

Como se observa en la Tabla 30, los valores muestran ser consistentes y tener una tendencia para la misma muestra, donde los valores de humedad de la muestra se encuentran entre el 1.4 % y 1.5 % de humedad en la muestra, sin embargo los resultados obtenidos son comparados de una mejor manera dentro del Gráfico 5, ya que así mismo, se comparan con las condiciones ambientales del laboratorio, ya que como se ha propuesto, estas afectan a las mediciones de humedad de la muestra.

El proceso de secado se da bajo los procedimientos establecidos en el capítulo 3, dentro del subtema “Peso constante de contenedores de muestra” y “Exposición de muestra al medio ambiente y secado en estufa”.

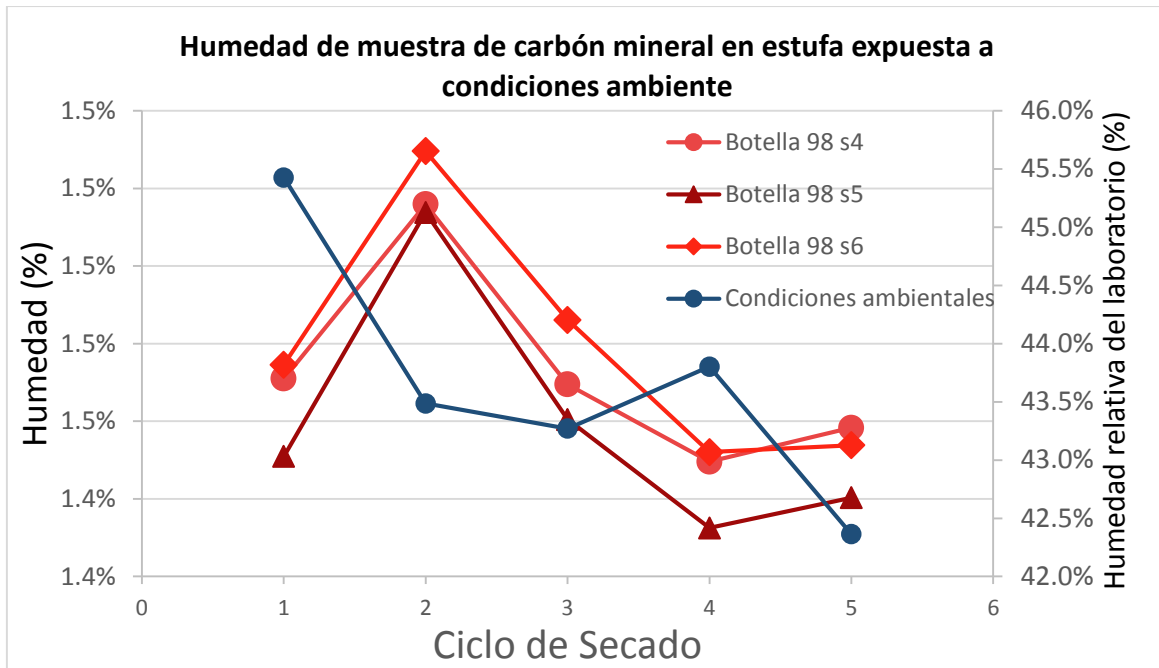


Gráfico 5. Cantidad de agua en carbón mineral por método de secado en estufa a 107 °C después de exponer al medio ambiente.

Como se muestra en el Gráfico 5, a medida que avanza cada ciclo de secado (recordando que un ciclo de secado consiste en el proceso de pesar muestra inicial, introducir en estufa, sacar y atemperar dentro de los desecadores con permanganato y el pesado en balanza para determinar la humedad), se observa que se pierde humedad hasta llegar al ciclo 4 y 5, donde se cumple el criterio de peso constante. Los valores muestran ser consistentes ya que en todas las mediciones bajan y se llega a los valores de 1.4 % a 1.5 % de humedad en la muestra.

Es de observarse que el resultado de la cantidad de humedad del material de carbón mineral de acuerdo a la sección de resultados 4.5.2 “exposición de muestras de carbón mineral al medio ambiente”, se removi6 una cantidad de aproximadamente 0.2 % de humedad a las condiciones del laboratorio, mientras que el resultado de este método de medición de humedad por estufa fue mayor. Con esto afirmamos que existe una gran diferencia entre estos dos métodos y por ello no se pueden comparar entre sí.

Adicionalmente, a diferencia del método analizado en el punto 4.5.1 “Secado con agente desecante del carbón mineral”, que se monitoreó durante casi 13 días, este proceso de secado por estufa ha demostrado ser mucho más rápido, ya que el resultado de medición por estufa se dio en sólo 2 días y medio de trabajo en laboratorio. Se hace notar que los datos obtenidos por ambos métodos reportados en este trabajo son similares, por lo cual se puede afirmar que se tienen consistencia en los datos obtenidos de ambos experimentos.

Sin embargo, es importante hacer notar que no se tiene aún la seguridad de que este valor, es el de la humedad que contiene el carbón mineral ni si es el mejor método para la determinación para certificar el material, ya que el material en este experimento primero fue expuesto al medio ambiente y posteriormente secado en estufa, por lo cual se podría pensar que podría haber una diferencia en el material por haberse encontrado expuesto tanto tiempo al medio ambiente. Por ello, se procedió a realizar los experimentos de análisis de métodos de medición de humedad siguientes, ya que es importante considerar si existe alguna diferencia aparente en el carbón mineral con otros métodos o bien, bajo otras condiciones como se revisará a continuación. Esto adicionalmente confirmará si pasó algo con el material entre estos procesos y aportara información para poder comparar resultados y saber si se llega al mismo resultado bajo condiciones diferentes. Se revisará el mismo método de medición de humedad bajo las mismas condiciones de normas establecidas, probando valore estándar de temperatura de secado, en otro los límites de esta norma, ya que como es sabido, a mayor temperatura, mayor pérdida de humedad en la muestra. Esto último es importante de destacar, ya que se está trabajando con una matriz que se puede ver afectada por la temperatura.

4.5.4 Secado de muestras de carbón mineral en estufa siguiendo norma ASTM D5142-09.

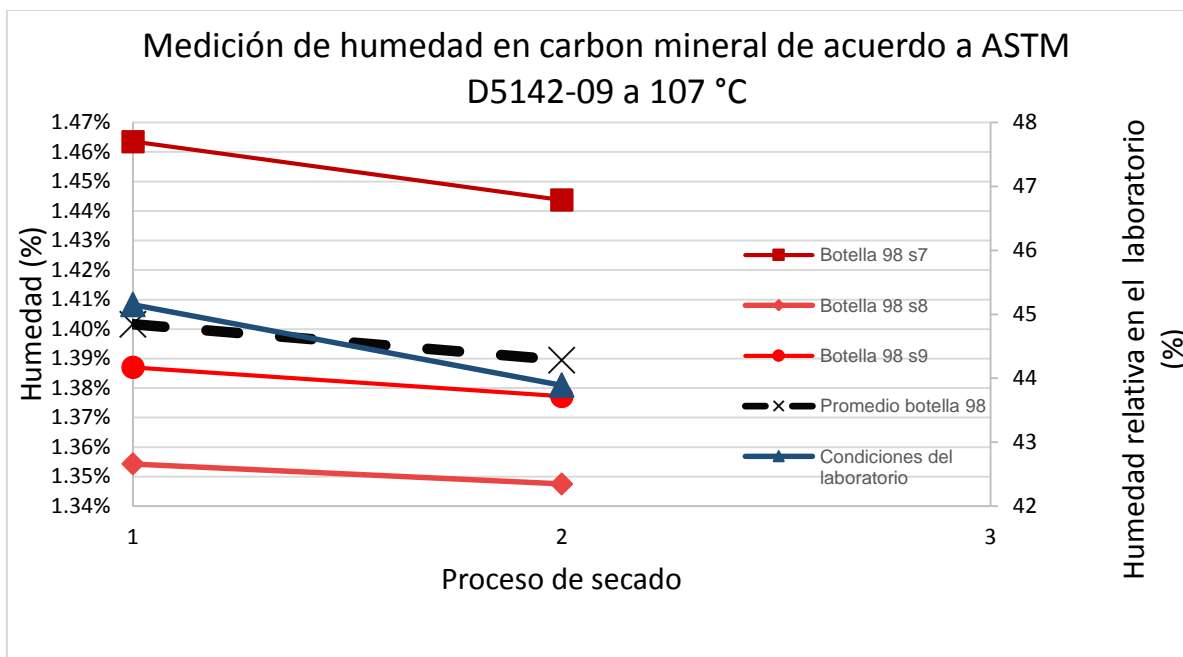
Se realizó el secado de 3 muestras de 1 gramo de carbón mineral de la botella 98, en estufa a (107 ± 2) °C durante 2 horas, tal como establece la norma ASTM D5142-09, una hora de atemperamiento dentro de los desecadores y pesado de las muestras para calcular las correcciones por empuje de aire. Los resultados se resumen en la Tabla 31 después de 2 ciclos de secado.

Tabla 31. Resumen de secado de muestras de carbón mineral de acuerdo a la normativa ASTM D5142-09 a 107 °C.

| % de Humedad | | |
|-------------------------|-------|-------|
| Ciclo de secado | 1 | 2 |
| ID | | |
| Botella 98 s7 | 1.46 | 1.44 |
| Botella 98 s8 | 1.35 | 1.35 |
| Botella 98 s9 | 1.39 | 1.38 |
| Condiciones ambientales | 45.15 | 43.89 |
| Promedio botella 98 | 1.40 | 1.39 |

Fuente: Javier Anselmo Jaramillo Godinez, CENAM, 2018

De acuerdo a la Tabla 31, se llega a cumplir el criterio de peso constante con apenas 2 ciclos de secado en estufa de las muestras de carbón mineral. Con fines ilustrativos, se expresan los resultados en el Gráfico 6 con datos promedio de las muestras.



Gráfica 6. Secado de material de carbón mineral siguiendo la norma ASTM D5142-09 a 107 °C.

Se resalta que, al igual que en el secado con estufa del carbón expuesto (4.5.3 Secado de muestra de carbón mineral expuesto a condiciones ambiente (secado en horno)), y del secado por agente desecante, los valores se mantienen en un rango de 1.39 A 1.4 % de humedad; es decir que los resultados de las tres metodologías propuestas y analizadas son en realidad muy similares, por lo que podríamos establecer que el valor verdadero de humedad de la muestra de carbón mineral se encuentra entre estos valores.

A continuación se detallará si existe alguna diferencia por cambios en el método de medición de la norma ASTM D1542-09, ya que establece un valor normal de 107 °C con intervalo ± 2 °C y un límite en 110 °C. Esto detallará si la temperatura influye o no en gran o poca medida a la matriz de carbón mineral.

4.5.5 Secado en estufa a 110 °C como marcan los límites de la norma ASTM D1542-09.

Como se mencionó antes, se realizó un análisis de la sensibilidad de medición de humedad mediante el secado del carbón con los límites establecidos de temperatura dentro de la norma ASTM, el cual es de 110 °C, esto, para probar como se mencionó, la sensibilidad del método y si se obtiene un resultado diferente a los que se han revisado hasta ahora 3 métodos. Los resultados se encuentran resumidos en la Tabla 32.

Tabla 32. Resumen de evaluación en los límites de norma ASTM D5142-09.

| % Humedad | | | | | |
|-------------------------|---------------|-------|-------|-------|-------|
| Ciclo de secado | | 1 | 2 | 3 | 4 |
| Pesafiltro | ID | | | | |
| Pesafiltro 36 | Botella 98 s7 | 1.55 | 1.27 | 1.45 | 1.45 |
| Pesafiltro 37 | Botella 98 s8 | 1.57 | 1.48 | 1.48 | 1.47 |
| Pesafiltro 38 | Botella 98 s9 | 1.52 | 1.43 | 1.41 | 1.40 |
| Condiciones ambientales | | 46.69 | 44.32 | 46.57 | 45.57 |
| Promedio Botella 98 | | 1.55 | 1.39 | 1.45 | 1.44 |

Fuente: Javier Anselmo Jaramillo Godinez, CENAM, 2018

El proceso de secado en la estufa es considerablemente rápido al concluirse la medición en 4 procesos de secado del material, esto se ve resumido en el Gráfico 8. De acuerdo a estos resultados, y los valores promedio de las 3 muestras, se arroja que el valor de humedad del carbón mineral se encuentra entre 1.44 % y 1.45 %, dando a notar, la similitud con los otros métodos ya revisados.

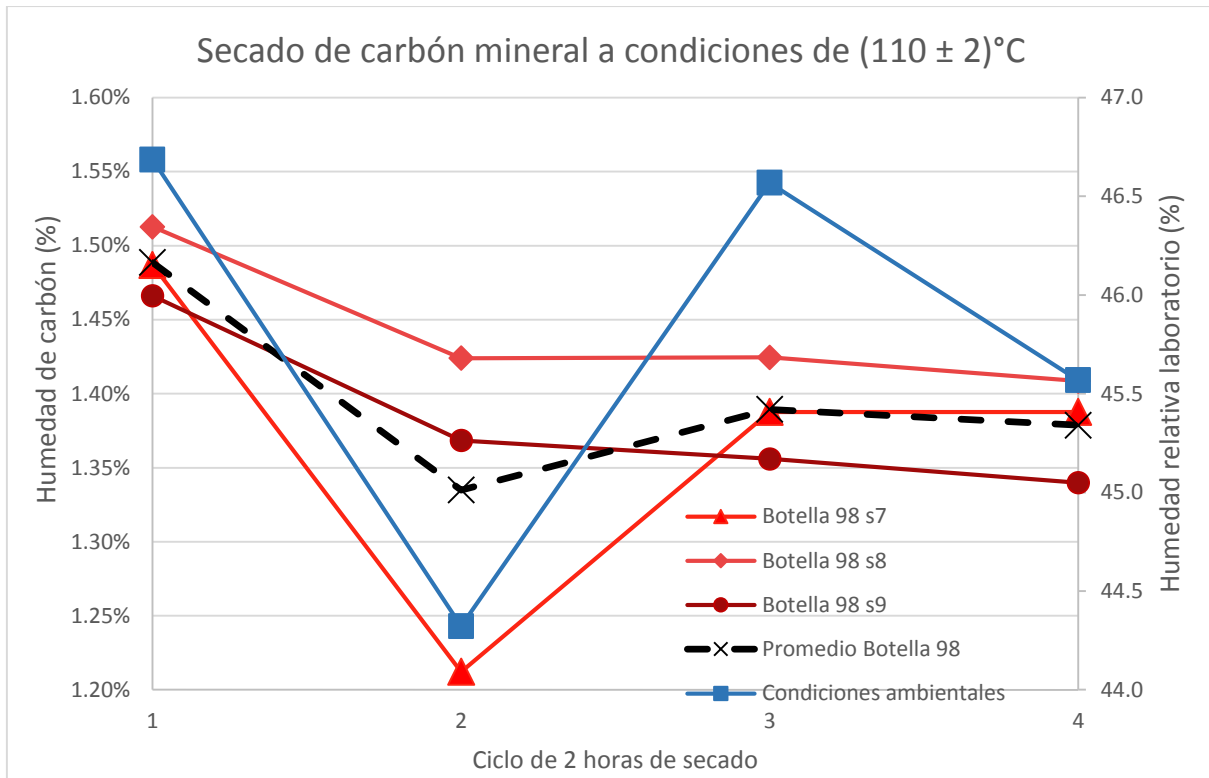


Gráfico 7. Secado de carbón mineral a condiciones de $(110 \pm 2)^\circ\text{C}$.

Como se puede observar en el Gráfico 7, los valores de humedad promedio se encuentran en 1.44 y 1.45 %, estos valores reflejan ser ligeramente superiores al método de secado en estufa a 107°C , demostrando efectivamente que a mayor temperatura de secado, la muestra pierde mayor humedad, sin embargo, este valor es pequeño, por lo que no es muy sensible el cambio de temperatura de secado, ya que llega a ser comparable con los otros métodos antes revisados a 107°C y con agente desecante a condiciones ambientales.

Con los resultados obtenidos de este y los otros 4 métodos de medición de humedad en las muestras de carbón mineral, se procede a analizar cada uno de estos de forma estadística para poder determinar el más adecuado y seleccionarlo como el óptimo para poder realizar la medición de humedad de todo el lote de carbón mineral que servirán para la certificación.

4.5.6 Resumen de medición y comparación de los métodos de medición de humedad en carbón mineral con errores asociados.

De acuerdo a los resultados que se obtuvieron durante el trabajo para determinar el método más adecuado de medición de humedad de las muestras de carbón mineral, se realizó una comparación estadística de cada uno, considerando los factores de covarianza y desviación estándar para poder analizarlos en términos de porcentaje de error de medición y de valor reportado por método.

Todos los métodos empleados en este trabajo pueden resumirse dentro de la Tabla 33:

Tabla 33. Resumen-Comparación de los métodos de medición de humedad junto con su desviación estándar y covarianza.

| Resumen de medición de humedad en muestra de carbón mineral, botella 98 en % | | | | | |
|--|--|-----------------|--|----------------------------------|-----------------------------------|
| Método de secado | Experimento Exposición al ambiente + secado en estufa | | Con agente desecante (Mg(ClO ₄)) | ASTM D5142-09 (107 ± 2) °C | ASTM D5142- 09 (110 ± 2) °C |
| | Exponiendo al ambiente | (107 ± 2) °C | | | |
| Número ciclos de secado | | 5 | 326 h | 2 | 4 |
| Humedad relativa promedio del laboratorio | 44.18 | 42.36 | 44.28 | 43.89 | 45.57 |
| Valores de humedad de las 3 muestras, en % | 0.10 | 1.46 | 1.38 | 1.44 | 1.39 |
| | 0.01 | 1.44 | 1.77 | 1.35 | 1.41 |
| | 0.32 | 1.45 | 1.31 | 1.38 | 1.34 |
| Promedio | 0.15 | 1.45 | 1.49 | 1.39 | 1.38 |
| Desv. Est. | 0.16 | 0.01 | 0.25 | 0.05 | 0.04 |
| CV % | 108.7 | 0.6 | 16.8 | 3.5 | 2.5 |

Fuente: Javier Anselmo Jaramillo Godinez, CENAM, 2018

Cabe señalar que los valores obtenidos llegan a ser muy comparables entre sí, dando a notar que los resultados son muy confiables y consistentes, sin embargo, con esta tabla y el porcentaje de covarianza obtenido no puede diferenciarse de forma clara estos valores para hacer una comparación clara y sencilla. Por eso se expresarán de forma gráfica que tan similares son estos valores de los 4 métodos de medición de humedad entre sí y que tanto error asociado al valor hay. Esto se puede observar en el Gráfico 8.

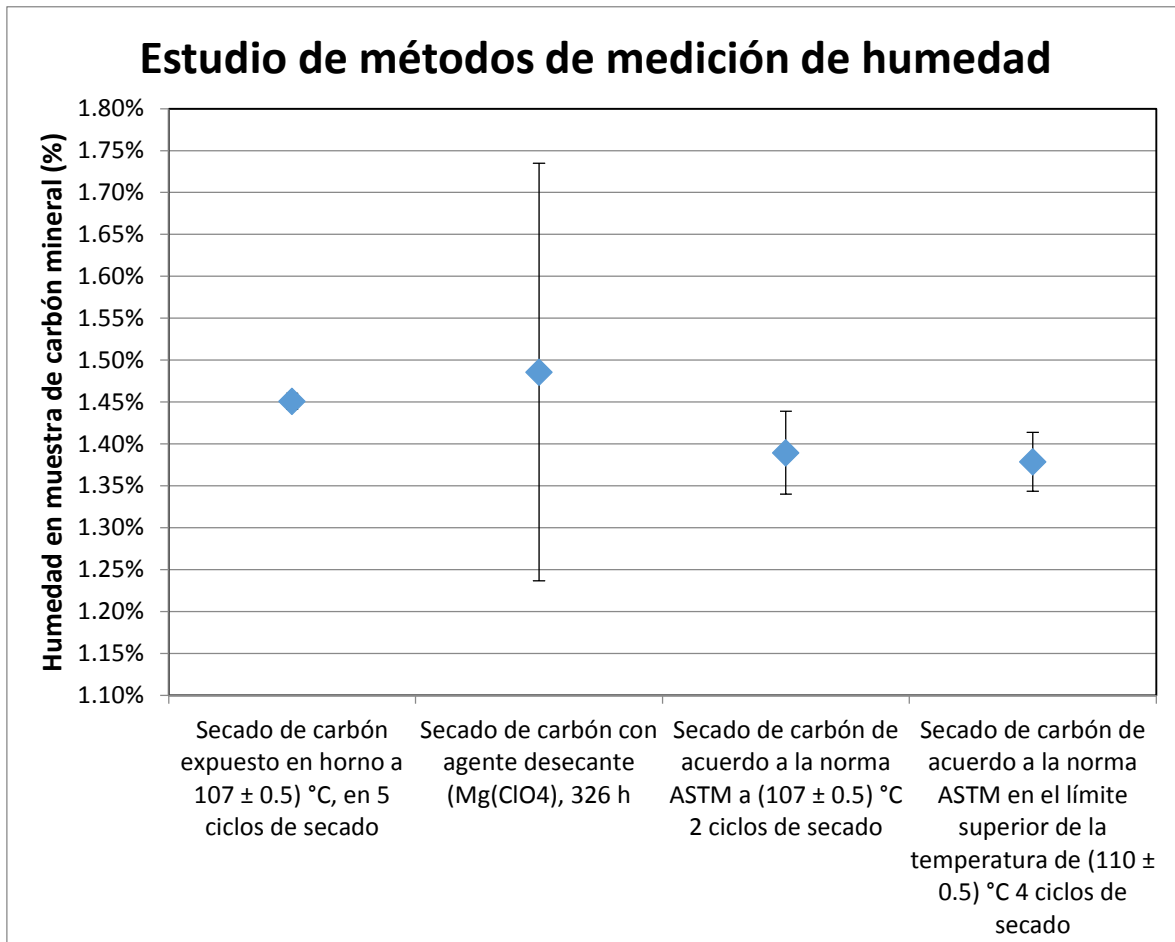


Gráfico 8. Comparación de métodos de secado de carbón mineral de la botella 98 con errores asociados (ASTM D5142-09).

En el Gráfico 8, los errores son considerablemente grandes en el método de secado por agente desecante (16.8 %), sin embargo, esto puede deberse al hecho de tener un valor aleatorio o error sistemático, por lo que es de considerar descartarlo, aunque al hacer esto, podría no proporcionar suficiente información como para poder dar un reporte. Por otro lado, se puede afirmar que no es seguro de si la humedad medida es realmente toda la cantidad máxima que podía obtenerse con el agente desecante, ya que como se ha visto durante el desarrollo, puede seguir perdiendo humedad la muestra de carbón en periodos de tiempo cada vez más largos (se recuerda que para este experimento se emplearon 13 días de trabajo en laboratorio).

Por otro lado, en los otros métodos el error se conserva en 3.5 % y 2.5 %, los cuales son relativamente bajos, sin embargo convendría hacer la sugerencia de volver a realizar ambos experimentos para asegurar un valor. Aún con estos detalles, ambos valores para el secado en estufa muestran ser consistentes y concordar. Una solución a este problema en general es descartar los valores fuera de los rangos de medición de humedad de la muestra por método, esto, debido a posibles errores sistemáticos, dando entonces lugar a resultados con errores más pequeños.

Con el análisis de todo esto se afirma que los mejores métodos para determinar la humedad en una muestra de carbón mineral, son los que están establecidos por la norma ASTM D5142-09, ya que son los que muestran errores más pequeños; y además, también muestran ser más rápidos que los otros métodos de medición, junto con que es una metodología establecida y reconocida internacionalmente para la estandarización de la medición, por lo cual es conveniente seleccionar este método. Los valores reportados en estos 2 métodos, concuerdan entre sí junto con los otros métodos estudiados, por lo cual se afirma que la humedad se encuentra dentro de los valores de 1.4 % aproximadamente.

Por todas estas razones, se elige como método de medición para certificar el material de carbón mineral, el método por la norma ASTM D5142-09 a 107 ± 2 °C. Ahora bien, como proceso final de este trabajo, se analizan los resultados obtenidos al medir la humedad de muestras representativas de todo el lote de carbón mineral;

es decir, medición de humedad por este método seleccionado para los frascos del lote número 1, 128 y 256, siendo el primero, medio y último del lote, esto nos asegura homogeneidad de los resultados y que sea representativo del lote.

4.5.7 Medición de humedad de diferentes muestras del lote de carbón mineral con el método final seleccionado

Las muestras a las cuales se les midió la humedad comprenden de las unidades 1, 128 y 256 del lote completo producido en este trabajo.

Los resultados de humedad de la muestra vienen dados por las Tablas 34, 35 y 36, mientras que los valores tomados para los cálculos de este experimento se encuentran en el anexo 1.

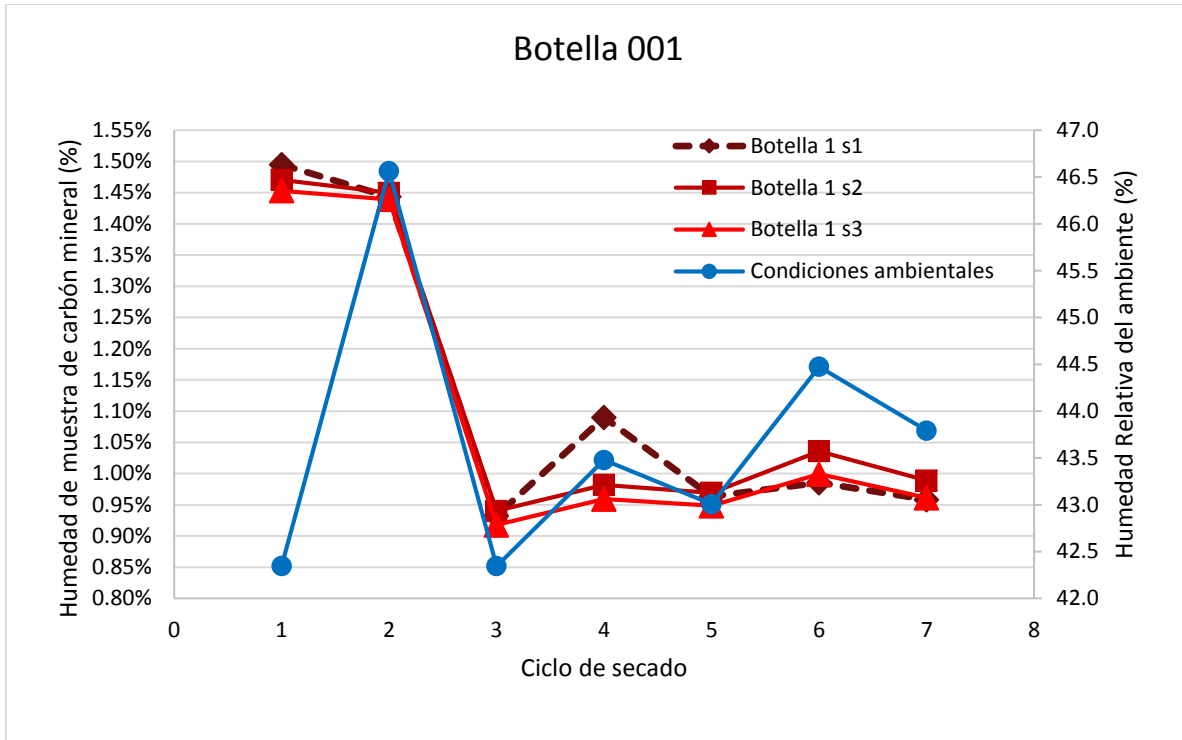
Además de determinar la humedad de la muestra dentro de los primeros 2 ciclos de secado del carbón mineral, como ya se había determinado en el apartado anterior respecto al método más eficiente de medir la humedad de la matriz de carbón; se realizó en paralelo una propuesta de medición de la variable del tiempo de secado como prueba de robustez para el secado en estufa, esto se encuentra reflejado en que después del segundo ciclo de secado, las muestras fueron expuestas a un ciclo largo de poco más de 82 horas para verificar si a la muestra le pasa algo con el transcurso del tiempo como se verá a continuación.

Tabla 34. Evaluación del tiempo de secado de la muestra 001 del lote de carbón mineral.

| Porciento de humedad en la Botella 001 | | | | | | | |
|--|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Ciclo de secado | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Tiempo de secado (h) | 2 | 4 | 86 | 88 | 90 | 92 | 94 |
| Proceso de secado | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Botella 1 s1 | 1.49 | 1.44 | 0.93 | 1.09 | 0.96 | 0.99 | 0.96 |
| Botella 1 s2 | 1.47 | 1.45 | 0.94 | 0.98 | 0.97 | 1.04 | 0.99 |
| Botella 1 s3 | 1.45 | 1.44 | 0.92 | 0.96 | 0.95 | 1.00 | 0.96 |
| h_r de laboratorio | 42.35 | 46.56 | 42.35 | 43.48 | 43.01 | 44.47 | 43.79 |

Fuente: Javier Anselmo Jaramillo Godinez, CENAM, 2018

Como se puede observar, de acuerdo a la Tabla 34, entre el ciclo de secado 2 y el 3, existe una gran diferencia en el valor de humedad obtenida, esto es debido a la variación del tiempo de secado, dando a notar que con el tiempo continuo de secado le ocurre algo a la muestra, ya que no se ha registrado anteriormente algún valor de humedad similar en todos los experimentos realizados hasta ahora; todo esto puede apreciarse de forma más clara en el Gráfico 9:



Gráfica 9. Evaluación del tiempo de secado en muestras de la botella 001 del lote de carbón mineral.

Se observa en el Gráfico 9 cómo varía la humedad de la muestra de forma tan drástica al tercer ciclo de secado (que equivale a 86 horas de secado), sin embargo, el valor de humedad de la muestra en el ciclo de secado siguiendo la norma ASTM D5142-09 a 107 ± 2 °C, concuerda con lo descrito en resultados de experimentos ya anteriormente realizados al tomar una decisión sobre el método de medición de humedad más adecuado.

De acuerdo a la medición detallada de la humedad en el lote completo de carbón mineral, se continúa utilizando este mismo método de la norma ASTM D5142-09 a 107 ± 2 °C, para saber si el comportamiento del lote completo en sus secciones, media y final, se comportan de forma similar.

Los resultados de las mediciones con las botellas 128 (botella media del lote) y 256 (última botella del lote) vienen dados por las Tablas 35 y 36:

Tabla 35. Evaluación del tiempo de secado de la muestra 128 del lote de carbón mineral.

| Porcentaje de humedad en la Botella 128 | | | | | | | |
|---|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Ciclo de secado | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Tiempo de secado (h) | 2 | 4 | 86 | 88 | 90 | 92 | 94 |
| Proceso de secado | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Botella 128 s1 | 1.43 | 1.41 | 0.91 | 0.94 | 0.93 | 0.96 | 0.92 |
| Botella 128 s2 | 1.39 | 1.39 | 0.94 | 0.97 | 0.96 | 1.00 | 0.96 |
| Botella 128 s3 | 1.37 | 1.40 | 0.83 | 0.87 | 0.86 | 0.89 | 0.87 |
| hr de laboratorio | 43.21 | 45.95 | 41.66 | 43.03 | 42.42 | 44.36 | 43.14 |

Fuente: Javier Anselmo Jaramillo Godinez, CENAM, 2018

De acuerdo a la Tabla 35, se puede apreciar que el comportamiento es similar a la muestra 1 del lote de carbón mineral, tanto en el valor de la humedad al segundo ciclo de secado, cómo en la modificación de la matriz al mantener el secado durante 86 horas continuas.

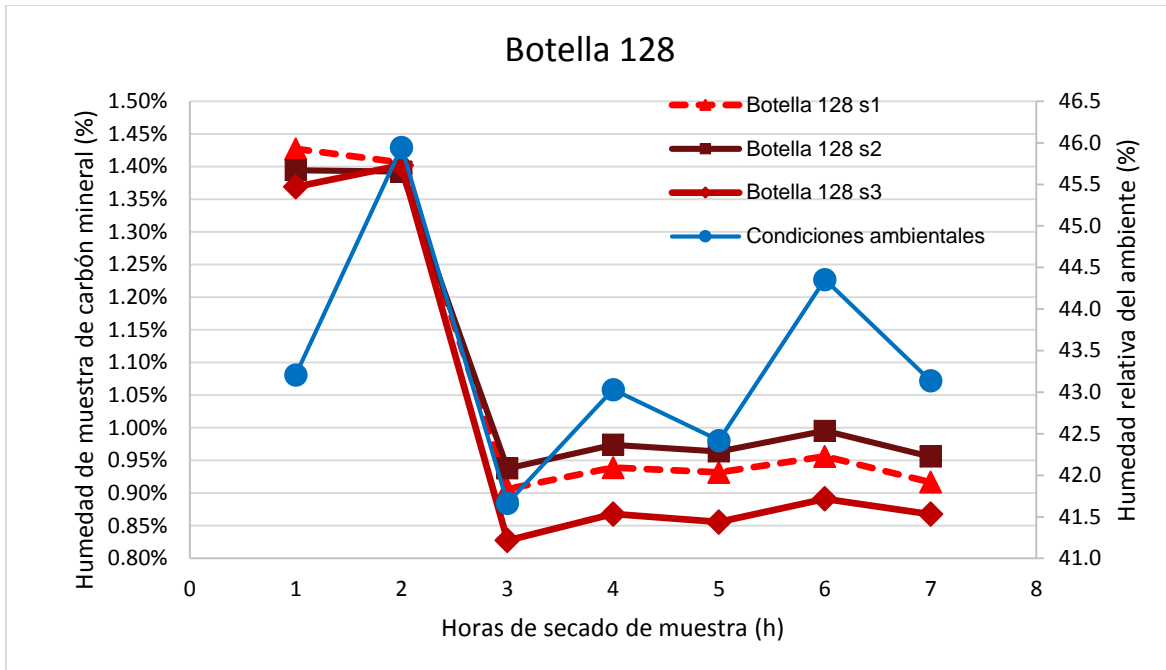
Tabla 36. Evaluación del tiempo de secado de la muestra 256 del lote de carbón mineral.

| Porcentaje de humedad en la Botella 256 | | | | | | | |
|---|-------|------|-------|-------|-------|--------|-------|
| Ciclo de secado | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Tiempo de secado (h) | 2 | 4 | 86 | 88 | 90 | 92 | 94 |
| Proceso de secado | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Botella 256 s 1 | 1.42 | 1.38 | 0.77 | 0.82 | 0.80 | 0.91 | 0.78 |
| Botella 256 s2 | 1.41 | 1.39 | 0.78 | 0.82 | 0.80 | 0.95 | 0.79 |
| Botella 256 s3 | 1.38 | 1.34 | 0.79 | 0.82 | 0.79 | 0.97 | 0.78 |
| hr de laboratorio | 43.54 | 45.4 | 41.25 | 42.87 | 42.58 | 43.998 | 42.91 |

Fuente: Javier Anselmo Jaramillo Godinez, CENAM, 2018

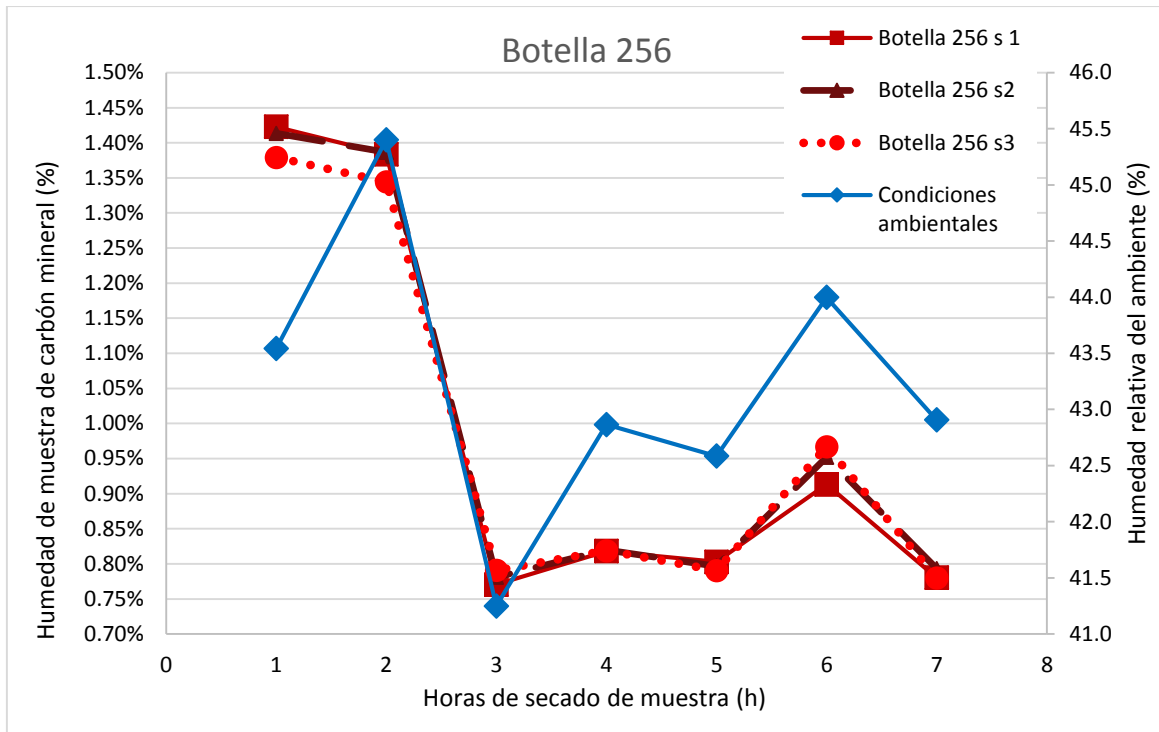
Una vez más, se puede apreciar en la Tabla 36, un comportamiento muy similar al de las Tablas 34 y 35, donde al ciclo de secado 2, se muestra un valor similar a

1.4 % de humedad y al secar durante 86 horas, una modificación en el secado de las muestras, sin embargo, estos resultados de humedad pueden apreciarse de mejor forma en el Gráfico 10 y Gráfico 11.



Gráfica 10. Evaluación del tiempo de secado en muestras de la botella 128 del lote de carbón mineral.

De acuerdo a lo observado dentro del Gráfico 10, se muestra una tendencia al comportamiento de las condiciones ambientales con la humedad medida en las 3 submuestras de carbón mineral de la botella 128 del lote completo. También se hace notar lo antes mencionado, hay un cambio drástico en el material donde al pasar 86 horas de secado, se encuentra una pérdida de humedad mucho mayor a comparación de lo antes reportado, por lo cual se hace pensar que el material es susceptible al tiempo de secado y temperatura.



Gráfica 11. Evaluación del tiempo de secado en muestras de la botella 256 del lote de carbón mineral.

Gráficamente se hace notar que el tiempo de secado de la muestra influye en gran medida el resultado obtenido de humedad en esta matriz de carbón mineral, ya que entre el secado 2 y el 3, se encuentra una diferencia de 82 horas continuas de secado, tal como se ve en las Tablas 35, 36 y 37; sin embargo, continuando con el proceso de secado se hacen destacar varias cosas:

- Los resultados iniciales en los primeros 2 ciclos de secado de la medición de humedad concuerdan con los reportados sobre la evaluación de diferentes métodos de secado.

- Todos los resultados de las mediciones muestran ser consistentes y relacionados con la medición de humedad relativa del medio ambiente, es decir, que se realizó una medición correcta de las muestras donde el posible error sea sólo debido a la manipulación durante la medición.

- El tiempo de secado influye en gran medida el valor de humedad obtenido, pensando que la muestra sufre de algún tipo de modificación debido al periodo largo

de tiempo que se le da, ya que como se observa en las gráficas, el valor de humedad obtenida después de este periodo largo de tiempo de secado, no vuelve aparentemente a ser retomado.

Con estos resultados se detecta que el material de carbón mineral no es sensible en una gran medida al cambio de temperatura en intervalos pequeños (± 3 °C), pero que si se ve muy influenciado por el tiempo de secado de la muestra.

Ahora bien, analizando los resultados de humedad en el lote en general, se tienen los siguientes resultados:

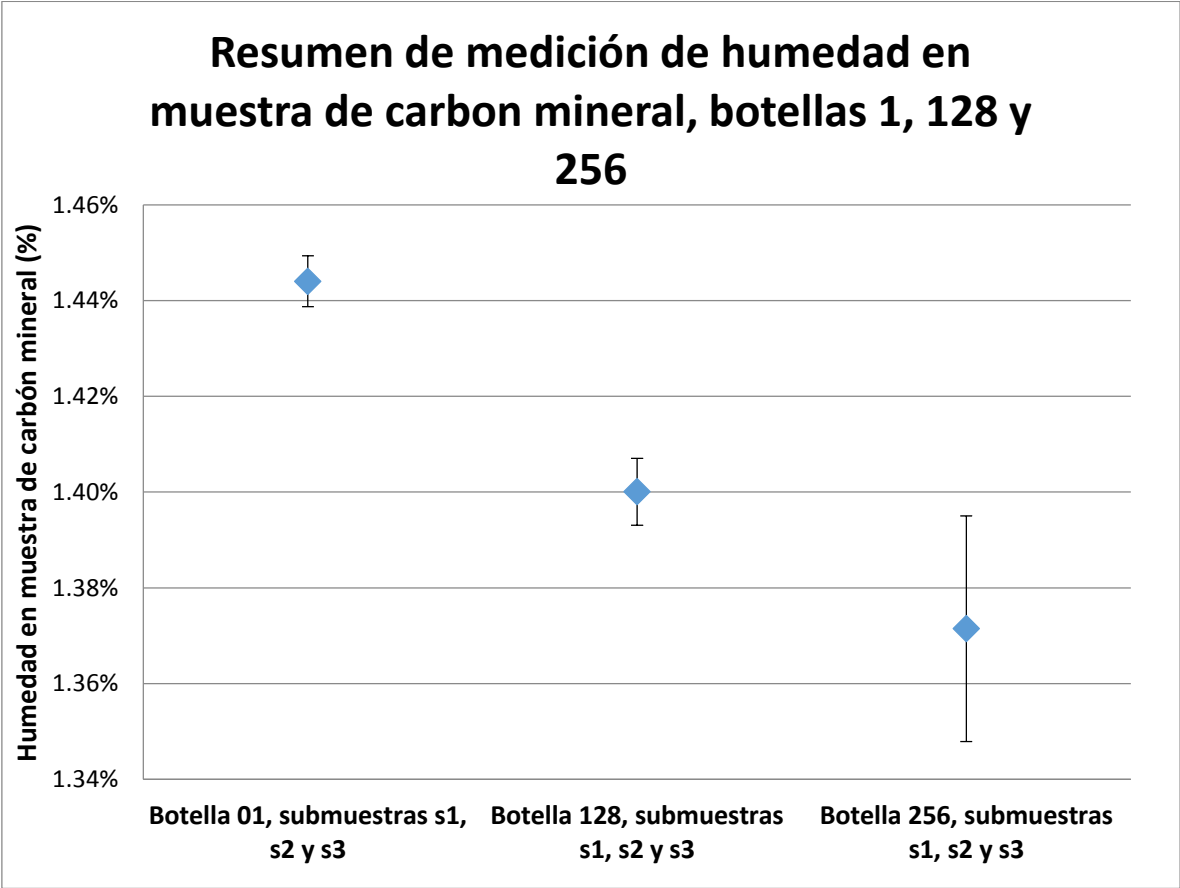
Tabla 37. Comparación y análisis de la humedad en las diferentes botellas del lote de carbón mineral

| Resumen de medición de humedad en muestra de carbón mineral, botella 1, 128 y 256 | | | |
|---|---|--|--|
| | Botella 01, submuestras s1, s2 y s3 | Botella 128, submuestras s1, s2 y s3 | Botella 256, submuestras s1, s2 y s3 |
| Humedad relativa promedio del laboratorio (%) | 43.71% | 43.39% | 43.22% |
| Valores de humedad de las 3 muestras, en % | 1.44% | 1.41% | 1.38% |
| | 1.45% | 1.39% | 1.39% |
| | 1.44% | 1.40% | 1.34% |
| Promedio | 1.44% | 1.40% | 1.37% |
| Desv. Est. | 0.01% | 0.01% | 0.02% |
| CV % | 0.4% | 0.5% | 1.7% |

Fuente: Javier Anselmo Jaramillo Godínez, CENAM, 2018

Como se puede observar en la Tabla 37, en los resultados de las botellas 01 y 128, los errores asociados a la medición en ambos es del 0.4 % y 0.5 %, haciendo notar que los valores de humedad se encuentran entre 1.44 y 1.4 %, por lo cual la humedad se puede asegurar que se encuentra dentro del valor; sin embargo, dentro de la botella 256, se encuentra que hay un error del 1.7 %, haciendo notar una medición de la humedad en una de las submuestras, por lo cual se puede afirmar

que hubo un error sistemático dentro de la medición de estas botellas, esto, posiblemente en parte a que eran muchas muestras dentro de los desecadores y, debido a la constante manipulación por la persona, pudieran estas submuestras variar sus valores de humedad. Todos estos resultados pueden encontrarse concentrados en la Gráfica 12.



Gráfica 12. Resumen y comparación de las mediciones de humedad en las muestras del lote de carbón mineral.

Como es de observarse en la Gráfica 12, los errores dentro de las botellas 01 y 128, son muy pequeños y muestran ser consistentes entre si, sin embargo, al observar la muestra 256, se observa un error mayor.

Por todo esto, se concluye que el valor de humedad del lote de carbón mineral se encuentra entre el 1.4 % y el 1.44 % de humedad con un error asociado al 0.1 %, mientras que convendría realizar una medición de la humedad de nuevo en la

botella 256, para corroborar los datos, ya que aparentemente hay valores que no concuerdan entre sí y que hay variación.

Sin embargo, y es muy interesante mencionarlo, se muestra, de acuerdo a la Gráfica 12, cómo varía la humedad de cada botella en función del orden en que se van realizando las mediciones, ya que se observa que conforme es el orden, la cantidad de humedad es menor, esto, debido posiblemente a que conforme se avanza al medir, las muestras van retomando humedad del ambiente, lo cual tendría sentido ya que se exponen las muestras al momento de sacar cada una de las submuestras de los desecadores y, además, conservando relativamente el mismo error en todos los casos, por lo cual, se puede decir que las mediciones fueron correctas, más sin embargo, pudiera ser que las variaciones en el valor de la humedad se dieran por algún tipo de error sistemático, ya sea el tiempo que tarda la persona en medir, o bien, el orden, o la cantidad de muestras medidas.

Capítulo 5: Recomendaciones

Durante el trabajo de desarrollo de este material de referencia pueden hacerse destacar varios puntos:

El carbón es de fácil molienda, siempre y cuando se encuentre dentro de un intervalo definido y no muy grande de tamaño de partícula, por ejemplo, en este trabajo, el que se molió a mano, fue el que se encontraba en tamaño $150 < x < 177 \mu\text{m}$.

Mientras tanto, la muestra que mostró una mayor facilidad para pulverizar fue aquella cuyo tamaño de partícula era de $100 > x > 150 \mu\text{m}$, destacando que en la molienda, bastaba con el roce entre el mazo y la charola para producir partículas más finas, manteniendo así a la vez un buen control de la temperatura a lo largo de todo el procesamiento.

En el proceso de tamizado del lote de carbón mineral, se demostró que el tiempo de tamizado no es una variable que determina el grado de recuperación del material, sin embargo, sí es muy importante no llenar el tamiz más del 70 % de su capacidad, ya que esto asegurará que no haya una correcta separación de las distribuciones de tamaño de partículas, ya que se evita el paso entre malla debido a una obstrucción entre las mismas.

Durante el proceso de secado, al usar el desecador con agente desecante, se hace una fuerte recomendación en mantenerlos con suficiente silicón para el sellado, esto debido a que gracias a las continuas operaciones de apertura y cerrado durante las mediciones de humedad, los desecadores pierden silicón, perdiéndose por los bordes del contenedor, provocando que no exista un correcto sellado. Por esto, la revisión y reemplazo de silicón es crucial para esta operación de medición de

humedad que es llevada a escala de resolución de 0.00001 g, evitando en lo posible, errores sistemáticos.

Es de considerar que se le debe de dar el tiempo adecuado al material para su atemperamiento dentro del desecador, ya que de no ser así, esto provocará variaciones en la balanza llevando a registros erróneos de peso y por ello, una mayor cantidad de ciclos de secado.

Es importante, por parte del operador, mantener siempre el mismo orden y cuidado al momento de secar el material, ya que esto puede llevar a errores notorios, debido a la escala de la medición, por lo cual no se deben de descartar además de los efectos del medio ambiente en la medición de humedad, los errores sistemáticos provocados por el personal que realiza la medición.

El método de secado con agente desecante mostró un buen grado de secado, tal que se puede comparar con el de secado con horno, sin embargo los tiempos para el carbón mineral son muy largos (13 días aproximadamente) y el error aleatorio asociado a la medición alto (16%). Considerando esto, se hace la afirmación de que si bien el método puede no ser tan preciso, puede usarse este mismo como un método complementario con el de secado con estufa, ya que el secado con agente desecante excluye la evaporación de posibles gases o sustancias volátiles atrapadas en la matriz a analizar al agregar temperatura, lo que genera un resultado más confiable.

Es muy importante la rapidez con la que se tapan los pesafiltros dentro de la estufa, ya que al tenerla abierta, se promueve en gran medida el choque térmico y que el pesafiltro pierda fácilmente calor y absorba humedad, dando como resultado un mayor número de ciclos de secado para llegar al peso constante.

El criterio de peso constante no aplica a todos los casos. Tal es el caso de secado con agente desecante y el de exposición al medio ambiente, ya que como se pudo observar, el material a pesar de encontrar el peso constante a tiempos aparentemente cortos, se mantenía en tiempos largos perdiendo agua en cantidades no significativas, por lo que se sugiere continuar midiendo por lo menos

2 veces más para observar las pendientes de las gráficas y poder asegurar que ya no hay pérdida, o bien, ganancia de humedad no significativa (en el caso de que se mida el agua no esencial adsorbida y absorbida).

La cantidad de agua que se puede desprender al secar, depende enormemente de la temperatura que se use en la estufa, por lo cual es importante mantener un control en el intervalo de temperaturas para el secado de las muestras ya que puede proporcionar errores importantes.

Es importante recalcar que el tiempo de secado de la muestra es crucial para evitar algún cambio en el material que se quiere estudiar, ya que a tiempos largos de secado, en el caso del carbón mineral, este tiende a perder una cantidad de peso muy grande y, además, esto se mantiene conforme el tiempo, por lo que no podría asegurarse que es sólo humedad lo que se pierde en la muestra. También es importante el tiempo que tarda el operador en realizar cada medición, ya que esto puede provocar que haya una ganancia de humedad en las muestras, dando como resultado, una mayor incertidumbre de la medición al estudiar una gran cantidad de muestras al mismo tiempo.

Capítulo 6: Conclusiones

Las normas consultadas de ASTM y las publicaciones del NIST, así como el certificado que emiten estas mismas, relacionadas con carbón mineral o matriz similar, utilizan todos un intervalo de partícula de lo que se encuentra atrapado por encima de la malla No. 60, sin embargo, dentro del CENAM, se hace la propuesta y uso de muestras a lo correspondiente a un intervalo de una malla mucho más fina, la de tamaño 100, esto debido a trabajos internos de desarrollo de un método de digestión ácida que permitirá la solubilidad completa de la matriz de carbón mineral, donde se realizaron pruebas con diferentes tamaños de partícula, y, el que mostró mejores resultados fué el correspondiente a la malla número 100 (un tamaño de partícula menor al estipulado de 60 que establecen las normas y publicaciones consultadas) que se desarrolló en este trabajo.

Todo esto es así ya que se está proponiendo una metodología adecuada para la medición total del mercurio en la matriz de carbón mineral, ya que en muchos trabajos se ha hecho esta certificación a niveles internacionales sin poder procesar en su totalidad la matriz de carbón mineral (es decir, medir mercurio en una solución 100% disuelta, ya que esta matriz es muy compleja y difícil de solubilizar sin perder los gases de mercurio), sin embargo, este tema es otro y la continuación a este trabajo, por lo cual sólo se menciona y se establece que dentro de los trabajos dentro del CENAM, a la fecha, se ha desarrollado una metodología para la preparación del material de referencia de carbón mineral, con un tamaño de partícula, homogeneidad, envasado, sellado, etiquetado, e identificación de humedad del lote adecuado para poder medir mercurio en disoluciones acuosas en su totalidad.

Se logran cumplir los objetivos establecidos para este trabajo, los cuales son:

-Desarrollo de metodología, separación y producción mediante tamizado y molienda para la producción de un lote de 256 unidades de carbón mineral de 20 gramos cada uno con una distribución de tamaño de partícula adecuado para el uso propuesto (tamaño de partícula $150 < x < 177 \mu\text{m}$).

-Homogenización y envasado de las 256 unidades de carbón mineral en atmósfera inerte de argón.

-Etiquetado y sellado al vacío del lote producido de unidades de carbón mineral de acuerdo a la guía ISO 31 para su posterior certificación y venta a los clientes de CENAM.

-Determinación de un método adecuado para la medición de humedad en base a los estudios de los diferentes métodos de medición de humedad que se desarrollaron en el presente trabajo.

-Determinación de la humedad del lote de carbón mineral empleando la metodología de secado con horno, evaluando en base a la norma ASTM D5142-09 y el certificado del NIST para el carbón mineral sub-bituminoso. Se seleccionó este método ya que era el que mostró mayor confianza en la medición. El valor de humedad se encuentra entre los valores de 1.44 y 1.4 % de humedad teniendo covarianzas del 0.1%, es decir, el porcentaje de error en la medición, por lo que la medición es correcta.

Todo el desarrollo de la metodología de preparación del material de referencia de carbón mineral fue de acuerdo a lo establecido en las normas ISO, con el motivo de cumplir con los requisitos necesarios para la certificación del candidato a material de referencia. Por ello, el material es apto para la certificación y comparaciones internacionales.

Se cumplió la caracterización de la humedad de la matriz, dando a entender que el material por sí solo, no es higroscópico, por lo que no hay temor a que la humedad del material se modifique apreciablemente en un momento dado estando almacenado.

Cabe mencionar que aún hace falta desarrollar algunos aspectos complementarios y subsecuentes a este proyecto, ya que es importante continuar con los estudios de homogeneidad, de preparación de muestra (proceso de digestión ácida) y el de medición del analito, donde la técnica que se empleará será la de espectrofotometría por generación de vapores fríos a base de cloruro estanoso. Esto nos podrá ayudar a cuantificar las cantidades de mercurio presentes en la matriz y, además, reportar el valor de homogeneidad, con lo cual podría hacerse la certificación del carbón mineral para medir mercurio. Sin embargo, de acuerdo al tiempo de estancia dentro de las instalaciones del CENAM y al alcance del tema, sólo se pudo abarcar el trabajo hasta este punto.

Bibliografía

- Alejandrina Gallego Pico, Rosa M. Garcinuño Martínez, Ma José Morcillo Ortega. (2013). *“Experimentación en química analítica”*. UNED. UNIVERSIDAD NACIONAL DE EDUCACION A DISTANCIA. Madrid.
- AOAC. (1993). *The referee*. Journal of AOAC (Association of Official Analytical Chemists) International, pp. 17, 5-9.
- ASTM. (2009). *Norma ASTM D5142-09 “Standard test methods for proximate analysis of the analysis sample of coal and coke by instrumental procedures”*.
- ASTM. (2011). *Norma ASTM D3173-11 “Standard test method for moisture in the analysis simple of coal and coke”*.
- ASTM. (2013). *Norma ASTM D2013/D2013M-12 “Standard practice for preparing coal samples for analysis”*.
- ASTM. (2015). *Norma ASTM D121-15 “Standard Terminology of coal and coke”*.
- Berghof products+instruments. (s.f.). *Theory of sample preparation using acid digestion, pressure digestion and microwave digestion (microwave decomposition)*. Alemania
- Castillo Rodríguez Francisco, Roldán Ruiz María Dolores, Blasco Plá Rafael, Huertas Romera María José, Caballero Domínguez Francisco J., Moreno-Vivián Conrado, Martínez Luque-Romero Manuel. (2005). *“Biotecnología Ambiental”*, Editorial Tébar, Madrid, España.
- CENAM. (2005). *Procedimiento interno: 620-AC-P.541 Procesamiento de materiales de referencia de matriz natural*.
- CENAM. (2007). *Procedimiento interno: 600-AC-IT.008 Limpieza del material utilizado en la Dirección General de Metrología de Materiales*.

- CENAM. (2008). *Procedimiento interno: 600-AC-FO.034 Cédula de supervisión y control: desarrollo de material de referencia y certificación de material de referencia.*
- CENAM. (2009) *Procedimiento interno: 600-AC-P.085 Desarrollo de materiales de referencia certificados, su control en la producción.*
- CENAM. (2009). *Procedimiento interno: 600-AC-FO.034 Cédula de supervisión y control: desarrollo de material de referencia y certificación de material de referencia.*
- CENAM. (2010) *Procedimiento interno: 620-AC-IT.037 Encendido, operación y apagado del equipo tamizador de polvos.*
- CENAM. (2010). *Procedimiento interno: 620-AC-IT.057 Obtención de Material a Peso Constante*
- CENAM. (2011). *Procedimiento interno: 620-AC-P.561 Digestión de muestras orgánicas e inorgánicas usando el horno de microondas Mars.*
- Compilation of Elemental Concentration Data for NBS Clinical, Biological, Geological, and Environmental Standard Reference Materials
- Coordinación general de minería. (2017). “*Perfil de mercado del carbón*”.
Recuperado de:
https://www.gob.mx/cms/uploads/attachment/file/184823/Perfil_Carbon_2016.pdf
- David L. Duewer, Reenie M. Parrís, Edward White V, Willie E. May. (2004). “*NIST Special Publication 1012.*”
- David L. Duewer, Reenie M. Parris, Edward White V., Willie E. May, Howard Elbaum. (2004). “*An approach to the metrologically sound traceable assessment of the chemical purity of organic reference materials*” NIST Special Publication 1012, Gaithersburg.

- David Reid. (2006). *“Water Determination in Food” Department of Food Science and Technology*, University of California, Davis, USA.
- Douglas A. Skoog, Donald M. West, F. James Holler, Stanley R. Crouch. (2015). *“Fundamentos de Química Analítica”* Novena Edición, Editorial Thomson, pág 972-975.
- Dr. R. F. Walker, Brookman Brian. (1998). *“Guidelines for the In-House Production of Reference Materials”*. LGC Version 2.
- Fernández Bremauntz, Yarto Ramírez, Castro Días José. (2004). *“Las sustancias tóxicas persistentes en México”* Instituto Nacional de Ecología, Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales, pág 218-229.
- Gills T. E., Seward R. W., Collins R. J., (1983). *“Sampling, materials handling, processing, and packaging of NBS sulfur in coal standard reference materials”*, NIST.
- González Carlos A., Choquette Steven. (2014). *“Certificate of analysis Standard Reference Material 1632d “trace elements in Coal (Bituminous)”* NIST.
- González Carlos A., Choquette Steven. (2017). *“Certificate of analysis Standard Reference Material 1635a “trace elements in Coal (Subbituminous)”* NIST.
- Instituto Nacional de Ecología y Cambio Climático. (2017). *“El Convenio de Minamata entrará en vigor en agosto de 2017”*. Recuperado de: <https://www.gob.mx/inecc/prensa/el-convenio-de-minamata-entrara-en-vigor-en-agosto-de-2017-108220?idiom=es>.
- International Energy Agency. (2018). *CO2 Emissions from fuel combustion: Overview*. Recuperado de: <http://www.iea.org/publications/freepublications/publication/CO2EmissionsFromFuelCombustion2017Overview.pdf>.
- International Energy Agency. (2018). *Technology Roadmap: Low-Carbon Transition in the Cement Industry*, Recuperado de:

<http://www.iea.org/publications/freepublications/publication/TechnologyRoadmapLowCarbonTransitionintheCementIndustry.pdf>.

International Energy Agency. (2018). *World Energy Balances: Overview 2017*.

Recuperado de:

<http://www.iea.org/publications/freepublications/publication/WorldEnergyBalances2017Overview.pdf>

Isengard, H. D. (1995). “*Rapid water determination in food stuffs. Trends Food Science and Technology*”. p.p. 6, 155-162.

ISO. (2006). ISO GUIDE 35:2006 “*Materiales de referencia-Principios generales y estadísticos para certificación*”.

ISO. (2009). ISO GUIDE 33 “*Uses of certified reference materials*”

ISO. (2015). ISO GUIDE 30 “*Terms and definitions used in connection with reference materials*”

ISO. (2015). ISO GUIDE 32 “*Calibration in analytical chemistry and use of certified reference materials*”

ISO. (2016). ISO GUIDE 17034:2016 “*General requirements for the competence of reference material producers*”

ISO. (2017). ISO GUIDE 31 “*Reference materials-Contents of certificates and labels*”

ISO. (2017). ISO GUIDE 35:2017 “*Reference materials-Guidance for characterization and assesment of homogeneity and stability*”, Fourth edition 2017-08, Switzerland

ISO. (2017). ISO/DIS 17034 “*General requirements for the competence of reference material producers*”

Joint Committee for Guides in Metrology (JCGM). 2008. 200:2008 “*International vocabulary of metrology- Basic and general concepts and associated terms*”. BIPM. 3rd Edition.

- José Ma Storch de Gracia y Asencio, Tomás García Martín. (2004). *“Introducción a la edafología: origen, evolución, especies minerales, clasificación y reconocimiento de suelos”*. Universidad Alfonso X El Sabio, Madrid.
- L. Mann, Jacqueline Kelly W. Robert & Macdonald. (2002). *“Observations of anomalous mass-loss behavior in SRM coals and cokes on drying”* Annual Chem.
- Marulanda Tatiana T., López Gómez María E. (s.f.) *“Estudio de la calidad del carbón de la empresa Carbones de Savaleta S.A. con el fin de satisfacer la demanda industrial”* Medellín, Colombia
- Mavrodineanu R., Gills T. E. (1985). *“Summary of the coal, ore, mineral, rock and refractory standards issued by the National Bureau of Standards”* NIST, September.
- Mketo, N., Nomngongo, P.N., Ngila, J.C. (2016). *Microchemical Journal 124 (2016) 201–208 “An innovative microwave-assisted digestion method with diluted hydrogen peroxide for rapid extraction of trace elements in coal samples followed by inductively coupled plasma-mass spectrometry”*.
- Moreno R. Ma. Genoveva, González R. Norma, Arvizu T. Rocío. (2007). *“Manual de Buenas Prácticas de Laboratorio”*; Publicación CNM-MRD-PT008, CENAM; México.
- Organización Mundial de la Salud. (2017). *“El mercurio y la salud”*. Recuperado de: <http://www.who.int/es/news-room/fact-sheets/detail/mercury-and-health>.
- P. H. Douchafour. (2002). *“Resumen del Manual de Edafología”* Universidad de Salamanca.
- Poulin J, Gibb H. (2008). *Mercurio: Evaluación de la carga de morbilidad ambiental a nivel nacional y local*. Editora, Prüss-Üstün A. Organización Mundial de la Salud, Ginebra. (OMS, Serie Carga de Morbilidad Ambiental, no. 16).
- Qian Zhu. (2014). *“Coal Sampling and analysis standards”* IEA Clean Coal Centre.

- Quétel C. R. & Vassileva E. (2006). *“Influence of the correction for moisture/water content on the quality of the certification of cadmium, cooper and lead mass fractions on rice”* IRMM.
- Ruckold Stephan, Heinz Grobecker Karl, Isengard Heinz-Dieter. (2000). *“Water as a source of errors in reference materials”*.
- Sánchez Oscar, (2005). *“Temas sobre Restauración ecológica”*, Instituto Nacional de Ecología, pág 233-235.
- Servicio Geológico Mexicano. (2015). *“Qué es el carbón mineral”*, Recuperado de: <https://www.gob.mx/cms/uploads/attachment/file/157798/Que-es-el-carbon-mineral.pdf>
- Thomas E. Gills. (1984). *“Methods on procedures used at the National Bureau of Standards to Certify Sulfur in Coal SRM’s for Sulfur Content, Calorific Value, Ash content”* NIST, December..
- Vassileva E., Quétel C. R. (2006). *Influence of the correction for moisture/wáter content the quality of the certification of cadmium, cooper and lead mass fractions in rice Geel, Belgium*, pp.1486, 1487.
- World Health Organization.1990. *“Enviromental Health Criteria 101: Methylmercury”*. United Nations Enviroment Programme, Geneva.
- Yazgan, S., Bernreuther, A., Ulberth, F., &Isengard, H.-D. (2006). *Water-an important parameter for the preparation and proper use of certified reference materials*. Food Chemistry. pp. 96, 411-417.

Anexos

Anexo. Tablas de pruebas para determinar peso constante en pesafiltros vacíos

1.-Peso constante para pesafiltros vacíos usados en el experimento de secado al ambiente y secado con agente desecante

Tabla 1. Peso inicial de pesafiltros vacíos

| 15/06/2018 | | | Peso inicial | | | Desecador 1 | | Perclorato de magnesio | | | | |
|---------------|--------|----------|--------------|--------------------------------------|------------------------|-------------------|------------------|---------------------------------------|--------------------------|-------------------------|---------------|-----------------------------------|
| ID | Deriva | m_1 | Deriva | $m_{corr. \text{ por der. y cert.}}$ | $T (^{\circ}\text{C})$ | $P \text{ (hPa)}$ | $HR \text{ (%)}$ | $T \text{ (^{\circ}\text{C})}_{corr}$ | $P \text{ (hPa)}_{corr}$ | $HR \text{ (%)}_{corr}$ | ρ_{aire} | $m_{corr. \text{ por emp. aire}}$ |
| Pesafiltro 21 | 0 | 52.72511 | 0 | 52.72509 | 20.32 | 808.1 | 45.47 | 20.23 | 805.655 | 46.27 | 0.95207 | 52.74134 |
| Pesafiltro 22 | 0 | 54.57344 | 0 | 54.57342 | 20.3 | 808.1 | 45.45 | 20.21 | 805.655 | 46.25 | 0.95214 | 54.59024 |
| Pesafiltro 23 | 0 | 57.26156 | 0 | 57.26154 | 20.28 | 808.1 | 45.43 | 20.19 | 805.655 | 46.23 | 0.95222 | 57.27919 |
| Pesafiltro 24 | 0 | 53.14765 | 0 | 53.14763 | 20.25 | 808.1 | 45.47 | 20.16 | 805.655 | 46.27 | 0.95232 | 53.16401 |
| Pesafiltro 25 | 0 | 54.12608 | 0 | 54.12606 | 20.26 | 808.02 | 45.43 | 20.17 | 805.575 | 46.23 | 0.95220 | 54.14274 |
| Pesafiltro 26 | 0 | 55.99319 | 0 | 55.99317 | 20.3 | 808.02 | 45.43 | 20.21 | 805.575 | 46.23 | 0.952054 | 56.01042 |
| Pesafiltro 27 | 0 | 56.84218 | 0 | 56.84216 | 20.27 | 808.02 | 45.26 | 20.18 | 805.575 | 46.06 | 0.952181 | 56.85968 |
| Pesafiltro 28 | 0 | 56.59908 | 0 | 56.59906 | 20.23 | 808.02 | 45.51 | 20.14 | 805.575 | 46.31 | 0.952301 | 56.61650 |
| Pesafiltro 29 | 0 | 56.23055 | 0 | 56.23053 | 20.17 | 808.02 | 45.47 | 20.08 | 805.575 | 46.27 | 0.952524 | 56.24786 |
| Pesafiltro 30 | 0 | 52.74713 | 0 | 52.74711 | 20.21 | 808.02 | 45.76 | 20.12 | 805.575 | 46.56 | 0.952348 | 52.76337 |

Tabla 2. Ciclo de secado 1 de pesafiltros vacíos usados para el experimento de secado al ambiente y secado con agente desecante

| 15/06/2018 | | | Secado 1 | | | Desecador 1 | | Perclorato de magnesio | | | | | | |
|---------------|--------|----------|----------|------------------------------|-----------------|-------------|----------|------------------------|------------------|-----------------|---------------|---------------------------|------------------------|--|
| ID | Deriva | m_1 | Deriva | $m_{corr. por der. y cert.}$ | $T (^{\circ}C)$ | $P (hPa)$ | $HR (%)$ | $T (^{\circ}C)_{corr}$ | $P (hPa)_{corr}$ | $HR (%)_{corr}$ | ρ_{aire} | $m_{corr. por emp. aire}$ | $\Delta m_1 - m_0 (g)$ | |
| Pesafiltro 21 | 0 | 52.72441 | 0 | 52.72439 | 20.32 | 805.92 | 46.34 | 20.23 | 803.475 | 47.14 | 0.949393 | 52.74059 | 0.00075 | |
| Pesafiltro 22 | 0 | 54.57214 | 0 | 54.57212 | 20.32 | 805.92 | 45.2 | 20.23 | 803.475 | 46 | 0.949511 | 54.58889 | 0.00135 | |
| Pesafiltro 23 | 0 | 57.26124 | 0 | 57.26122 | 20.33 | 806.92 | 44.34 | 20.24 | 804.475 | 45.14 | 0.950752 | 57.278843 | 0.00035 | |
| Pesafiltro 24 | 0 | 53.14731 | 0 | 53.14729 | 20.34 | 806.92 | 46.09 | 20.25 | 804.475 | 46.89 | 0.950534 | 53.163644 | 0.00037 | |
| Pesafiltro 25 | 0 | 54.12574 | 0 | 54.12572 | 20.27 | 806.92 | 46.13 | 20.18 | 804.475 | 46.93 | 0.950785 | 54.142379 | 0.00036 | |
| Pesafiltro 26 | 0 | 55.99295 | 0 | 55.99293 | 20.24 | 806.85 | 45.93 | 20.15 | 804.405 | 46.73 | 0.950832 | 56.010164 | 0.00026 | |
| Pesafiltro 27 | 0 | 56.84203 | 0 | 56.84201 | 20.25 | 806.92 | 46.34 | 20.16 | 804.475 | 47.14 | 0.950836 | 56.859506 | 0.00017 | |
| Pesafiltro 28 | 0 | 56.59887 | 0 | 56.59885 | 20.18 | 806.85 | 46.13 | 20.09 | 804.405 | 46.93 | 0.951030 | 56.616274 | 0.00023 | |
| Pesafiltro 29 | 0 | 56.23025 | 0 | 56.23023 | 20.24 | 806.78 | 46.3 | 20.15 | 804.335 | 47.1 | 0.950710 | 56.247535 | 0.00033 | |
| Pesafiltro 30 | 0 | 52.74689 | 0 | 52.74687 | 20.17 | 806.7 | 46.22 | 20.08 | 804.255 | 47.02 | 0.95087 | 52.763106 | 0.00027 | |

Tabla 3. Ciclo de secado 2 de pesafiltros vacíos usados para el experimento de secado al ambiente y secado con agente desecante

| 18/06/2018 | | | Secado 2 | | | Desecado r 1 | | Perclorato de magnesio | | | | | |
|---------------|----------|----------|----------|------------------------------|-----------------|--------------|-----------|------------------------|------------------|------------------|---------------|---------------------------|----------------------|
| ID | Derivada | m_t | Derivada | $m_{corr. por der. y cert.}$ | $T (^{\circ}C)$ | $P (hPa)$ | $HR (\%)$ | $T (^{\circ}C)_{corr}$ | $P (hPa)_{corr}$ | $HR (\%)_{corr}$ | ρ_{aire} | $m_{corr. por emp. aire}$ | $\Delta_{m3-m2} (g)$ |
| Pesafiltro 21 | 0 | 52.72454 | 0 | 52.72452 | 20.26 | 807.36 | 46.09 | 20.17 | 804.915 | 46.89 | 0.951348 | 52.74075 | - 0.00016 |
| Pesafiltro 22 | 0 | 54.57187 | 0 | 54.57185 | 20.25 | 807.29 | 45.76 | 20.16 | 804.845 | 46.56 | 0.95133 | 54.58865 | 0.00024 |
| Pesafiltro 23 | 0 | 57.26101 | 0 | 57.26099 | 20.26 | 807.29 | 45.64 | 20.17 | 804.845 | 46.44 | 0.95131 | 57.27862 | 0.00022 |
| Pesafiltro 24 | 0 | 53.14718 | 0 | 53.14716 | 20.28 | 807.29 | 45.59 | 20.19 | 804.845 | 46.39 | 0.95124 | 53.16352 | 0.00012 |
| Pesafiltro 25 | 0 | 54.12554 | 0 | 54.12552 | 20.25 | 807.29 | 45.39 | 20.16 | 804.845 | 46.19 | 0.95137 | 54.14218 | 0.00019 |
| Pesafiltro 26 | 0 | 55.99277 | 0 | 55.99275 | 20.32 | 807.22 | 45.59 | 20.23 | 804.775 | 46.39 | 0.951015 | 56.00998 | 0.00018 |
| Pesafiltro 27 | 0 | 56.84178 | 0 | 56.84176 | 20.27 | 807.22 | 45.39 | 20.18 | 804.775 | 46.19 | 0.95121 | 56.85926 | 0.00024 |
| Pesafiltro 28 | 0 | 56.59876 | 0 | 56.59874 | 20.25 | 807.14 | 45.39 | 20.16 | 804.695 | 46.19 | 0.951195 | 56.61616 | 0.00011 |
| Pesafiltro 29 | 0 | 56.23041 | 0 | 56.23039 | 20.25 | 807.07 | 45.39 | 20.16 | 804.625 | 46.19 | 0.95111 | 56.2477 | - 0.00017 |
| Pesafiltro 30 | 0 | 52.74674 | 0 | 52.74672 | 20.16 | 807.14 | 45.35 | 20.07 | 804.695 | 46.15 | 0.95152 | 52.76296 | 0.00014 |

Tabla 4. Ciclo de secado 3 de pesafiltros vacíos usados para el experimento de secado al ambiente y secado con agente desecante

| 18/06/2018 | | | Secado 3 | | DESECADOR 1 | | | Perclorato de magnesio | | | | | | |
|---------------|--------|----------|----------|------------------------------|-------------|-----------|----------|--------------------------|---------------------------|--------------------------|---------------|---------------------------|-----------------------|--|
| ID | Deriva | m_1 | Deriva | $m_{corr. por der. y cert.}$ | T (°C) | P (hPa) | HR (%) | T (°C) _{corr} | P (hPa) _{corr} | HR (%) _{corr} | ρ_{aire} | $m_{corr. por emp. aire}$ | Δm_{3-m2} (g) | |
| Pesafiltro 21 | 0 | 52.72466 | 0 | 52.724648 | 19.99 | 805.31 | 47.13 | 19.9 | 802.865 | 47.93 | 0.94979148 | 52.74085147 | - 0.00009 | |
| Pesafiltro 22 | 0 | 54.57204 | 0 | 54.572028 | 20 | 805.31 | 47.13 | 19.91 | 802.865 | 47.93 | 0.94975495 | 54.58879856 | - 0.00014 | |
| Pesafiltro 23 | 0 | 57.2612 | 0 | 57.261188 | 20.02 | 805.24 | 46.8 | 19.93 | 802.795 | 47.6 | 0.94963205 | 57.27878269 | - 0.00016 | |
| Pesafiltro 24 | 0 | 53.14733 | 0 | 53.147318 | 20.09 | 805.24 | 46.8 | 20 | 802.795 | 47.6 | 0.94937665 | 53.16364423 | - 0.00012 | |
| Pesafiltro 25 | 0 | 54.12575 | 0 | 54.125738 | 20.09 | 805.38 | 46.72 | 20 | 802.935 | 47.52 | 0.94955119 | 54.14236784 | - 0.00018 | |
| Pesafiltro 26 | 0 | 55.9929 | 0 | 55.992888 | 20.17 | 805.38 | 46.47 | 20.08 | 802.935 | 47.27 | 0.94928505 | 56.01008669 | - 0.00010 | |
| Pesafiltro 27 | 0 | 56.84192 | 0 | 56.841908 | 20.16 | 805.46 | 46.43 | 20.07 | 803.015 | 47.23 | 0.94942065 | 56.85936997 | - 0.00011 | |
| Pesafiltro 28 | 0 | 56.59899 | 0 | 56.598978 | 20.17 | 805.46 | 46.43 | 20.08 | 803.015 | 47.23 | 0.94938421 | 56.61636467 | - 0.00020 | |
| Pesafiltro 29 | 0 | 56.23041 | 0 | 56.230398 | 20.18 | 805.46 | 46.43 | 20.09 | 803.015 | 47.23 | 0.94934778 | 56.24767079 | - 0.00003 | |
| Pesafiltro 30 | 0 | 52.74688 | 0 | 52.746868 | 20.21 | 805.53 | 46.34 | 20.12 | 803.085 | 47.14 | 0.9493309 | 52.76307043 | - 0.00010 | |

Determinación de cantidad de agua en carbón mineral mediante el método de secado con agente desecante

Tabla 4. Peso inicial de muestra para el secado con agente desecante

| 02/07/2018 | | | | Pesado inicial | | | | | | | | | | | | | |
|---------------|---------------|----------------------|--------------------------------|---------------------------|--------------------------|------------------------------------|-------------------------------|--------|---------|--------|------------------------|-------------------------|------------------------|----------------------|---|--------------------|---|
| Pesafiltro | ID | <i>m_v</i> | <i>m_v</i> corregida | <i>m_{carbón}</i> | <i>m_{total}</i> | <i>m_{total}</i> corregida | <i>m_{diferencia}</i> | T (°C) | P (hPa) | HR (%) | T (°C) _{corr} | P (hPa) _{corr} | HR (%) _{corr} | ρ_{aire} | <i>m_{blanco}</i> por emp. aire | Masa de carbón (g) | Masa de carbón corregida por empuje de aire |
| Pesafiltro 26 | Botella 98 s1 | 55.99339 | 55.99337 | 1.00069 | 56.99434 | 56.99432 | 1.00095 | 20.28 | 809.85 | 45.76 | 20.19 | 807.405 | 46.56 | 0.95426 | | 1.00095 | 1.00154066 |
| Pesafiltro 27 | BLANCO | 56.84252 | 56.84250 | 0 | 56.84252 | 56.84250 | | 20.25 | 809.81 | 45.81 | 20.16 | 807.405 | 46.61 | 0.95437 | 56.86006 | 0 | 0 |
| Pesafiltro 28 | Botella 98 s2 | 56.59932 | 56.59930 | 1.00071 | 57.59964 | 57.59962 | 1.00032 | 20.21 | 809.41 | 46.01 | 20.12 | 806.965 | 46.81 | 0.95397 | | 1.00032 | 1.00091011 |
| Pesafiltro 29 | BLANCO | 56.23075 | 56.23073 | 0 | 56.23075 | 56.23073 | | 20.17 | 809.41 | 45.84 | 20.08 | 806.965 | 46.64 | 0.95413 | 56.24809 | 0 | 0 |
| Pesafiltro 30 | Botella 98 s3 | 52.74726 | 52.74724 | 1.00047 | 53.74746 | 53.74744 | 1.0002 | 20.25 | 809.34 | 46.18 | 20.16 | 806.895 | 46.98 | 0.953727 | | 1.0002 | 1.00078988 |

Fuente: Javier Anselmo Jaramillo Godinez, CENAM, 2018

Tabla 5. Monitoreo del proceso de secado de carbón mineral de la botella 98 en agente desecante

| 02/07/2018 | | | | | Segunda Hora | | | | | | | | | | | | |
|---------------|--------|----------------------|--------|---|--------------|---------|--------|------------------------|-------------------------|------------------------|----------------------|--|---------------------------|---|--------------------|-----------|--|
| ID | Deriva | <i>m₁</i> | Deriva | <i>m_{corr.}</i> por der. y cert. | T (°C) | P (hPa) | HR (%) | T (°C) _{corr} | P (hPa) _{corr} | HR (%) _{corr} | ρ_{aire} | <i>m_{blancos}</i> corr. por emp. aire | <i>m_{carbón}</i> | <i>m_{corr.}</i> por empuje de aire | Δ_{t-0} (g) | Criterio | |
| Botella 98 s1 | 0 | 56.9885 | 0 | 56.98848 | 20.33 | 808.17 | 45.35 | 20.24 | 805.725 | 46.15 | 0.95213 | | 0.99511 | 0.99569 | 0.00584 | no cumple | |
| BLANCO | 0 | 56.84228 | 0 | 56.84226 | 20.33 | 808.17 | 45.26 | 20.21 | 805.725 | 46.06 | 0.95225 | 56.84226 | | 0.017796 | 0.01779 | no cumple | |
| Botella 98 s2 | 0 | 57.59254 | 0 | 57.59252 | 20.33 | 808.17 | 45.13 | 20.24 | 805.655 | 45.9 | 0.95207 | | 0.99322 | 0.993804 | 0.00710 | no cumple | |
| BLANCO | 0 | 56.23077 | 0 | 56.23068 | 20.33 | 808.17 | 44.97 | 20.24 | 805.655 | 45.77 | 0.95208 | 56.230685 | | 0.017412 | 0.01741 | no cumple | |
| Botella 98 s3 | 0 | 53.74166 | 0 | 53.74164 | 20.34 | 808.13 | 44.93 | 20.25 | 805.655 | 45.73 | 0.95205 | | 0.9944 | 0.994985 | 0.00580 | no cumple | |

Tabla 6. Monitoreo del proceso de secado de carbón mineral de la botella 98 en agente desecante

| 02/07/2018 | | | | | Cuarta hora | | | | | | | | | | | |
|---------------|--------|----------|--------|------------------------------|-------------|-----------|----------|--------------------------|---------------------------|--------------------------|---------------|--|--------------|------------------------------------|--------------------|-----------------|
| ID | Deriva | m_1 | Deriva | $m_{corr. por der. y cert.}$ | T (°C) | P (hPa) | HR (%) | T (°C) _{corr} | P (hPa) _{corr} | HR (%) _{corr} | ρ_{aire} | m_{blanco} $S_{corr. por emp. aire}$ | $m_{carbón}$ | $m_{corregido por empuje de aire}$ | Δ_{1-0} (g) | Criterio |
| Botella 98 s1 | 0 | 56.98711 | 0 | 56.9870 | 20.27 | 806.92 | 44.81 | 20.36 | 809.365 | 44.01 | 0.9562 | | 0.99435 | 0.99494 | 0.00139 | no cumple |
| BLANCO | 0 | 56.84236 | 0 | 56.84234 | 20.28 | 806.85 | 44.72 | 20.37 | 809.295 | 43.92 | 0.9561 | 56.85993 | | 0.00043 | 0.00005 | cumple criterio |
| Botella 98 s2 | 0 | 57.59113 | 0 | 57.59111 | 20.27 | 806.85 | 44.68 | 20.36 | 809.295 | 43.88 | 0.9562 | | 0.9924 | 0.99299 | 0.00141 | no cumple |
| BLANCO | 0 | 56.23066 | 0 | 56.23064 | 20.32 | 806.85 | 44.72 | 20.41 | 809.295 | 43.92 | 0.9560 | 56.24804 | | 0.00039 | 0.00007 | cumple criterio |
| Botella 98 s3 | 0 | 53.74039 | 0 | 53.74037 | 20.34 | 806.78 | 44.52 | 20.43 | 809.225 | 43.72 | 0.9559 | | 0.99361 | 0.99420 | 0.00127 | no cumple |

Tabla 7. Monitoreo del proceso de secado de carbón mineral de la botella 98 en agente desecante

| 03/07/2018 | | | | | 20 horas | | | | | | | | | | | |
|---------------|--------|----------|--------|------------------------------|----------|-----------|----------|--------------------------|---------------------------|--------------------------|---------------|---|--------------|------------------------------------|--------------------|-----------------|
| ID | Deriva | m_1 | Deriva | $m_{corr. por der. y cert.}$ | T (°C) | P (hPa) | HR (%) | T (°C) _{corr} | P (hPa) _{corr} | HR (%) _{corr} | ρ_{aire} | $m_{blancos}$ $S_{corr. por emp. aire}$ | $m_{carbón}$ | $m_{corregido por empuje de aire}$ | Δ_{1-0} (g) | Criterio |
| Botella 98 s1 | 0 | 56.98222 | 0 | 56.98220 | 20.28 | 810.88 | 44.81 | 20.37 | 813.325 | 44.01 | 0.96091 | | 0.98946 | 0.99005 | 0.004890 | no cumple |
| BLANCO | 0 | 56.84223 | 0 | 56.84221 | 20.32 | 810.88 | 44.77 | 20.41 | 813.325 | 43.97 | 0.96076 | 56.859888 | | 0.00039 | 4.4795E-05 | cumple criterio |
| Botella 98 s2 | 0 | 57.58617 | 0 | 57.58615 | 20.32 | 810.88 | 44.72 | 20.41 | 813.325 | 43.92 | 0.96077 | | 0.98744 | 0.98803 | 0.004960 | no cumple |
| BLANCO | 0 | 56.23054 | 0 | 56.23052 | 20.32 | 810.81 | 44.72 | 20.41 | 813.255 | 43.92 | 0.96069 | 56.248072 | | 0.00035 | -3.448E-05 | cumple criterio |
| Botella 98 s3 | 0 | 53.73577 | 0 | 53.73575 | 20.28 | 810.73 | 44.72 | 20.37 | 813.175 | 43.92 | 0.96074 | | 0.98899 | 0.98958 | 0.004619 | no cumple |

Tabla 8. Monitoreo del proceso de secado de carbón mineral de la botella 98 en agente desecante

| 03/07/2018 | | | | 22 horas | | | | | | | | | | | | |
|---------------|--------|----------|--------|------------------------------|----------|-----------|----------|--------------------------|---------------------------|--------------------------|---------------|--|--------------|------------------------------------|--------------------|-----------------|
| ID | Deriva | m_1 | Deriva | $m_{corr. por der. y cert.}$ | T (°C) | P (hPa) | HR (%) | T (°C) _{corr} | P (hPa) _{corr} | HR (%) _{corr} | ρ_{aire} | m_{blanco} $S_{corr. por emp. aire}$ | $m_{carbón}$ | $m_{corregido por empuje de aire}$ | Δ_{t-0} (g) | Criterio |
| Botella 98 s1 | 0 | 56.98499 | 0 | 56.98497 | 20.07 | 810.51 | 46.09 | 20.16 | 812.955 | 45.29 | 0.96110 | | 0.99223 | 0.99281 | 0.00277 | no cumple |
| BLANCO | 0 | 56.84215 | 0 | 56.84213 | 20.12 | 810.44 | 45.93 | 20.21 | 812.885 | 45.13 | 0.96085 | 56.85981 | | 0.00031 | 0.00008 | cumple criterio |
| Botella 98 s2 | 0 | 57.58878 | 0 | 57.58876 | 20.09 | 810.44 | 45.76 | 20.18 | 812.885 | 44.96 | 0.96098 | | 0.99005 | 0.99063 | 0.00261 | no cumple |
| BLANCO | 0 | 56.23046 | 0 | 56.23044 | 20.13 | 810.37 | 45.93 | 20.22 | 812.815 | 45.13 | 0.96073 | 56.24792 | | 0.00027 | 0.00008 | cumple criterio |
| Botella 98 s3 | 0 | 53.73838 | 0 | 53.73836 | 20.15 | 810.37 | 45.76 | 20.24 | 812.815 | 44.96 | 0.96068 | | 0.99106 | 0.99218 | 0.00261 | no cumple |

Tabla 9. Monitoreo del proceso de secado de carbón mineral de la botella 98 en agente desecante

| 03/07/2018 | | | | 24 horas | | | | | | | | | | | | |
|---------------|--------|----------|--------|------------------------------|----------|-----------|----------|--------------------------|---------------------------|--------------------------|---------------|--|--------------|------------------------------------|--------------------|-----------------|
| ID | Deriva | m_1 | Deriva | $m_{corr. por der. y cert.}$ | T (°C) | P (hPa) | HR (%) | T (°C) _{corr} | P (hPa) _{corr} | HR (%) _{corr} | ρ_{aire} | m_{blanco} $S_{corr. por emp. aire}$ | $m_{carbón}$ | $m_{corregido por empuje de aire}$ | Δ_{t-0} (g) | Criterio |
| Botella 98 s1 | 0 | 56.98356 | 0 | 56.983548 | 20.18 | 807.14 | 45.8 | 20.27 | 809.585 | 45 | 0.95672 | | 0.9908 | 0.99138 | 0.00143353 | no cumple |
| BLANCO | 0 | 56.84225 | 0 | 56.842238 | 20.18 | 807.22 | 45.76 | 20.27 | 809.665 | 44.96 | 0.95682 | 56.85984 | | 0.00033 | 2.5953E-05 | cumple criterio |
| Botella 98 s2 | 0 | 57.5875 | 0 | 57.587488 | 20.22 | 807.14 | 45.72 | 20.31 | 809.585 | 44.92 | 0.95658 | | 0.98877 | 0.98935 | 0.00128345 | no cumple |
| BLANCO | 0 | 56.23061 | 0 | 56.230598 | 20.24 | 807.22 | 45.64 | 20.33 | 809.665 | 44.84 | 0.95661 | 56.24800 | | 0.00034 | 7.5192E-05 | cumple criterio |
| Botella 98 s3 | 0 | 53.73713 | 0 | 53.737118 | 20.26 | 807.22 | 45.51 | 20.35 | 809.665 | 44.71 | 0.95655 | | 0.99035 | 0.99093581 | 0.00125327 | no cumple |

Tabla 10. Monitoreo del proceso de secado de carbón mineral de la botella 98 en agente desecante

| 04/07/2018 | | | | 47 horas | | | | | | | | | | | | |
|---------------|--------|----------|--------|------------------------------|----------|-----------|----------|--------------------------|---------------------------|--------------------------|---------------|--------------------------------------|------------|----------------------------------|--------------------|-----------------|
| ID | Deriva | m_1 | Deriva | $m_{corr. por der. y cart.}$ | T (°C) | P (hPa) | HR (%) | T (°C) _{corr} | P (hPa) _{corr} | HR (%) _{corr} | ρ_{aire} | m blanco $S_{corr. por emp. aire}$ | m carbón | m corregido por empuje de aire | Δ_{1-g} (g) | Criterio |
| Botella 98 s1 | 0 | 56.98279 | 0 | 56.98278 | 20.02 | 808.1 | 44.31 | 20.11 | 810.545 | 43.51 | 0.95860 | | 0.99003 | 0.99061687 | 0.00077 | no cumple |
| BLANCO | 0 | 56.84217 | 0 | 56.842158 | 20.04 | 808.1 | 44.27 | 20.13 | 810.545 | 43.47 | 0.95853 | 56.85979 | | 0.00028889 | 0.00005 | cumple criterio |
| Botella 98 s2 | 0 | 57.58675 | 0 | 57.586738 | 20.09 | 808.1 | 44.06 | 20.18 | 810.545 | 43.26 | 0.95837 | | 0.98802 | 0.98860554 | 0.00075 | no cumple |
| BLANCO | 0 | 56.23051 | 0 | 56.230498 | 20.05 | 808.1 | 44.02 | 20.14 | 810.545 | 43.22 | 0.95852 | 56.24794 | | 0.00028316 | 0.00007 | cumple criterio |
| Botella 98 s3 | 0 | 53.73658 | 0 | 53.736568 | 20.03 | 808.02 | 44.02 | 20.12 | 810.465 | 43.22 | 0.95850 | | 0.9898 | 0.99038667 | 0.00055 | no cumple |

Tabla 11. Monitoreo del proceso de secado de carbón mineral de la botella 98 en agente desecante

| 05/07/2018 | | | | 67 horas | | | | | | | | | | | | |
|---------------|--------|----------|--------|------------------------------|----------|-----------|----------|--------------------------|---------------------------|--------------------------|---------------|---------------------------------------|------------|----------------------------------|--------------------|-----------------|
| ID | Deriva | m_1 | Deriva | $m_{corr. por der. y cart.}$ | T (°C) | P (hPa) | HR (%) | T (°C) _{corr} | P (hPa) _{corr} | HR (%) _{corr} | ρ_{aire} | m blancos $S_{corr. por emp. aire}$ | m carbón | m corregido por empuje de aire | Δ_{1-g} (g) | Criterio |
| Botella 98 s1 | 0 | 56.98132 | 0 | 56.981308 | 20.17 | 811.17 | 43.73 | 20.26 | 813.615 | 42.93 | 0.96176 | | 0.98856 | 0.98914794 | 0.00147 | no cumple |
| BLANCO | 0 | 56.84219 | 0 | 56.842178 | 20.21 | 811.11 | 43.86 | 20.3 | 813.545 | 43.06 | 0.96152 | 56.8598627 | | 0.00036384 | 0.00007 | cumple criterio |
| Botella 98 s2 | 0 | 57.58481 | 0 | 57.584798 | 20.2 | 811.11 | 43.69 | 20.29 | 813.545 | 42.89 | 0.96158 | | 0.98608 | 0.98666635 | 0.00194 | no cumple |
| BLANCO | 0 | 56.23052 | 0 | 56.230508 | 20.21 | 811.11 | 43.65 | 20.3 | 813.545 | 42.85 | 0.96154 | 56.248028 | | 0.00034811 | 0.00006 | cumple criterio |
| Botella 98 s3 | 0 | 53.73522 | 0 | 53.735208 | 20.22 | 811.11 | 43.57 | 20.31 | 813.545 | 42.77 | 0.96151 | | 0.98844 | 0.98902771 | 0.00136 | no cumple |

Tabla 12. Monitoreo del proceso de secado de carbón mineral de la botella 98 en agente desecante

| 06/07/2018 | | | | 89 horas | | | | | | | | | | | | |
|---------------|--------|----------|--------|------------------------------|----------|-----------|----------|--------------------------|---------------------------|--------------------------|---------------|---------------------------------|------------|----------------------------------|------------------|-----------------|
| ID | Deriva | m_1 | Deriva | $m_{corr. por der. y cert.}$ | T (°C) | P (hPa) | HR (%) | T (°C) _{corr} | P (hPa) _{corr} | HR (%) _{corr} | ρ_{aire} | m blancos corr. por emp. aire | m carbón | m corregido por empuje de aire | Δt_0 (g) | Criterio |
| Botella 98 s1 | 0 | 56.98083 | 0 | 56.980818 | 19.84 | 813.52 | 44.43 | 19.93 | 815.965 | 43.63 | 0.96569 | | 0.98807 | 0.98866 | 0.00048789 | no cumple |
| BLANCO | 0 | 56.84209 | 0 | 56.842078 | 19.84 | 813.52 | 44.43 | 19.93 | 815.965 | 43.63 | 0.96569 | 56.8598394 | | 0.00034 | 2.3295E-05 | cumple criterio |
| Botella 98 s2 | 0 | 57.58044 | 0 | 57.584388 | 19.75 | 813.52 | 44.68 | 19.84 | 815.965 | 43.88 | 0.96600 | | 0.98567 | 0.98626 | 0.00040755 | no cumple |
| BLANCO | 0 | 56.23032 | 0 | 56.230308 | 19.75 | 813.52 | 44.93 | 19.84 | 815.965 | 44.13 | 0.96597 | 56.2478833 | | 0.00023 | 0.00011945 | cumple criterio |
| Botella 98 s3 | 0 | 53.73462 | 0 | 53.734608 | 19.65 | 813.52 | 44.93 | 19.74 | 815.965 | 44.13 | 0.96634 | | 0.98784 | 0.98843 | 0.00059741 | no cumple |

Tabla 13. Monitoreo del proceso de secado de carbón mineral de la botella 98 en agente desecante

| 09/07/2018 | | | | 163 horas | | | | | | | | | | | | |
|---------------|--------|----------|--------|------------------------------|----------|-----------|----------|--------------------------|---------------------------|--------------------------|---------------|---------------------------------|------------|----------------------------------|------------------|-----------------|
| ID | Deriva | m_1 | Deriva | $m_{corr. por der. y cert.}$ | T (°C) | P (hPa) | HR (%) | T (°C) _{corr} | P (hPa) _{corr} | HR (%) _{corr} | ρ_{aire} | m blancos corr. por emp. aire | m carbón | m corregido por empuje de aire | Δt_0 (g) | Criterio |
| Botella 98 s1 | 0 | 56.98039 | 0 | 56.980378 | 20.22 | 811.9 | 44.31 | 20.31 | 814.345 | 43.51 | 0.96239 | | 0.98763 | 0.98822 | 0.00044 | no cumple |
| BLANCO | 0 | 56.84216 | 0 | 56.842148 | 20.24 | 811.9 | 44.31 | 20.33 | 814.345 | 43.51 | 0.96231 | 56.8598473 | | 0.00035 | 0.00001 | cumple criterio |
| Botella 98 s2 | 0 | 57.58392 | 0 | 57.583908 | 20.24 | 811.83 | 44.1 | 20.33 | 814.275 | 43.3 | 0.96225 | | 0.98519 | 0.98578 | 0.00048 | no cumple |
| BLANCO | 0 | 56.23049 | 0 | 56.230478 | 20.23 | 811.83 | 44.06 | 20.32 | 814.275 | 43.26 | 0.96229 | 56.2479865 | | 0.00033 | 0.00010 | cumple criterio |
| Botella 98 s3 | 0 | 53.73393 | 0 | 53.733918 | 20.22 | 811.83 | 44.02 | 20.31 | 814.275 | 43.22 | 0.96233 | | 0.98715 | 0.98774 | 0.00069 | no cumple |

Tabla 14. Monitoreo del proceso de secado de carbón mineral de la botella 98 en agente desecante

| 10/07/2018 | | | | | 184 horas | | | | | | | | | | | |
|---------------|--------|----------|--------|------------------------------|-----------|-----------|----------|--------------------------|---------------------------|--------------------------|---------------|---------------------------------|------------|----------------------------------|--------------------|-----------------|
| ID | Deriva | m_1 | Deriva | $m_{corr. por der. y cert.}$ | T (°C) | P (hPa) | HR (%) | T (°C) _{corr} | P (hPa) _{corr} | HR (%) _{corr} | ρ_{aire} | m blancos corr. por emp. aire | m carbón | m corregido por empuje de aire | Δ_{1-0} (g) | Criterio |
| Botella 98 s1 | 0 | 56.98052 | 0 | 56.980508 | 20.18 | 812.64 | 44.52 | 20.27 | 815.085 | 43.72 | 0.96339 | | 0.98776 | 0.98835 | 0.00013 | cumple criterio |
| BLANCO | 0 | 56.8421 | 0 | 56.842088 | 20.21 | 812.64 | 44.39 | 20.3 | 815.085 | 43.59 | 0.96329 | 56.8598053 | | 0.00031 | 0.00004 | cumple criterio |
| Botella 98 s2 | 0 | 57.58412 | 0 | 57.584108 | 20.23 | 812.64 | 44.31 | 20.32 | 815.085 | 43.51 | 0.96323 | | 0.98539 | 0.98598 | 0.00020 | no cumple |
| BLANCO | 0 | 56.23044 | 0 | 56.230428 | 20.23 | 812.64 | 44.27 | 20.32 | 815.085 | 43.47 | 0.96323 | 56.2479536 | | 0.00030 | 0.00003 | cumple criterio |
| Botella 98 s3 | 0 | 53.73408 | 0 | 53.734068 | 20.26 | 812.64 | 44.15 | 20.35 | 815.085 | 43.35 | 0.96314 | | 0.9873 | 0.98789 | 0.00015 | cumple criterio |

Tabla 15. Monitoreo del proceso de secado de carbón mineral de la botella 98 en agente desecante

| 09/07/2018 | | | | | 208 horas | | | | | | | | | | | |
|---------------|--------|----------|--------|------------------------------|-----------|-----------|----------|--------------------------|---------------------------|--------------------------|---------------|----------------------------------|------------|----------------------------------|--------------------|-----------------|
| ID | Deriva | m_1 | Deriva | $m_{corr. por der. y cert.}$ | T (°C) | P (hPa) | HR (%) | T (°C) _{corr} | P (hPa) _{corr} | HR (%) _{corr} | ρ_{aire} | m blanco S corr. por emp. aire | m carbón | m corregido por empuje de aire | Δ_{1-0} (g) | Criterio |
| Botella 98 s1 | 0 | 56.98026 | 0 | 56.980248 | 20.35 | 811.98 | 43.61 | 20.44 | 814.425 | 42.81 | 0.96208 | | 0.9875 | 0.98809 | 0.00026 | no cumple |
| BLANCO | 0 | 56.84221 | 0 | 56.842198 | 20.35 | 811.98 | 44.27 | 20.44 | 814.425 | 43.47 | 0.96201 | 56.85989 | | 0.00039 | 0.00009 | cumple criterio |
| Botella 98 s2 | 0 | 57.58401 | 0 | 57.583998 | 20.35 | 811.98 | 43.65 | 20.44 | 814.425 | 42.85 | 0.96208 | | 0.98528 | 0.98587 | 0.00011 | cumple criterio |
| BLANCO | 0 | 56.23051 | 0 | 56.230498 | 20.36 | 811.98 | 43.4 | 20.45 | 814.345 | 42.6 | 0.96197 | 56.24800 | | 0.00035 | 0.00005 | cumple criterio |
| Botella 98 s3 | 0 | 53.73401 | 0 | 53.733998 | 20.34 | 811.83 | 43.61 | 20.43 | 814.275 | 42.81 | 0.96194 | | 0.98723 | 0.98782 | 0.00007 | cumple criterio |

Tabla 16. Monitoreo del proceso de secado de carbón mineral de la botella 98 en agente desecante

| 10/07/2018 | | | | | 229 horas | | | | | | | | | | | | |
|---------------|--------|----------|--------|------------------------------|-----------|-----------|----------|--------------------------|---------------------------|--------------------------|---------------|-----------------------------------|--------------|------------------------------------|--------------------|-----------------|--|
| ID | Deriva | m_1 | Deriva | $m_{corr. por der. y cert.}$ | T (°C) | P (hPa) | HR (%) | T (°C) _{corr} | P (hPa) _{corr} | HR (%) _{corr} | ρ_{aire} | $m_{blancos corr. por emp. aire}$ | $m_{carbón}$ | $m_{corregido por empuje de aire}$ | Δ_{1-g} (g) | Criterio | |
| Botella 98 s1 | 0 | 56.98052 | 0 | 56.980508 | 20.18 | 812.64 | 44.52 | 20.27 | 815.085 | 43.72 | 0.96339 | 0.98776 | 0.98835 | 0.00026 | no cumple | | |
| BLANCO | 0 | 56.8421 | 0 | 56.842088 | 20.21 | 812.64 | 44.39 | 20.3 | 815.085 | 43.59 | 0.96329 | 56.8598 | | 0.00031 | 0.00009 | cumple criterio | |
| Botella 98 s2 | 0 | 57.58412 | 0 | 57.584108 | 20.23 | 812.64 | 44.31 | 20.32 | 815.085 | 43.51 | 0.96323 | 0.98539 | 0.98598 | 0.00011 | cumple criterio | | |
| BLANCO | 0 | 56.23044 | 0 | 56.230428 | 20.23 | 812.64 | 44.27 | 20.32 | 815.085 | 43.47 | 0.96323 | 56.2480 | | 0.00030 | 0.00005 | cumple criterio | |
| Botella 98 s3 | 0 | 53.73408 | 0 | 53.734068 | 20.26 | 812.64 | 44.15 | 20.35 | 815.085 | 43.35 | 0.96314 | 0.9873 | 0.98789 | 0.00007 | cumple criterio | | |

Tabla 17. Monitoreo del proceso de secado de carbón mineral de la botella 98 en agente desecante

| 11/07/2018 | | | | | 253 horas | | | | | | | | | | | | |
|---------------|--------|----------|--------|------------------------------|-----------|-----------|----------|--------------------------|---------------------------|--------------------------|---------------|-----------------------------------|--------------|------------------------------------|--------------------|-----------------|--|
| ID | Deriva | m_1 | Deriva | $m_{corr. por der. y cert.}$ | T (°C) | P (hPa) | HR (%) | T (°C) _{corr} | P (hPa) _{corr} | HR (%) _{corr} | ρ_{aire} | $m_{blancos corr. por emp. aire}$ | $m_{carbón}$ | $m_{corregido por empuje de aire}$ | Δ_{1-g} (g) | Criterio | |
| Botella 98 s1 | 0 | 56.98026 | 0 | 56.980248 | 20.35 | 811.98 | 43.61 | 20.44 | 814.425 | 42.81 | 0.96208 | 0.9875 | 0.98809 | 0.00026 | no cumple | | |
| BLANCO | 0 | 56.84221 | 0 | 56.842198 | 20.35 | 811.98 | 44.27 | 20.44 | 814.425 | 43.47 | 0.96201 | 56.85989 | | 0.00039 | 0.00009 | cumple criterio | |
| Botella 98 s2 | 0 | 57.58401 | 0 | 57.583998 | 20.35 | 811.98 | 43.65 | 20.44 | 814.425 | 42.85 | 0.96208 | 0.98528 | 0.98587 | 0.00011 | cumple criterio | | |
| BLANCO | 0 | 56.23051 | 0 | 56.230498 | 20.36 | 811.98 | 43.4 | 20.45 | 814.345 | 42.6 | 0.96197 | 56.24800 | | 0.00035 | 0.00005 | cumple criterio | |
| Botella 98 s3 | 0 | 53.73401 | 0 | 53.733998 | 20.34 | 811.83 | 43.61 | 20.43 | 814.275 | 42.81 | 0.96194 | 0.98723 | 0.98782 | 0.00007 | cumple criterio | | |

Tabla 18. Monitoreo del proceso de secado de carbón mineral de la botella 98 en agente desecante

| 12/07/2018 | | | | | 278 horas | | | | | | | | | | | |
|---------------|--------|----------|--------|------------------------------|-----------|-----------|----------|--------------------------|---------------------------|--------------------------|---------------|------------------------------------|--------------|----------------------------------|--------------------|-----------------|
| ID | Deriva | m_i | Deriva | $m_{corr. por der. y cert.}$ | T (°C) | P (hPa) | HR (%) | T (°C) _{corr} | P (hPa) _{corr} | HR (%) _{corr} | ρ_{aire} | m_{blanco} S corr. por emp. aire | $m_{carbón}$ | m corregido por empuje de aire | Δ_{1-0} (g) | Criterio |
| Botella 98 s1 | 0 | 56.9801 | 0 | 56.980088 | 20.17 | 811.83 | 44.27 | 20.26 | 814.275 | 43.47 | 0.96249 | | 0.98734 | 0.98793 | 0.00016 | cumple criterio |
| BLANCO | 0 | 56.84218 | 0 | 56.842168 | 20.15 | 811.83 | 44.27 | 20.24 | 814.275 | 43.47 | 0.96256 | 56.85987 | | 0.00037 | 0.00002 | cumple criterio |
| Botella 98 s2 | 0 | 57.58229 | 0 | 57.582278 | 20.12 | 811.83 | 44.31 | 20.21 | 814.275 | 43.51 | 0.96267 | | 0.98356 | 0.98415 | 0.00172 | no cumple |
| BLANCO | 0 | 56.23047 | 0 | 56.230458 | 20.09 | 811.83 | 44.35 | 20.18 | 814.275 | 43.55 | 0.96278 | 56.24798 | | 0.00032 | 0.00003 | cumple criterio |
| Botella 98 s3 | 0 | 53.73397 | 0 | 53.733958 | 20.1 | 811.83 | 44.31 | 20.19 | 814.275 | 43.51 | 0.96274 | | 0.98719 | 0.98778 | 0.00004 | cumple criterio |

Tabla 19. Monitoreo del proceso de secado de carbón mineral de la botella 98 en agente desecante

| 16/07/2018 | | | | | 302 horas | | | | | | | | | | | |
|---------------|--------|----------|--------|------------------------------|-----------|-----------|----------|--------------------------|---------------------------|--------------------------|---------------|------------------------------------|--------------|----------------------------------|--------------------|-----------------|
| ID | Deriva | m_i | Deriva | $m_{corr. por der. y cert.}$ | T (°C) | P (hPa) | HR (%) | T (°C) _{corr} | P (hPa) _{corr} | HR (%) _{corr} | ρ_{aire} | m_{blanco} S corr. por emp. aire | $m_{carbón}$ | m corregido por empuje de aire | Δ_{1-0} (g) | Criterio |
| Botella 98 s1 | 0 | 56.9794 | 0 | 56.979388 | 20.28 | 811.83 | 44.97 | 20.37 | 814.275 | 44.17 | 0.96202 | | 0.98664 | 0.98723 | 0.00070 | no cumple |
| BLANCO | 0 | 56.84223 | 0 | 56.842218 | 20.24 | 811.76 | 45.06 | 20.33 | 814.205 | 44.26 | 0.96207 | 56.85991 | | 0.00041 | 0.00004 | cumple criterio |
| Botella 98 s2 | 0 | 57.58092 | 0 | 57.580908 | 20.28 | 811.9 | 44.97 | 20.37 | 814.345 | 44.17 | 0.96210 | | 0.98219 | 0.98277 | 0.00137 | no cumple |
| BLANCO | 0 | 56.2306 | 0 | 56.230588 | 20.26 | 811.83 | 45.01 | 20.35 | 814.275 | 44.21 | 0.96209 | 56.24809 | | 0.00044 | 0.00012 | cumple criterio |
| Botella 98 s3 | 0 | 53.7336 | 0 | 53.733588 | 20.25 | 811.83 | 45.01 | 20.34 | 814.275 | 44.21 | 0.96212 | | 0.98682 | 0.98741 | 0.00037 | no cumple |

Tabla 20. Monitoreo del proceso de secado de carbón mineral de la botella 98 en agente desecante

| 17/07/2018 | | | | | 326 horas | | | | | | | | | | | | |
|---------------|--------|----------|--------|------------------------------|-----------|-----------|----------|--------------------------|---------------------------|--------------------------|---------------|-----------------------------------|--------------|------------------------------------|--------------------|-----------------|-----------------|
| ID | Deriva | m_1 | Deriva | $m_{corr. por der. y cert.}$ | T (°C) | P (hPa) | HR (%) | T (°C) _{corr} | P (hPa) _{corr} | HR (%) _{corr} | ρ_{aire} | $m_{blancos corr. por emp. aire}$ | $m_{carbón}$ | $m_{corregido por empuje de aire}$ | Δ_{1-0} (g) | Criterio | |
| Botella 98 s1 | 0 | 56.97958 | 0 | 56.979568 | 20.21 | 812.93 | 44.81 | 20.3 | 815.375 | 44.01 | 0.9636 | | 0.98682 | 0.98741 | 0.00018 | cumple criterio | |
| BLANCO | 0 | 56.84215 | 0 | 56.842138 | 20.15 | 812.7 | 44.89 | 20.24 | 815.145 | 44.09 | 0.9635 | 56.8599 | | 0.00036 | 0.00005 | - | cumple criterio |
| Botella 98 s2 | 0 | 57.58098 | 0 | 57.580968 | 20.32 | 812.93 | 45.76 | 20.41 | 815.375 | 44.96 | 0.9631 | | 0.98225 | 0.98283 | 0.00006 | cumple criterio | |
| BLANCO | 0 | 56.23049 | 0 | 56.230478 | 20.34 | 812.93 | 45.06 | 20.43 | 815.375 | 44.26 | 0.9631 | 56.2480 | | 0.00035 | 0.00009 | - | cumple criterio |
| Botella 98 s3 | 0 | 53.73344 | 0 | 53.733428 | 20.17 | 812.93 | 44.89 | 20.26 | 815.375 | 44.09 | 0.9637 | | 0.98666 | 0.98725 | 0.00016 | - | cumple criterio |

Anexo. Secado de muestras de carbón mineral en estufa a 107 °C

Tabla 21. Condiciones iniciales del carbón mineral antes de medir en estufa a 107 °C

| 07/08/2018 | | | | Peso inicial | DESECADO R 1 | | | Perclorato de magnesio | | | | | | | | | |
|---------------|---------------|----------|----------|------------------|--------------|----------|------------------------------|------------------------|---------|--------|------------------------|----------------------|------------------------|---------------|----------------------------|--------------------|---|
| Pesafiltro | ID | Derivada | mv | mv corregida | m_1 | Derivada | $m_{corr.}$ por der. y cert. | T (°C) | P (hPa) | HR (%) | T (°C) _{corr} | P (hPa) _c | HR (%) _{corr} | ρ_{aire} | m_{blanco} por emp. aire | Masa de carbón (g) | Masa de carbón corregida por empuje de aire |
| Pesafiltro 31 | Botella 98 s7 | 0.00000 | 53.63395 | 53.633938 | 54.63690 | 0.00000 | 54.636888 | 20.34 | 810.37 | 44.15 | 20.43 | 812.815 | 43.35 | 0.96015 | | 1.00295 | 1.00355 |
| Pesafiltro 32 | Blanco 1 | 0.00000 | 58.33518 | 58.335168 | 58.33555 | 0.00000 | 58.335538 | 20.34 | 810.37 | 44.31 | 20.43 | 812.815 | 43.51 | 0.96013 | 58.35366 | | |
| Pesafiltro 33 | Botella 98 s8 | 0.00000 | 52.90889 | 52.908878 | 53.91004 | 0.00000 | 53.910028 | 20.44 | 810.29 | 44.35 | 20.53 | 812.735 | 43.55 | 0.95967 | | 1.00115 | 1.00174 |
| Pesafiltro 34 | Blanco 2 | 0.00000 | 56.5656 | 56.565588 | 56.56572 | 0.00000 | 56.565708 | 20.36 | 810.29 | 44.39 | 20.45 | 812.735 | 43.59 | 0.95996 | 56.58328 | | |
| Pesafiltro 35 | Botella 98 s9 | 0.00000 | 52.96234 | 52.962328 | 53.96784 | 0.00000 | 53.967828 | 20.17 | 810.29 | 44.72 | 20.26 | 812.735 | 43.92 | 0.96062 | | 1.0055 | 1.00610 |

Tabla 22. Proceso de secado de carbón mineral a 107 °C

| 07/08/2018 | | | | | Ciclo de secado 1 | | | | | | | | | | | | |
|---------------|----------|----------|----------|------------------------------|-------------------|---------|--------|------------------------|-------------------------|------------------------|---------------|-----------------------------------|----------|--------------------------------|--------------------|-----------|--|
| ID | Derivada | m_1 | Derivada | $m_{corr.}$ por der. y cert. | T (°C) | P (hPa) | HR (%) | T (°C) _{corr} | P (hPa) _{corr} | HR (%) _{corr} | ρ_{aire} | $m_{blancos}$ corr. por emp. aire | m carbón | m corregido por empuje de aire | Δ_{1-0} (g) | Criterio | |
| Botella 98 s7 | 0 | 54.62216 | 0 | 54.622148 | 20.07 | 808.53 | 44.81 | 19.98 | 806.085 | 45.61 | 0.95356 | | 0.98821 | 0.98879 | 0.01475 | no cumple | |
| Blanco 1 | 0 | 58.33504 | 0 | 58.335028 | 20.07 | 808.68 | 44.56 | 19.98 | 806.235 | 45.36 | 0.95377 | 58.35307 | | 0.00063 | 0.00063 | no cumple | |
| Botella 98 s8 | 0 | 53.89642 | 0 | 53.896408 | 20.13 | 808.93 | 44.35 | 20.04 | 806.455 | 45.15 | 0.95383 | | 0.98753 | 0.98811 | 0.01363 | no cumple | |
| Blanco 2 | 0 | 56.56543 | 0 | 56.565418 | 20.16 | 808.53 | 44.02 | 20.07 | 806.085 | 44.82 | 0.95332 | 56.5828663 | | 0.00041 | 0.00041 | no cumple | |
| Botella 98 s9 | 0 | 53.95383 | 0 | 53.953818 | 20.18 | 808.68 | 44.02 | 20.09 | 806.235 | 44.82 | 0.95342 | | 0.99149 | 0.99207 | 0.01402 | no cumple | |

Tabla 23. Proceso de secado de carbón mineral a 107 °C

| 08/08/2018 | | | | | Ciclo de secado 2 | | | | | | | | | | | |
|---------------|--------|----------|--------|------------------------------|-------------------|-----------|----------|--------------------------|---------------------------|--------------------------|---------------|---------------------------------|------------|----------------------------------|--------------------|----------------------|
| ID | Deriva | m_1 | Deriva | $m_{corr. por der. y cert.}$ | T (°C) | P (hPa) | HR (%) | T (°C) _{corr} | P (hPa) _{corr} | HR (%) _{corr} | ρ_{aire} | m blancos corr. por emp. aire | m carbón | m corregido por empuje de aire | Δ_{1-a} (g) | Criterio |
| Botella 98 s7 | 0 | 54.62232 | 0 | 54.622308 | 19.99 | 809.63 | 44.85 | 20.08 | 812.075 | 44.05 | 0.96048 | | 0.98837 | 0.98896 | 0.00016 | - cumple criterio |
| Blanco 1 | 0 | 58.33496 | 0 | 58.334948 | 19.96 | 809.49 | 44.93 | 20.05 | 811.935 | 44.13 | 0.96041 | 58.3530762 | | 0.00058 | 0.00005 | - cumple criterio |
| Botella 98 s8 | 0 | 53.89645 | 0 | 53.896438 | 20.20 | 809.49 | 44.64 | 20.09 | 811.935 | 43.84 | 0.96029 | | 0.98756 | 0.98815 | 0.00003 | - cumple criterio |
| Blanco 2 | 0 | 56.56533 | 0 | 56.565318 | 20.01 | 809.27 | 44.56 | 20.1 | 811.715 | 43.76 | 0.96000 | 56.5828888 | | 0.00039 | 0.00002 | - cumple criterio |
| Botella 98 s9 | 0 | 53.95389 | 0 | 53.953878 | 20.01 | 809.49 | 44.48 | 20.1 | 811.935 | 43.68 | 0.96027 | | 0.99155 | 0.99214 | 0.00006 | - cumple criterio |

Anexo. Secado en estufa a 110 °C evaluando el efecto de la temperatura en el secado

Tabla 24. Condiciones iniciales de las muestras de carbón mineral al evaluar una temperatura mayor

| 14/08/2018 | | | | Peso inicial | | DESECADOR 1 | | | Perclorato de magnesio | | | | | | Masa de carbón corregida por empuje de aire | | |
|---------------|---------------|----------|----------|------------------|----------|-------------|------------------------------|----------|------------------------|--------|--------------------------|---------------------------|------------------------|---------------|---|-----------------------------|--------------------|
| Pesafiltro | ID | Derivada | mv | mv corregida | m_1 | Derivada | $m_{corr. por der. y cert.}$ | T (°C) | P (hPa) | HR (%) | T (°C) _{corr} | P (hPa) _{corr} | HR (%) _{corr} | ρ_{aire} | | $m_{blancos por emp. aire}$ | Masa de carbón (g) |
| Pesafiltro 36 | Botella 98 s7 | 0.0000 | 52.09782 | 52.097808 | 53.09833 | 0.0000 | 53.098318 | 20.38 | 807.44 | 45.59 | 20.47 | 809.885 | 44.79 | 0.95638 | | 1.00051 | 1.00110 |
| Pesafiltro 14 | Blanco 1 | 0.0000 | 57.94004 | 57.94028 | 57.94041 | 0.0000 | 57.940398 | 20.25 | 807.44 | 44.64 | 20.34 | 809.885 | 43.84 | 0.95695 | 57.95834 | | |
| Pesafiltro 37 | Botella 98 s8 | 0.0000 | 52.64614 | 52.646128 | 53.64750 | 0.0000 | 53.647488 | 20.27 | 807.29 | 44.56 | 20.36 | 809.735 | 43.76 | 0.95671 | | 1.00136 | 1.00195 |
| Pesafiltro 19 | Blanco 2 | 0.0000 | 55.1786 | 55.178588 | 55.17915 | 0.0000 | 55.179138 | 20.21 | 807.29 | 44.31 | 20.3 | 809.735 | 43.51 | 0.95695 | 55.19622 | | |
| Pesafiltro 38 | Botella 98 s9 | 0.0000 | 54.00052 | 54.000508 | 55.00159 | 0.0000 | 55.001578 | 20.25 | 807.22 | 44.06 | 20.34 | 809.665 | 43.26 | 0.95675 | | 1.00107 | 1.00166 |

Tabla 25. Ciclo de secado 1 de muestras de carbón mineral para evaluar el efecto de la temperatura en el secado

| 15/08/2018 | | | | | Ciclo de secado 1 | | | | | | | | | | | |
|---------------|----------|----------|----------|------------------------------|-------------------|-----------|--------|--------------------------|---------------------------|------------------------|---------------|-----------------------------------|--------------|------------------------------------|----------------|-----------|
| ID | Derivada | m_1 | Derivada | $m_{corr. por der. y cert.}$ | T (°C) | P (hPa) | HR (%) | T (°C) _{corr} | P (hPa) _{corr} | HR (%) _{corr} | ρ_{aire} | $m_{blancos corr. por emp. aire}$ | $m_{carbón}$ | $m_{corregido por empuje de aire}$ | Δm (g) | Criterio |
| Botella 98 s7 | 0 | 53.08359 | 0 | 53.083578 | 20.07 | 809.85 | 46.18 | 19.98 | 807.405 | 46.98 | 0.95499248 | | 0.98577 | 0.98635 | 0.01475 | no cumple |
| Blanco 1 | 0 | 57.93967 | 0 | 57.939658 | 20.13 | 809.93 | 45.93 | 20.04 | 807.485 | 46.73 | 0.95489341 | 57.9575598 | | 0.00078 | 0.00078 | no cumple |
| Botella 98 s8 | 0 | 53.63249 | 0 | 53.632478 | 20.2 | 809.85 | 45.8 | 20.11 | 807.405 | 46.6 | 0.95455566 | | 0.98635 | 0.98693 | 0.01502 | no cumple |
| Blanco 2 | 0 | 55.17853 | 0 | 55.178518 | 20.18 | 809.93 | 45.8 | 20.09 | 807.485 | 46.6 | 0.95472383 | 55.1955637 | | 0.00066 | 0.00066 | no cumple |
| Botella 98 s9 | 0 | 54.98705 | 0 | 54.987038 | 20.22 | 809.85 | 45.72 | 20.13 | 807.405 | 46.52 | 0.95449078 | | 0.98653 | 0.98711 | 0.01455 | no cumple |

Tabla 26. Ciclo de secado 2 de muestras de carbón mineral para evaluar el efecto de la temperatura en el secado

| 15/08/2018 | | | | | Ciclo de secado 2 | | | | | | | | | | | |
|---------------|--------|----------|--------|------------------------------|-------------------|-----------|----------|--------------------------|---------------------------|--------------------------|---------------|---------------------------------|------------|----------------------------------|------------------|-----------|
| ID | Deriva | m_1 | Deriva | $m_{corr. por der. y cert.}$ | T (°C) | P (hPa) | HR (%) | T (°C) _{corr} | P (hPa) _{corr} | HR (%) _{corr} | ρ_{aire} | m blancos corr. por emp. aire | m carbón | m corregido por empuje de aire | Δt_0 (g) | Criterio |
| Botella 98 s7 | 0 | 53.08598 | 0 | 53.085968 | 19.92 | 807.07 | 45.64 | 20.01 | 809.515 | 44.84 | 0.95760839 | | 0.98816 | 0.98874516 | -39 | no cumple |
| Blanco 1 | 0 | 57.94002 | 0 | 57.940008 | 19.99 | 806.92 | 45.39 | 20.08 | 809.365 | 44.59 | 0.95720016 | 57.9579532 | | 0.0003854 | -39 | no cumple |
| Botella 98 s8 | 0 | 53.63302 | 0 | 53.633008 | 20.03 | 806.92 | 45.01 | 20.12 | 809.365 | 44.21 | 0.95709331 | | 0.98688 | 0.98746408 | 53 | no cumple |
| Blanco 2 | 0 | 55.17881 | 0 | 55.178798 | 20.09 | 806.92 | 44.85 | 20.18 | 809.365 | 44.05 | 0.95689126 | 55.1958825 | | 0.00034116 | 32 | no cumple |
| Botella 98 s9 | 0 | 54.98767 | 0 | 54.987658 | 20.11 | 806.92 | 44.72 | 20.2 | 809.365 | 43.92 | 0.95683189 | | 0.98715 | 0.98773408 | 62 | no cumple |

Tabla 27. Ciclo de secado 3 de muestras de carbón mineral para evaluar el efecto de la temperatura en el secado

| 16/08/2018 | | | | | Ciclo de secado 3 | | | | | | | | | | | |
|---------------|--------|----------|--------|------------------------------|-------------------|-----------|----------|--------------------------|---------------------------|--------------------------|---------------|---------------------------------|------------|----------------------------------|------------------|-----------------|
| ID | Deriva | m_1 | Deriva | $m_{corr. por der. y cert.}$ | T (°C) | P (hPa) | HR (%) | T (°C) _{corr} | P (hPa) _{corr} | HR (%) _{corr} | ρ_{aire} | m blancos corr. por emp. aire | m carbón | m corregido por empuje de aire | Δt_0 (g) | Criterio |
| Botella 98 s7 | 0 | 53.08435 | 0 | 53.084338 | 19.92 | 811.03 | 46.13 | 19.83 | 808.585 | 46.93 | 0.95695043 | | 0.98653 | 0.98711379 | 63 | no cumple |
| Blanco 1 | 0 | 57.93993 | 0 | 57.939918 | 19.92 | 811.01 | 45.97 | 19.83 | 808.655 | 46.77 | 0.95704973 | 57.9578604 | | 0.00047825 | 09 | cumple criterio |
| Botella 98 s8 | 0 | 53.63314 | 0 | 53.633128 | 20.04 | 811.03 | 45.76 | 19.95 | 808.585 | 46.56 | 0.9565477 | | 0.987 | 0.98758382 | 12 | cumple criterio |
| Blanco 2 | 0 | 55.17866 | 0 | 55.178648 | 20.05 | 811.03 | 45.59 | 19.96 | 808.585 | 46.39 | 0.9565283 | 55.195726 | | 0.00049769 | 16 | cumple criterio |
| Botella 98 s9 | 0 | 54.98792 | 0 | 54.987908 | 20.11 | 811.01 | 45.39 | 20.01 | 808.655 | 46.19 | 0.95644878 | | 0.9874 | 0.987984 | 25 | no cumple |

Tabla 28. Ciclo de secado 4 de muestras de carbón mineral para evaluar el efecto de la temperatura en el secado

| 16/08/2018 | | | | | Ciclo de secado 4 | | | | | | | | | | | |
|---------------|--------|----------|--------|------------------------------------|-------------------|--------------|-------------|-----------------------------|------------------------------|-----------------------------|---------------|---|---------------|---|-----------------------|-----------------|
| ID | Deriva | m_1 | Deriva | $m_{corr.}$ por der. y cert. | T (°C) | P (hPa) | HR (%) | T (°C) _{corr} | P (hPa) _{corr} | HR (%) _{corr} | ρ_{aire} | m <i>blanco</i> $S_{corr.}$ por emp. aire | m carbón | m corregido por empuje de aire | Δ_{1-e} (g) | Criterio |
| Botella 98 s7 | 0 | 53.08438 | 0 | 53.08436 | 20.05 | 808.53 | 45.06 | 19.96 | 806.085 | 45.86 | 0.9536100 | | 0.98656 | 0.98714 | -0.00003 | cumple criterio |
| Blanco 1 | 0 | 57.93996 | 0 | 57.93994 | 20.09 | 808.53 | 44.89 | 20 | 806.085 | 45.69 | 0.9534814 | 57.95782 | | 0.00051 | 0.00004 | cumple criterio |
| Botella 98 s8 | 0 | 53.63333 | 0 | 53.63331 | 20.09 | 808.53 | 44.77 | 20 | 806.085 | 45.57 | 0.9534936 | | 0.98719 | 0.98777 | -0.00019 | cumple criterio |
| Blanco 2 | 0 | 55.1787 | 0 | 55.17868 | 20.17 | 808.53 | 44.64 | 20.08 | 806.085 | 45.44 | 0.9532155 | 55.19570 | | 0.00051 | 0.00002 | cumple criterio |
| Botella 98 s9 | 0 | 54.98811 | 0 | 54.98809 | 20.17 | 808.83 | 44.48 | 20.08 | 806.385 | 45.28 | 0.953588 | | 0.98759 | 0.98817 | -0.00019 | cumple criterio |

Tabla 29. Resumen de los ciclos de secado

| Peso constante | | | | | | | | | | | | | | | | |
|----------------|------------------|---------------------------|------------------------|-------------------|----------------|----------------|-------------------|----------------|----------------|-------------------|----------------|-----------------|-------------------|----------------|-----------------|--|
| ID | Pesafiltro vacío | Pesafiltro+muestra húmeda | Masa de muestra húmeda | Ciclo de secado 1 | Δ_m (g) | Peso constante | Ciclo de secado 2 | Δ_m (g) | Peso constante | Ciclo de secado 3 | Δ_m (g) | Peso constante | Ciclo de secado 4 | Δ_m (g) | Peso constante | |
| BLANCO 1 | 57.94003 | 57.94040 | 0.00000 | -0.00078 | 0.00078 | no cumple | -0.00039 | -0.00039 | no cumple | -0.00047825 | 0.00009 | cumple criterio | -0.000516 | 0.00004 | cumple criterio | |
| BLANCO 2 | 55.17859 | 55.17914 | 0.00055 | -0.00066 | 0.00121 | no cumple | -0.00034 | -0.00032 | no cumple | -0.00049769 | 0.00016 | cumple criterio | -0.00051685 | 0.00002 | cumple criterio | |
| Botella 98 s7 | 52.09781 | 53.09832 | 1.00110 | 0.98635 | 0.01475 | no cumple | 0.98875 | 0.00239 | no cumple | 0.98711379 | 0.00163 | no cumple | 0.98714177 | 0.00003 | cumple criterio | |
| Botella 98 s8 | 52.64613 | 53.64749 | 1.00195 | 0.98693 | 0.01502 | no cumple | 0.98746 | 0.00053 | no cumple | 0.98758382 | 0.00012 | cumple criterio | 0.98777207 | 0.00019 | cumple criterio | |
| Botella 98 s9 | 54.00051 | 55.00158 | 1.00166 | 0.98711 | 0.01455 | no cumple | 0.98773 | 0.00062 | no cumple | 0.987984 | 0.00025 | no cumple | 0.98817236 | 0.00019 | cumple criterio | |

Anexo: Secado de carbón mineral de diferentes muestras a 107 °C evaluando el tiempo de secado

Tabla 30. Condiciones iniciales de las muestras de carbón mineral de diferentes botellas del lote producido

| Pesafiltro | 23/08/2018 | | | Peso inicial | | DESECADOR 1 | | | Perclorato de magnesio | | | | | <i>m</i> _{blanc} O por emp. aire | Masa de carbón (g) | Masa de carbón corregida por empuje de aire | |
|---------------|----------------|----------|----------|--------------|-----------------------|-------------|--|---------------|------------------------|---------------|-------------------------------|--------------------------------|-------------------------------|--|--------------------|---|--------------------------|
| | ID | Derivada | mv | mv corregida | <i>m</i> ₁ | Derivada | <i>m</i> _{corr. por der. y cert.} | <i>T</i> (°C) | <i>P</i> (hPa) | <i>HR</i> (%) | <i>T</i> (°C) _{corr} | <i>P</i> (hPa) _{corr} | <i>HR</i> (%) _{corr} | | | | <i>ρ</i> _{aire} |
| Pesafiltro 21 | Botella 1 s1 | 0.0000 | 52.72418 | 52.724168 | 53.72548 | 0.0000 | 53.725468 | 20.21 | 812.27 | 45.47 | 20.3 | 814.715 | 44.67 | 0.96274 | | 1.0013 | 1.00190 |
| Pesafiltro 22 | Blanco 1 | 0.0000 | 54.57148 | 54.571468 | 54.57197 | 0.0000 | 54.571958 | 20.44 | 812.34 | 46.43 | 20.53 | 814.785 | 45.63 | 0.96188 | 54.58894 | 0.0000 | 0.00049 |
| Pesafiltro 23 | Botella 1 s2 | 0.0000 | 57.26033 | 57.260318 | 58.26192 | 0.0000 | 58.261908 | 20.17 | 812.27 | 45.72 | 20.26 | 814.715 | 44.92 | 0.96286 | | 1.00159 | 1.00219 |
| Pesafiltro 24 | Blanco 2 | 0.0000 | 53.14706 | 53.147048 | 53.14742 | 0.0000 | 53.147408 | 20.18 | 812.34 | 45.76 | 20.27 | 814.785 | 44.96 | 0.96291 | 53.16397 | 0.0000 | 0.00036 |
| Pesafiltro 25 | Botella 1 s3 | 0.0000 | 54.12504 | 54.125028 | 55.12629 | 0.0000 | 55.126278 | 20.32 | 812.27 | 45.18 | 20.41 | 814.715 | 44.38 | 0.96237 | | 1.00125 | 1.00185 |
| Pesafiltro 26 | Botella 128 s1 | 0.0000 | 55.99222 | 55.992208 | 56.99345 | 0.0000 | 56.993438 | 20.44 | 812.2 | 44.48 | 20.53 | 814.645 | 43.68 | 0.96192 | | 1.00123 | 1.00183 |
| Pesafiltro 27 | Blanco 3 | 0.0000 | 56.8413 | 56.841288 | 56.84160 | 0.0000 | 56.841588 | 20.45 | 812.12 | 44.31 | 20.54 | 814.565 | 43.51 | 0.96181 | 56.85928 | 0.0000 | 0.0003 |
| Pesafiltro 28 | Botella 128 s2 | 0.0000 | 56.59808 | 56.598068 | 57.59903 | 0.0000 | 57.599018 | 20.46 | 811.83 | 44.06 | 20.55 | 814.275 | 43.26 | 0.96146 | | 1.00095 | 1.00155 |
| Pesafiltro 29 | Blanco 4 | 0.0000 | 51.44525 | 51.445238 | 51.44546 | 0.0000 | 51.445448 | 20.61 | 811.83 | 43.86 | 20.7 | 814.275 | 43.06 | 0.96093 | 51.46144 | 0.0000 | 0.00021 |
| Pesafiltro 30 | Botella 128 s3 | 0.0000 | 52.74618 | 52.746168 | 53.74740 | 0.0000 | 53.747388 | 20.52 | 811.68 | 44.15 | 20.61 | 814.125 | 43.35 | 0.96105 | | 1.00122 | 1.00182 |
| Pesafiltro 31 | Botella 256 s1 | 0.0000 | 53.63357 | 53.633558 | 54.63450 | 0.0000 | 54.634488 | 20.32 | 811.47 | 44.19 | 20.41 | 813.915 | 43.39 | 0.96152 | | 1.00093 | 1.00153 |
| Pesafiltro 32 | Blanco 5 | 0.0000 | 58.33512 | 58.335108 | 58.33548 | 0.0000 | 58.335468 | 20.27 | 811.47 | 44.39 | 20.36 | 813.915 | 43.59 | 0.96169 | 58.35362 | 0.0000 | 0.00036 |
| Pesafiltro 33 | Botella 256 s2 | 0.0000 | 52.90873 | 52.908718 | 53.90983 | 0.0000 | 53.909818 | 20.37 | 811.39 | 44.48 | 20.46 | 813.835 | 43.68 | 0.96122 | | 1.0011 | 1.00170 |
| Pesafiltro 34 | Blanco 6 | 0.0000 | 56.56548 | 56.565468 | 56.56560 | 0.0000 | 56.565588 | 20.18 | 811.25 | 43.98 | 20.27 | 813.695 | 43.18 | 0.96180 | 56.58319 | 0.0000 | 0.00012 |
| Pesafiltro 35 | Botella 256 s3 | 0.0000 | 52.96227 | 52.962258 | 53.96355 | 0.0000 | 53.963538 | 20.17 | 811.17 | 44.39 | 20.19 | 813.615 | 43.59 | 0.96195 | | 1.00128 | 1.00188 |

Tabla 31. Ciclo de secado 1 de muestras de carbón mineral para evaluar el efecto del tiempo de secado

| 23/08/2018 | | | | | Ciclo de secado 1 | | | | | | | | | | | |
|---------------|--------|----------|--------|---------------------------------|-------------------|--------------|-------------|-----------------------------|------------------------------|-----------------------------|---------------|--|---------------|--|------------------------|----------|
| ID | Deriva | m_i | Deriva | $m_{corr.}$ por der. y cert. | T (°C) | P (hPa) | HR (%) | T (°C) _{corr} | P (hPa) _{corr} | HR (%) _{corr} | ρ_{aire} | m blancos corr. por emp. aire | m carbón | m corregido por empuje de aire | Δt_{-0} (g) | Criterio |
| Botella 1s1 | 0 | 53.71101 | 0 | 53.71100 | 20.25 | 807.95 | 43.73 | 20.34 | 810.395 | 42.93 | 0.95765 | 0.98683 | 0.98741 | 0.01448 | no cumple | |
| Blanco 1 | 0 | 54.57152 | 0 | 54.57151 | 20.26 | 807.88 | 43.69 | 20.35 | 810.325 | 42.89 | 0.95753 | 54.5884158 | 0.00053 | 0.00053 | no cumple | |
| Botella 1s2 | 0 | 58.24769 | 0 | 58.24768 | 20.25 | 807.95 | 43.57 | 20.34 | 810.395 | 42.77 | 0.95767 | 0.98736 | 0.98794 | 0.01424 | no cumple | |
| Blanco 2 | 0 | 53.14705 | 0 | 53.14704 | 20.26 | 807.88 | 43.57 | 20.35 | 810.325 | 42.77 | 0.95755 | 53.1635047 | 0.00046 | 0.00046 | no cumple | |
| Botella 1s3 | 0 | 55.11224 | 0 | 55.11223 | 20.25 | 807.88 | 43.69 | 20.34 | 810.325 | 42.89 | 0.95757 | 0.9872 | 0.98778 | 0.01406 | no cumple | |
| Botella 128s1 | 0 | 56.97944 | 0 | 56.97943 | 20.26 | 807.88 | 43.65 | 20.35 | 810.325 | 42.85 | 0.95754 | 0.98722 | 0.98780 | 0.01402 | no cumple | |
| Blanco 3 | 0 | 56.84134 | 0 | 56.84133 | 20.18 | 807.88 | 43.9 | 20.27 | 810.245 | 43.1 | 0.95771 | 56.8589423 | 0.00034 | 0.00034 | no cumple | |
| Botella 128s2 | 0 | 57.58507 | 0 | 57.58506 | 20.19 | 807.88 | 44.06 | 20.28 | 810.245 | 43.26 | 0.95765 | 0.98699 | 0.98757 | 0.01397 | no cumple | |
| Blanco 4 | 0 | 51.4453 | 0 | 51.44529 | 20.17 | 807.73 | 44.27 | 20.26 | 810.175 | 43.47 | 0.95762 | 51.4612287 | 0.00022 | 0.00022 | no cumple | |
| Botella 128s3 | 0 | 53.73343 | 0 | 53.73342 | 20.23 | 807.88 | 44.15 | 20.32 | 810.245 | 43.35 | 0.95750 | 0.98725 | 0.98783 | 0.01398 | no cumple | |
| Botella 256s1 | 0 | 54.62058 | 0 | 54.62057 | 20.21 | 807.88 | 44.31 | 20.3 | 810.245 | 43.51 | 0.95756 | 0.98701 | 0.98759 | 0.01393 | no cumple | |
| Blanco 5 | 0 | 58.33512 | 0 | 58.33511 | 20.19 | 807.88 | 44.27 | 20.28 | 810.245 | 43.47 | 0.95763 | 58.3531838 | 0.00044 | 0.00044 | no cumple | |
| Botella 256s2 | 0 | 53.8960 | 0 | 53.89599 | 20.25 | 807.88 | 44.39 | 20.34 | 810.245 | 43.59 | 0.95740 | 0.98727 | 0.98785 | 0.01384 | no cumple | |
| Blanco 6 | 0 | 56.56547 | 0 | 56.56546 | 20.09 | 807.88 | 44.31 | 20.18 | 810.245 | 43.51 | 0.95799 | 56.582992 | 0.00020 | 0.00020 | no cumple | |
| Botella 256s3 | 0 | 53.95006 | 0 | 53.95005 | 20.16 | 807.88 | 44.43 | 20.25 | 810.245 | 43.63 | 0.95773 | 0.98779 | 0.98838 | 0.01350 | no cumple | |

Tabla 32. Ciclo de secado 2 de muestras de carbón mineral para evaluar el efecto del tiempo de secado

| 24/08/2018 | | | | | Ciclo de secado 2 | | | | | | | | | | | |
|--------------------|--------|--------------|--------|------------------------------------|-------------------|--------------|-------------|----------------------------|-----------------------------|----------------------------|---------------|--|---------------|--|---------------------|--------------------|
| ID | Deriva | m_1 | Deriva | $m_{corr.}$ por der. y cert. | T (°C) | P (hPa) | HR (%) | T (°C) _{cor} | P (hPa) _{cor} | HR (%) _{cor} | ρ_{aire} | m blancos corr. por emp. aire | m carbón | m corregido por empuje de aire | Δt_0 (g) | Criterio |
| Botella 1 s1 | 0 | 53.711 59 | 0 | 53.711 58 | 19.9 5 | 809.1 9 | 45.89 | 19.86 | 806.74 5 | 46.69 | 0.954 68 | | 0.987 41 | 0.9879 9 | 0.000 58 | no cumple |
| Blanco 1 | 0 | 54.571 53 | 0 | 54.571 52 | 20.0 1 | 809.1 9 | 45.97 | 19.92 | 806.74 5 | 46.77 | 0.954 45 | 54.5883 713 | | 0.0005 7 | 0.000 57 | no cumple |
| Botella 1 s2 | 0 | 58.247 96 | 0 | 58.247 95 | 19.9 9 | 809.2 7 | 45.76 | 19.9 | 806.82 5 | 46.56 | 0.954 64 | | 0.987 63 | 0.9882 1 | 0.000 27 | no cumple |
| Blanco 2 | 0 | 53.147 03 | 0 | 53.147 02 | 20.0 9 | 809.1 9 | 45.72 | 20 | 806.74 5 | 46.52 | 0.954 18 | 53.1634 268 | | 0.0005 4 | 0.000 54 | no cumple |
| Botella 1 s3 | 0 | 55.112 44 | 0 | 55.112 43 | 20.0 9 | 809.1 9 | 45.47 | 20 | 806.74 5 | 46.27 | 0.954 21 | | 0.987 4 | 0.9879 8 | 0.000 20 | no cumple |
| Botella 128 s1 | 0 | 56.979 73 | 0 | 56.979 72 | 20.1 4 | 809.1 2 | 45.39 | 20.05 | 806.67 5 | 46.19 | 0.953 95 | | 0.987 51 | 0.9880 9 | 0.000 29 | no cumple |
| Blanco 3 | 0 | 56.841 34 | 0 | 56.841 33 | 20.1 4 | 809.0 5 | 45.26 | 20.05 | 806.60 5 | 46.06 | 0.953 88 | 56.8588 718 | | 0.0004 1 | 0.000 41 | no cumple |
| Botella 128 s2 | 0 | 57.585 45 | 0 | 57.585 44 | 20.1 3 | 809.1 2 | 45.1 | 20.04 | 806.67 5 | 45.9 | 0.954 02 | | 0.987 37 | 0.9879 5 | 0.000 38 | no cumple |
| Blanco 4 | 0 | 51.445 28 | 0 | 51.445 27 | 20.1 6 | 809.0 5 | 44.97 | 20.07 | 806.60 5 | 45.77 | 0.953 84 | 51.4611 456 | | 0.0003 0 | 0.000 30 | no cumple |
| Botella 128 s3 | 0 | 53.733 72 | 0 | 53.733 71 | 20.1 8 | 809.0 5 | 45.01 | 20.09 | 806.60 5 | 45.81 | 0.953 76 | | 0.987 54 | 0.9881 2 | 0.000 29 | no cumple |
| Botella 256 s 1 | 0 | 54.620 96 | 0 | 54.620 95 | 20.1 9 | 808.9 7 | 44.72 | 20.1 | 806.52 5 | 45.52 | 0.953 66 | | 0.987 39 | 0.9879 7 | 0.000 38 | no cumple |
| Blanco 5 | 0 | 58.335 19 | 0 | 58.335 18 | 20.2 3 | 808.9 7 | 44.68 | 20.14 | 806.52 5 | 45.48 | 0.953 52 | 58.3531 76 | | 0.0004 4 | 0.000 44 | no cumple |
| Botella 256 s2 | 0 | 53.896 26 | 0 | 53.896 25 | 20.2 5 | 808.9 | 44.64 | 20.16 | 806.45 5 | 45.44 | 0.953 36 | | 0.987 53 | 0.9881 1 | 0.000 26 | no cumple |
| Blanco 6 | 0 | 56.565 59 | 0 | 56.565 58 | 20.2 7 | 808.9 | 44.54 | 20.18 | 806.45 5 | 45.34 | 0.953 30 | 56.5830 261 | | 0.0001 7 | 0.000 17 | cumple criterio |
| Botella 256 s3 | 0 | 53.950 4 | 0 | 53.950 39 | 20.3 | 808.9 | 44.43 | 20.21 | 806.45 5 | 45.23 | 0.953 20 | | 0.988 13 | 0.9887 1 | 0.000 34 | no cumple |

Tabla 33. Ciclo de secado 3 de muestras de carbón mineral para evaluar el efecto del tiempo de secado

| 27/08/2018 | | | | | Ciclo de secado 3 | | | | | | | | | | | | |
|---------------|--------|----------|--------|---------------------------------|-------------------|--------------|-------------|-----------------------------|------------------------------|-----------------------------|---------------|--|---------------|-------------------------------------|-----------------------|-----------------|--|
| ID | Deriva | m_i | Deriva | $m_{corr.}$ por der. y cert. | T (°C) | P (hPa) | HR (%) | T (°C) _{corr} | P (hPa) _{corr} | HR (%) _{corr} | ρ_{aire} | m <i>blancos</i> corr. por emp. aire | m carbón | m corregido por empuje de aire | Δ_{1-g} (g) | Criterio | |
| Botella 1s1 | 0 | 53.71635 | 0 | 53.71634 | 19.89 | 805.68 | 43.4 | 19.98 | 808.125 | 42.6 | 0.95629 | | 0.99217 | 0.99276 | 0.00476 | no cumple | |
| Blanco 1 | 0 | 54.5719 | 0 | 54.57189 | 19.92 | 805.68 | 43.16 | 20.01 | 808.125 | 42.36 | 0.95621 | 54.588725 | | 0.00017 | 0.00017 | cumple criterio | |
| Botella 1s2 | 0 | 58.25271 | 0 | 58.25270 | 19.97 | 805.68 | 43.07 | 20.06 | 808.125 | 42.27 | 0.95604 | | 0.99238 | 0.99297 | 0.00475 | no cumple | |
| Blanco 2 | 0 | 53.1473 | 0 | 53.14729 | 19.97 | 805.68 | 43.07 | 20.06 | 808.125 | 42.27 | 0.95604 | 53.1637288 | | 0.00024 | 0.00024 | no cumple | |
| Botella 1s3 | 0 | 55.11731 | 0 | 55.11730 | 20.03 | 805.6 | 43.03 | 20.12 | 808.045 | 42.23 | 0.95573 | | 0.99227 | 0.99286 | 0.00487 | no cumple | |
| Botella 128s1 | 0 | 56.98443 | 0 | 56.98442 | 20.11 | 805.6 | 42.66 | 20.2 | 808.045 | 41.86 | 0.95548 | | 0.99221 | 0.99280 | 0.00470 | no cumple | |
| Blanco 3 | 0 | 56.84165 | 0 | 56.84164 | 20.16 | 805.6 | 42.54 | 20.25 | 808.045 | 41.74 | 0.95531 | 56.8592082 | | 0.00007 | 0.00007 | cumple criterio | |
| Botella 128s2 | 0 | 57.5897 | 0 | 57.58969 | 20.17 | 805.6 | 42.7 | 20.26 | 808.045 | 41.9 | 0.95526 | | 0.99162 | 0.99221 | 0.00425 | no cumple | |
| Blanco 4 | 0 | 51.44552 | 0 | 51.44551 | 20.17 | 805.6 | 42.29 | 20.26 | 808.045 | 41.49 | 0.95530 | 51.4614101 | | 0.00003 | 0.00003 | cumple criterio | |
| Botella 128s3 | 0 | 53.73917 | 0 | 53.73916 | 20.18 | 805.6 | 42.13 | 20.27 | 808.045 | 41.33 | 0.95528 | | 0.99299 | 0.99358 | 0.00545 | no cumple | |
| Botella 256s1 | 0 | 54.62685 | 0 | 54.62684 | 20.25 | 805.38 | 42.17 | 20.34 | 807.825 | 41.37 | 0.95476 | | 0.99328 | 0.99387 | 0.00589 | no cumple | |
| Blanco 5 | 0 | 58.33544 | 0 | 58.33543 | 20.22 | 805.46 | 42.01 | 20.31 | 807.905 | 41.21 | 0.95498 | 58.3534538 | | 0.00017 | 0.00017 | cumple criterio | |
| Botella 256s2 | 0 | 53.90222 | 0 | 53.90221 | 20.23 | 805.31 | 42.05 | 20.32 | 807.755 | 41.25 | 0.95476 | | 0.99349 | 0.99408 | 0.00596 | no cumple | |
| Blanco 6 | 0 | 56.56578 | 0 | 56.56577 | 20.26 | 805.38 | 42.01 | 20.35 | 807.825 | 41.21 | 0.95474 | 56.5832426 | | 0.00005 | 0.00005 | cumple criterio | |
| Botella 256s3 | 0 | 53.95584 | 0 | 53.95583 | 20.27 | 805.24 | 42.01 | 20.36 | 807.685 | 41.21 | 0.95454 | | 0.99357 | 0.99416 | 0.00544 | no cumple | |

Tabla 34. Ciclo de secado 4 de muestras de carbón mineral para evaluar el efecto del tiempo de secado

| 28/08/2018 | | | | | Ciclo de secado 4 | | | | | | | | | | | |
|--------------------|--------|--------------|--------|------------------------------------|-------------------|--------------|-------------|-----------------------------|------------------------------|-----------------------------|---------------|--|---------------|---|-----------------------|--------------------|
| ID | Deriva | m_1 | Deriva | $m_{corr.}$ por der. y cert. | T (°C) | P (hPa) | HR (%) | T (°C) _{corr} | P (hPa) _{corr} | HR (%) _{corr} | ρ_{aire} | m blancos corr. por emp. aire | m carbón | m corregido por empuje de aire | Δ_{1-0} (g) | Criterio |
| Botella 1 s1 | 0 | 53.715 06 | 0 | 53.715 05 | 20.3 1 | 808.6 8 | 44.31 | 20.4 | 811.12 5 | 43.51 | 0.958 24 | | 0.990 88 | 0.9914 7 | 0.001 29 | no cumple |
| Blanco 1 | 0 | 54.571 5 | 0 | 54.571 49 | 20.3 4 | 808.6 8 | 44.15 | 20.43 | 811.12 5 | 43.35 | 0.958 14 | 54.5884 066 | | 0.0005 4 | 0.000 54 | no cumple |
| Botella 1 s2 | 0 | 58.252 58 | 0 | 58.252 57 | 20.3 7 | 808.6 8 | 44.31 | 20.46 | 811.12 5 | 43.51 | 0.958 02 | | 0.992 25 | 0.9928 4 | 0.000 13 | cumple criterio |
| Blanco 2 | 0 | 53.147 06 | 0 | 53.147 05 | 20.4 2 | 808.6 8 | 44.31 | 20.51 | 811.12 5 | 43.51 | 0.957 84 | 53.1635 197 | | 0.0004 5 | 0.000 45 | no cumple |
| Botella 1 s3 | 0 | 55.117 18 | 0 | 55.117 17 | 20.4 5 | 808.5 3 | 44.31 | 20.54 | 810.97 5 | 43.51 | 0.957 55 | | 0.992 14 | 0.9927 3 | 0.000 13 | cumple criterio |
| Botella 128 s1 | 0 | 56.984 31 | 0 | 56.984 30 | 20.4 5 | 808.5 3 | 44.1 | 20.54 | 810.97 5 | 43.3 | 0.957 57 | | 0.992 09 | 0.9926 8 | 0.000 12 | cumple criterio |
| Blanco 3 | 0 | 56.841 39 | 0 | 56.841 38 | 20.4 4 | 808.4 6 | 44.06 | 20.53 | 810.90 5 | 43.26 | 0.957 53 | 56.8589 89 | | 0.0002 9 | 0.000 29 | no cumple |
| Botella 128 s2 | 0 | 57.589 54 | 0 | 57.589 53 | 20.4 5 | 808.4 6 | 43.9 | 20.54 | 810.90 5 | 43.1 | 0.957 51 | | 0.991 46 | 0.9920 5 | 0.000 16 | cumple criterio |
| Blanco 4 | 0 | 51.445 29 | 0 | 51.445 28 | 20.4 7 | 808.4 6 | 43.57 | 20.56 | 810.90 5 | 42.77 | 0.957 47 | 51.4612 162 | | 0.0002 3 | 0.000 23 | no cumple |
| Botella 128 s3 | 0 | 53.738 97 | 0 | 53.738 96 | 20.3 3 | 808.4 6 | 43.53 | 20.42 | 810.90 5 | 42.73 | 0.957 98 | | 0.992 79 | 0.9933 8 | 0.000 20 | no cumple |
| Botella 256 s 1 | 0 | 54.626 62 | 0 | 54.626 61 | 20.2 8 | 808.4 6 | 43.48 | 20.37 | 810.90 5 | 42.68 | 0.958 17 | | 0.993 05 | 0.9936 4 | 0.000 23 | no cumple |
| Blanco 5 | 0 | 58.335 13 | 0 | 58.335 12 | 20.3 5 | 808.3 9 | 43.57 | 20.44 | 810.83 5 | 42.77 | 0.957 83 | 58.3531 974 | | 0.0004 2 | 0.000 42 | no cumple |
| Botella 256 s2 | 0 | 53.901 93 | 0 | 53.901 92 | 20.3 4 | 808.3 9 | 43.69 | 20.43 | 810.83 5 | 42.89 | 0.957 85 | | 0.993 20 | 0.9937 9 | 0.000 29 | no cumple |
| Blanco 6 | 0 | 56.565 48 | 0 | 56.565 47 | 20.3 2 | 808.3 9 | 43.69 | 20.41 | 810.83 5 | 42.89 | 0.957 92 | 56.5830 007 | | 0.0001 9 | 0.000 19 | no cumple |
| Botella 256 s3 | 0 | 53.955 66 | 0 | 53.955 65 | 20.2 7 | 808.3 9 | 43.9 | 20.36 | 810.83 5 | 43.1 | 0.958 08 | | 0.993 39 | 0.9939 8 | 0.000 18 | cumple criterio |

Tabla 35. Ciclo de secado 5 de muestras de carbón mineral para evaluar el efecto del tiempo de secado

| 28/08/2018 | | | | | Ciclo de secado 5 | | | | | | | | | | | |
|----------------|----------|----------|----------|------------------------------|-------------------|-----------|----------|--------------------------|---------------------------|--------------------------|---------------|-----------------------------------|--------------|------------------------------------|------------------|-----------------|
| ID | Derivada | m_1 | Derivada | $m_{corr. por der. y cert.}$ | T (°C) | P (hPa) | HR (%) | T (°C) _{corr} | P (hPa) _{corr} | HR (%) _{corr} | ρ_{aire} | $m_{blancos corr. por emp. aire}$ | $m_{carbón}$ | $m_{corregido por empuje de aire}$ | $\Delta 1.0$ (g) | Criterio |
| Botella 1 s1 | 0 | 53.71636 | 0 | 53.71635 | 20.09 | 806.41 | 44.1 | 20.18 | 808.855 | 43.3 | 0.95636 | | 0.99218 | 0.99277 | -0.00130 | no cumple |
| Blanco 1 | 0 | 54.57163 | 0 | 54.57162 | 20.12 | 806.41 | 44.02 | 20.21 | 808.855 | 43.22 | 0.95626 | 54.5885034 | | -0.00044 | 0.00044 | no cumple |
| Botella 1 s2 | 0 | 58.25274 | 0 | 58.25273 | 20.16 | 806.41 | 43.77 | 20.25 | 808.855 | 42.97 | 0.95614 | | 0.99241 | 0.99300 | 0.00016 | cumple criterio |
| Blanco 2 | 0 | 53.14693 | 0 | 53.14692 | 20.16 | 806.41 | 43.61 | 20.25 | 808.855 | 42.81 | 0.95616 | 53.1633608 | | -0.00061 | 0.00061 | no cumple |
| Botella 1 s3 | 0 | 55.11732 | 0 | 55.11731 | 20.17 | 806.41 | 43.53 | 20.26 | 808.855 | 42.73 | 0.95613 | | 0.99228 | 0.99287 | 0.00014 | cumple criterio |
| Botella 128 s1 | 0 | 56.98442 | 0 | 56.98441 | 20.21 | 806.41 | 43.36 | 20.3 | 808.855 | 42.56 | 0.95600 | | 0.99220 | 0.99279 | 0.00011 | cumple criterio |
| Blanco 3 | 0 | 56.84138 | 0 | 56.84137 | 20.27 | 806.34 | 43.2 | 20.36 | 808.785 | 42.4 | 0.95572 | 56.8589457 | | -0.00033 | 0.00033 | no cumple |
| Botella 128 s2 | 0 | 57.58968 | 0 | 57.58967 | 20.24 | 806.34 | 43.07 | 20.33 | 808.785 | 42.27 | 0.95584 | | 0.99160 | 0.99219 | 0.00014 | cumple criterio |
| Blanco 4 | 0 | 51.44529 | 0 | 51.44528 | 20.28 | 806.41 | 43.11 | 20.37 | 808.855 | 42.31 | 0.95578 | 51.461188 | | -0.00026 | 0.00026 | no cumple |
| Botella 128 s3 | 0 | 53.73913 | 0 | 53.73912 | 20.32 | 806.26 | 43.36 | 20.41 | 808.705 | 42.56 | 0.95543 | | 0.99295 | 0.99354 | 0.00016 | cumple criterio |
| Botella 256 s1 | 0 | 54.62672 | 0 | 54.62671 | 20.35 | 806.34 | 43.4 | 20.44 | 808.785 | 42.6 | 0.95541 | | 0.99315 | 0.99374 | 0.00010 | cumple criterio |
| Blanco 5 | 0 | 58.33527 | 0 | 58.33526 | 20.34 | 806.26 | 43.36 | 20.43 | 808.705 | 42.56 | 0.95536 | 58.3532908 | | -0.00033 | 0.00033 | no cumple |
| Botella 256 s2 | 0 | 53.90211 | 0 | 53.90210 | 20.35 | 806.34 | 43.4 | 20.44 | 808.785 | 42.6 | 0.95541 | | 0.99338 | 0.99397 | 0.00018 | cumple criterio |
| Blanco 6 | 0 | 56.56555 | 0 | 56.56554 | 20.43 | 806.26 | 43.36 | 20.52 | 808.705 | 42.56 | 0.95503 | 56.5830178 | | -0.00017 | 0.00017 | cumple criterio |
| Botella 256 s3 | 0 | 53.95589 | 0 | 53.95588 | 20.49 | 806.26 | 43.4 | 20.58 | 808.705 | 42.6 | 0.95481 | | 0.99362 | 0.99421 | 0.00023 | no cumple |

Tabla 36. Ciclo de secado 6 de muestras de carbón mineral para evaluar el efecto del tiempo de secado

| 29/08/2018 | | | | | Ciclo de secado 6 | | | | | | | | | | | | |
|--------------------|--------|--------------|--------|------------------------------------|-------------------|--------------|-------------|----------------------------|-----------------------------|----------------------------|---------------|--|---------------|---|-----------------------|--------------------|--|
| ID | Deriva | m_1 | Deriva | $m_{corr.}$ por der. y cert. | T (°C) | P (hPa) | HR (%) | T (°C) _{cor} | P (hPa) _{cor} | HR (%) _{cor} | ρ_{aire} | m blancos corr. por emp. aire | m carbón | m corregido por empuje de aire | Δ_{1-0} (g) | Criterio | |
| Botella 1 s1 | 0 | 53.716 27 | 0 | 53.716 26 | 20.1 6 | 809.3 4 | 45.1 | 20.25 | 811.78 5 | 44.3 | 0.959 48 | | 0.992 09 | 0.9926 8 | 0.000 09 | cumple criterio | |
| Blanco 1 | 0 | 54.571 41 | 0 | 54.571 40 | 20.1 | 809.2 7 | 45.14 | 20.19 | 811.71 5 | 44.34 | 0.959 62 | 54.5883 426 | | 0.0006 0 | 0.000 60 | no cumple | |
| Botella 1 s2 | 0 | 58.252 2 | 0 | 58.252 19 | 20.1 3 | 809.3 4 | 45.35 | 20.22 | 811.78 5 | 44.55 | 0.959 57 | | 0.991 87 | 0.9924 6 | 0.000 54 | no cumple | |
| Blanco 2 | 0 | 53.146 77 | 0 | 53.146 76 | 20.1 1 | 809.3 4 | 45.39 | 20.2 | 811.78 5 | 44.59 | 0.959 64 | 53.1632 606 | | 0.0007 1 | 0.000 71 | no cumple | |
| Botella 1 s3 | 0 | 55.116 94 | 0 | 55.116 93 | 20.3 1 | 809.2 7 | 45.39 | 20.4 | 811.71 5 | 44.59 | 0.958 82 | | 0.991 9 | 0.9924 9 | 0.000 38 | no cumple | |
| Botella 128 s1 | 0 | 56.984 23 | 0 | 56.984 22 | 20.3 | 809.3 4 | 45.39 | 20.39 | 811.78 5 | 44.59 | 0.958 94 | | 0.992 01 | 0.9926 0 | 0.000 19 | cumple criterio | |
| Blanco 3 | 0 | 56.841 24 | 0 | 56.841 23 | 20.2 5 | 809.3 4 | 45.18 | 20.34 | 811.78 5 | 44.38 | 0.959 15 | 56.8588 687 | | 0.0004 1 | 0.000 41 | no cumple | |
| Botella 128 s2 | 0 | 57.589 42 | 0 | 57.589 41 | 20.2 1 | 809.3 4 | 45.1 | 20.3 | 811.78 5 | 44.3 | 0.959 30 | | 0.991 34 | 0.9919 3 | 0.000 26 | no cumple | |
| Blanco 4 | 0 | 51.445 19 | 0 | 51.445 18 | 20.1 7 | 809.3 4 | 45.01 | 20.26 | 811.78 5 | 44.21 | 0.959 46 | 51.4611 492 | | 0.0002 9 | 0.000 29 | no cumple | |
| Botella 128 s3 | 0 | 53.738 83 | 0 | 53.738 82 | 20.1 | 809.2 7 | 45.1 | 20.19 | 811.71 5 | 44.3 | 0.959 62 | | 0.992 65 | 0.9932 4 | 0.000 30 | no cumple | |
| Botella 256 s 1 | 0 | 54.626 82 | 0 | 54.626 81 | 20.1 7 | 809.2 7 | 45.01 | 20.26 | 811.71 5 | 44.21 | 0.959 37 | | 0.993 25 | 0.9938 4 | 0.000 10 | cumple criterio | |
| Blanco 5 | 0 | 58.335 14 | 0 | 58.335 13 | 20.1 7 | 809.2 7 | 44.85 | 20.26 | 811.71 5 | 44.05 | 0.959 39 | 58.3532 37 | | 0.0003 8 | 0.000 38 | no cumple | |
| Botella 256 s2 | 0 | 53.901 8 | 0 | 53.901 79 | 20.1 7 | 809.2 7 | 44.81 | 20.26 | 811.71 5 | 44.01 | 0.959 40 | | 0.993 07 | 0.9936 6 | 0.000 31 | no cumple | |
| Blanco 6 | 0 | 56.565 43 | 0 | 56.565 42 | 20.2 1 | 809.2 7 | 44.72 | 20.3 | 811.71 5 | 43.92 | 0.959 26 | 56.5829 752 | | 0.0002 2 | 0.000 22 | no cumple | |
| Botella 256 s3 | 0 | 53.955 64 | 0 | 53.955 63 | 20.2 8 | 809.2 7 | 44.6 | 20.37 | 811.71 5 | 43.8 | 0.959 02 | | 0.993 37 | 0.9939 6 | 0.000 25 | no cumple | |

Tabla 37. Ciclo de secado 7 de muestras de carbón mineral para evaluar el efecto del tiempo de secado

| 29/08/2018 | | | | | Ciclo de secado 7 | | | | | | | | | | | |
|--------------------|--------|--------------|--------|------------------------------------|-------------------|--------------|-------------|---------------------------------|----------------------------------|----------------------------|---------------|---|---------------|---|-----------------------|--------------------|
| ID | Deriva | m_1 | Deriva | $m_{corr.}$ por der. y cert. | T (°C) | P (hPa) | HR (%) | T (°C) _{cor} r | P (hPa) _{cor} r | HR (%) _{cor} | ρ_{aire} | m <i>blancos</i> corr. por emp. aire | m carbón | m corregido por empuje de aire | Δ_{1-0} (g) | Criterio |
| Botella 1 s1 | 0 | 53.716 37 | 0 | 53.716 36 | 20.2 5 | 807.3 6 | 44.93 | 20.34 | 809.80 5 | 44.13 | 0.956 82 | | 0.992 19 | 0.9927 8 | 0.000 10 | cumple criterio |
| Blanco 1 | 0 | 54.571 62 | 0 | 54.571 61 | 20.2 6 | 807.4 4 | 44.77 | 20.35 | 809.88 5 | 43.97 | 0.956 90 | 54.5885 046 | | 0.0004 4 | 0.000 44 | no cumple |
| Botella 1 s2 | 0 | 58.252 5 | 0 | 58.252 49 | 20.2 7 | 807.4 4 | 44.56 | 20.36 | 809.88 5 | 43.76 | 0.956 88 | | 0.992 17 | 0.9927 6 | 0.000 30 | no cumple |
| Blanco 2 | 0 | 53.147 | 0 | 53.146 99 | 20.2 7 | 807.4 4 | 44.39 | 20.36 | 809.88 5 | 43.59 | 0.956 90 | 53.1634 436 | | 0.0005 2 | 0.000 52 | no cumple |
| Botella 1 s3 | 0 | 55.117 15 | 0 | 55.117 14 | 20.3 1 | 807.4 4 | 44.31 | 20.4 | 809.88 5 | 43.51 | 0.956 76 | | 0.992 11 | 0.9927 0 | 0.000 21 | no cumple |
| Botella 128 s1 | 0 | 56.984 45 | 0 | 56.984 44 | 20.3 5 | 807.4 4 | 44.15 | 20.44 | 809.88 5 | 43.35 | 0.956 64 | | 0.992 23 | 0.9928 2 | 0.000 22 | no cumple |
| Blanco 3 | 0 | 56.841 45 | 0 | 56.841 44 | 20.3 5 | 807.4 4 | 44.06 | 20.44 | 809.88 5 | 43.26 | 0.956 65 | 56.8590 328 | | 0.0002 5 | 0.000 25 | no cumple |
| Botella 128 s2 | 0 | 57.589 64 | 0 | 57.589 63 | 20.3 8 | 807.4 4 | 44.02 | 20.47 | 809.88 5 | 43.22 | 0.956 54 | | 0.991 56 | 0.9921 5 | 0.000 22 | no cumple |
| Blanco 4 | 0 | 51.445 43 | 0 | 51.445 42 | 20.3 8 | 807.4 4 | 43.77 | 20.47 | 809.88 5 | 42.97 | 0.956 57 | 51.4613 412 | | 0.0001 0 | 0.000 10 | cumple criterio |
| Botella 128 s3 | 0 | 53.738 89 | 0 | 53.738 88 | 20.4 3 | 807.4 4 | 43.69 | 20.52 | 809.88 5 | 42.89 | 0.956 39 | | 0.992 71 | 0.9933 0 | 0.000 06 | cumple criterio |
| Botella 256 s 1 | 0 | 54.626 85 | 0 | 54.626 84 | 20.4 9 | 807.4 4 | 43.69 | 20.58 | 809.88 5 | 42.89 | 0.956 18 | | 0.993 28 | 0.9938 7 | 0.000 03 | cumple criterio |
| Blanco 5 | 0 | 58.335 29 | 0 | 58.335 28 | 20.4 8 | 807.4 4 | 43.69 | 20.57 | 809.88 5 | 42.89 | 0.956 21 | 58.3533 27 | | 0.0002 9 | 0.000 29 | no cumple |
| Botella 256 s2 | 0 | 53.902 05 | 0 | 53.902 04 | 20.4 8 | 807.4 4 | 43.73 | 20.57 | 809.88 5 | 42.93 | 0.956 21 | | 0.993 32 | 0.9939 1 | 0.000 25 | no cumple |
| Blanco 6 | 0 | 56.565 68 | 0 | 56.565 67 | 20.4 9 | 807.5 1 | 43.73 | 20.58 | 809.95 5 | 42.93 | 0.956 26 | 56.5831 703 | | 0.0000 2 | 0.000 02 | cumple criterio |
| Botella 256 s3 | 0 | 53.955 9 | 0 | 53.955 89 | 20.4 6 | 807.5 1 | 43.69 | 20.55 | 809.95 5 | 42.89 | 0.956 37 | | 0.993 63 | 0.9942 2 | 0.000 26 | no cumple |