

Powell

Fabrication & Manufacturing Inc

PRUEBA DE SÓLIDOS SUSPENDIDOS EN EL HIPOCLORITO DE SODIO POR FILTRACIÓN AL VACÍO

Developed by Dr. Bernard Bubnis of Novatek, A Division of EBB, Inc.
Phone 513.523.1545 Fax 513.523.0005

ANTECEDENTES

La prueba de calidad de sólidos suspendidos por filtración al vacío es un procedimiento desarrollado para evaluar la claridad del Hipoclorito de Sodio. El color y la turbiedad son dos problemas que se presentan con mayor frecuencia en un producto que no ha sido filtrado debido a la presencia de complejos de iones metálicos en transición de solución a precipitados.

Este procedimiento está basado en el tiempo que toma filtrar un litro de hipoclorito a una presión constante de vacío. Una bomba de vacío de laboratorio produce normalmente un vacío igual a 20 pulgadas de mercurio en un matraz de filtración. Cuando un litro de hipoclorito de alta claridad se somete a éste procedimiento de filtración bajo ésta presión, tardará menos de tres minutos para ser filtrado. Al contrario un hipoclorito turbio tomará mínimo el doble de tiempo y se han observado muestras que han tomado más de 20 minutos. Esta gran diferencia entre una gran claridad y una baja claridad puede ser utilizada para determinar la calidad del blanqueador.

Muchos productores y comercializadores están especificando el uso de la [Prueba de Sólidos Suspendidos para Hipoclorito de Sodio usando Filtración al Vacío](#) como un criterio válido para la aceptación de despachos y entregas de Hipoclorito de sodio, dado que se ha encontrado que la alta claridad en el producto incrementa la satisfacción del cliente ya que previene los problemas de turbidez, la generación de oxígeno y taponamiento tanto en la tubería como en los instrumentos de medición.

METODO ANALITICO

Debido a la dificultad para estandarizar la operación de los eyectores de agua, se optó por la estación de vacío Alltech Benchtop, para establecer el procedimiento de la prueba de sólidos suspendidos para el hipoclorito. Adicionalmente la prueba ha mostrado que el equipo de filtración Millipore ayuda a prevenir los goteos por las membranas.

EQUIPOS

Estación de vacío *Alltech de 115 V
Matraz de 1 litro de base de vidrio **Millipore, 47 mm
Base y Tapa del tubo Millipore, 47 mm
Embudo Millipore 300 ml, 47 mm
Abrazadera Millipore, 47 mm
Papel filtro Millipore, Tipo AA, 0.8 µm

NÚMERO DE CATÁLOGO

6417
XX1504705
XX1504702
XX1004704
XX1004703
AAWP 047 00

*Alltech Assoc.
2051 Waukegan Road
Deerfield IL 60015

**Millipore (Corporate Headquarters)
80 Ashby Road
Bedford MA 01730

PROCEDIMIENTO

A. ENSAMBLE DEL EQUIPO DE FILTRACION

El equipo de filtración consta de: una bomba de vacío, un matraz de vidrio fondo plano, base y tubo, embudo, abrazadera, tubería tygon y papel de filtro.

1. Conecte la bomba a una salida de 115 voltios.
2. Conectar la tubería de tygon a la bomba de vacío y al soporte del matraz del filtro, fijar el tubo de tygon con una lengüeta y tornillo apropiados a la bomba de vacío. Conectar el otro extremo de la base del tubo a la tapa del matríz.
3. Colocar la base y la tapa del tubo al frasco del filtro.
4. Colocar un solo papel de filtro de 0.8 μm liso en el centro del vaso de filtro.

Nota: En el evento de que el papel empiece a gotear por el alto contenido de sólidos suspendidos en el hipoclorito, se pueden utilizar dos papeles filtro de 0.8 μm . Esto tendrá un impacto mínimo sobre el tiempo de filtración.

5. Asegure el papel del filtro en el embudo que está colocado en la abrazadera. Humedezca el papel filtro con un poco de agua de tubería.

Nota: La posición de la abrazadera es muy importante. Algunos escapes han sido observados cuando ésta ejerce presiones excesivas. Es necesario determinar la posición apropiada de la abrazadera filtrando agua y examinando las fugas. Cuando se encuentra la posición adecuada exenta de fugas, se puede proceder a la filtración del hipoclorito.

6. Para prevenir daños del equipo de filtración se recomienda asegurar el equipo a una base de probetas.
7. Accionar la bomba de vacío presionando el interruptor para iniciar la operación.
8. Programar el vacío deseado a generar por la bomba.

B. PROGRAMACIÓN DEL SET POINT EN LA BOMBA DE VACIO

Cálculo del Set Point – La presión atmosférica a nivel del mar es igual a 762 mm Hg (ó 30 pulgadas). Un eyector estándar de agua para laboratorio produce un vacío de 20 hasta 25 pulgadas de mercurio. Este vacío es el que transporta más rápidamente el líquido a través del sistema de filtración comparada con la velocidad alcanzada por el efecto de la gravedad. En la literatura es común describir la presión de vacío cómo pulgadas ó milímetros de mercurio. La conversión es:

$$1 \text{ pulgada de mercurio} = 25.4 \text{ mm Hg}$$

Así, cuando la bomba de vacío indica 20 pulgadas de mercurio, el vacío es equivalente a 508 mm Hg ($20 \times 25.4 = 508$).

Para definir el vacío en el equipo Alltech que sea equivalente con el eyector de agua es necesario calcular la presión atmosférica en mm Hg. Esto puede ser realizado por una resta entre el vacío que es generado (en mm de mercurio) y la presión atmosférica al nivel del mar (762 mm Hg). Por ejemplo para producir 20 pulgadas de Hg, se requieren 508 mm Hg. Esto significa que 10 pulgadas ó 254 mm Hg ($762 - 508 \text{ mm Hg}$) están en exceso. Este valor es el Set Point que se debe programar en el equipo Alltech de vacío.

Por ejemplo, cuál es el punto fijo para tener 12 pulgadas de mercurio?

1. 12 pulgadas Hg X 25.4 mm Hg por pulgada = 305 mm Hg
2. 762 mm Hg - 305 mm Hg = 454 mm Hg = punto fijo

C. SELECCIÓN DEL CICLAJE DE LA BOMBA

La bomba de la estación de vacío opera en un ciclo adecuado para mantener el vacío necesario. Para la aplicación de la prueba de los sólidos suspendidos se recomienda que la bomba de vacío esté en un ciclo rápido. El tiempo de ciclo de la bomba de vacío es llamado "Histéresis" en la literatura de Alltech.

1. Cuando la estación de vacío es encendida, está en el modo de Set Point.
2. Programe el Set Point moviendo hacia arriba ó hacia abajo los botones \uparrow ó \downarrow del teclado.
3. Presione y mantenga el botón de modo hasta que la Histéresis aparezca en la pantalla.
4. Mueva los botones \uparrow ó \downarrow sobre el teclado hasta que el valor de histéresis 5 sea establecido.
5. Toque el botón HOLD dos veces para retornar al modo de Set point.

Después de que el Set Point y el de histéresis han sido fijados, el sistema está listo para iniciar el proceso de filtración

D. FILTRACION DEL HIPOCLORITO

1. En la bomba de vacío seleccione el Set Point para 20 pulgadas de mercurio (Set Point = 254).
2. Seleccione la histéresis en 5.
3. Colocar un papel de filtro nuevo en el aparato filtrante y humedecerlo con un poco de agua ó de lo contrario la bomba no producirá vacío.
4. Encienda la bomba de vacío.

Nota: La pantalla mostrará el punto seleccionado y la presión real: SET = 254 y ACT = 760

La pantalla muestra que el punto fijo ha sido determinado y programado en 254 y que la presión actual de vacío es 760 mm de Hg (ningún vacío ha sido generado). Una vez los valores sean seleccionados, la bomba empezará el ciclo y el valor de ACT comenzará a disminuir (el vacío se empieza a generar) . El valor de la presión actual empieza a decrecer hasta que el Set Point sea alcanzado. Cuando ACT = SET la bomba empezará a ciclarse para mantener el punto de presión determinado. Debido a que un tiempo de ciclo (histéresis) de un valor de 5 fue programado, la bomba estará on/off cuando la ACT sea ± 5 unidades del set point.

5. Cuando los valores de las lecturas de presión de SET y ACT estén realmente cerca ó sean iguales, la filtración empezará.
6. Tenga cuidado con el manejo de hipoclorito.

Nota: Se deben seguir los procedimientos correctos de seguridad durante toda la prueba de sólidos suspendidos incluyendo una adecuada ventilación, uso de gafas de seguridad y otras prácticas generalmente establecidas para manipular el hipoclorito líquido.

7. Tenga listo un cronómetro para tomar el tiempo exacto en la prueba de filtración.
8. Inicie el cronometraje de tiempos de filtración – Llene cuidadosamente el embudo con el hipoclorito. Repita la operación hasta que toda la muestra de un litro haya sido filtrada.

Nota: La mejor forma es verter el hipoclorito por las paredes del embudo del filtro.

9. Observe como el Hipoclorito pasa a través del papel filtro. Normalmente el Hipoclorito empieza a pasar lentamente cuando la cantidad de sólidos suspendidos aumenta. Si el flujo acelera su paso repentinamente puede ser que el papel de filtro tenga un orificio. En ese momento será mejor colocar 2 papeles de filtro para evitar que esto siga sucediendo.
10. Después de que un litro de Hipoclorito haya pasado a través del filtro, apague el cronómetro y registre el tiempo.

IMPORTANTE

YA QUE EL HIPOCLORITO ES CORROSIVO, EL SISTEMA DEBE SER VENTILADO ENTRE CADA CORRIDA DE FILTRACIÓN.-

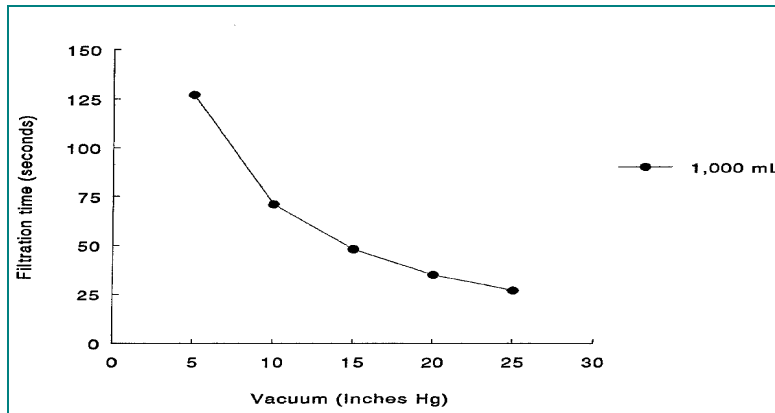
- a. Después de completar una filtración de sólidos suspendidos, presione la tecla mode – usted está ahora en el Continues Vent Mode.
- b. Deje que el sistema se ventee por lo menos 5 minutos antes de iniciar una segunda prueba de filtración del hipoclorito.
- c. Toque la tecla mode 2 veces para volver al modo de filtración.
- d. Reemplace los filtros y humedezca la superficie con agua. Un vacío empezará a formarse como se indica en el teclado de la pantalla (ACT empieza a decrecer).
- e. Coloque una nueva muestra de hipoclorito dentro del embudo del filtro y empiece el cronometraje de la filtración.

E. TIEMPOS DE FILTRACIÓN

Un enjuague periódico con ácido clorhídrico 0.1 N conservará el frasco matraz de cristal esmerilado libre de impurezas. Los tiempos de filtración para un volumen de un litro fueron tomados y registrados para agua potable, hipoclorito filtrado y no filtrado. Nosotros recomendamos el uso de la estación de Vacío Alltech. Sin embargo si usted está usando un eyector de agua, puede seguir el procedimiento que encuentra enseguida.

ESTIMACIÓN PARA EL CASO DE EYECTORES DE VACÍO POR AGUA

1. Ponga en marcha el sistema de filtración por eyector para filtrar 1 litro de agua de acueducto.
2. Filtre un litro de agua de acueducto y registre el tiempo.
3. En la gráfica Tiempo de filtración vs. Vacío que aparece abajo, encuentre el tiempo de filtración en el eje "y"
4. Trace una línea recta desde el eje "y" para la curva y extrapole para obtener los datos el eje "x"
5. La extrapolación del eje "x" provee un vacío estimado.



E. TIEMPOS DE FILTRACIÓN VS. VACIO

La siguiente tabla muestra el tiempo de filtración típico para un litro de agua potable, hipoclorito filtrado y no filtrado. Cuando se hace un vacío de 20 pulgadas de Hg. el tiempo promedio de filtración para el agua potable es de 35 segundos. Bajo las mismas condiciones, el hipoclorito filtrado toma 120 segundos. Este es un buen tiempo de filtración para el hipoclorito. Al contrario un litro de hipoclorito no filtrado toma un tiempo significativamente mayor. Los tiempos actuales pueden variar dependiendo de la calidad del agua potable y de la proveniencia del hipoclorito.

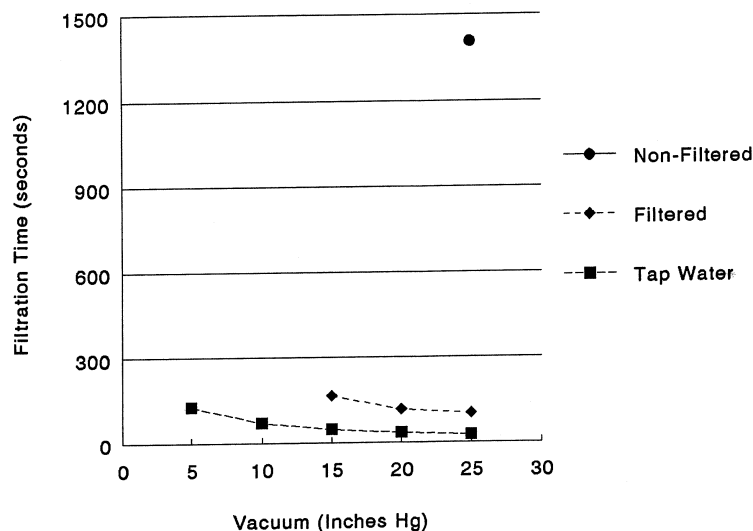
TIEMPOS TÍPICOS DE FILTRACIÓN

Pulgadas de Hg	mm Hg	Set Point	Agua Potable (Segundos)	Hipoclorito Filtrado (Segundos)	Hipoclorito no-filtrado (Segundos)
5	127	635	127		
10	254	508	71		
15	381	381	48	170	
20	508	254	35	120	
25	635	127	27 (~1/2 min)	105 (~ 1 3/4 min)	1,400 (>20 min)

NOTA: EL ERROR EN LA REPETICIÓN Y TOMA DE TIEMPOS DE FILTRACIÓN FUE <5%

En la siguiente gráfica se observan tiempos similares de filtración para agua de tubería y para hipoclorito de alta claridad. También se pueden observar grandes diferencias de tiempo para hipocloritos no filtrados.

Bleach Suspended Solids Quality Test 1,000 mL



La prueba de sólidos suspendidos requiere el uso de filtros de 0.8-micrones. Nuestros estudios muestran que los filtros más confiables y durables son los del tipo Millipore AA de 0.8 micrones. Otros papeles de filtro fueron también probados (nylon y policarbonatos). Una variedad de problemas fueron encontrados incluyendo rompimiento de filtros, pobre impermeabilización alrededor de los bordes del filtro y en algunos casos el filtro se mostró quebradizo rompiéndose posteriormente.

Recomendamos que la prueba de sólidos suspendidos sea realizada con un vacío de 20 pulgadas de mercurio. Bajo estas condiciones, se encuentran normalmente los siguientes resultados.

TIEMPOS DE FILTRACIÓN TÍPICOS @ 20 PULGADAS DE HG
(CONCENTRACIÓN AL 15%)

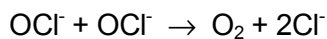
Filtrado A	No-filtrado A	Filtrado B	No-filtrado B	Filtrado C	No-filtrado C
< 2 min	> 6 min	< 1 min	> 15 min	< 2 min	> 60 min

Es interesante observar las grandes diferencias entre los tiempos de filtración de las muestras de hipoclorito no filtrado. Estas muestras fueron seleccionadas como ejemplos de una soda cáustica de membranas con agua suavizada (A), soda cáustica de membranas con agua potable (B) y soda cáustica de diafragma con agua de acueducto (C).

Los datos indican que la filtración del Hipoclorito durante la producción remueven la turbiedad no deseada (incrementa la claridad o brillo) en el hipoclorito por la presencia de iones de metales. La filtración del hipoclorito también ayuda a eliminar los efectos adversos (descomposición) de los iones de metales complejos que se forman durante la producción del hipoclorito. La prueba de sólidos suspendidos para hipoclorito por filtración de vacío es el camino más simple para evaluar la pureza del hipoclorito durante al tiempo de la entrega. Si un litro de Hipoclorito entregado toma más de tres minutos para filtrar, la probabilidad de que el producto no sea de alta pureza es mayor.

F. LA FILTRACIÓN DEL HIPOCLORITO Y LA CATALISIS DE LOS METALES DE TRANSICIÓN

La formación de oxígeno por la descomposición de OCl^- es una reacción paralela y muy lenta que ocurre en soluciones de OCl^- puro. Sin embargo en presencia de iones metálicos de transición la rata de descomposición del hipoclorito por la formación de oxígeno es incrementada.



El efecto de varios iones metálicos (Mn^{2+} , Fe^{3+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , y Cu^{2+}) sobre la descomposición catalítica de OCl^- en soluciones básicas fue recientemente investigado por Gordon¹. El ión Níquel cataliza fuertemente la descomposición del hipoclorito ya sea por si sólo o en combinación con otros iones metálicos. Así, la concentración del hipoclorito se reducirá en presencia de éstos iones metálicos de transición ($Ni > Co > Cu > Fe > Mn > Hg$)².

El papel de la catálisis de los iones de metales de transición en el hipoclorito líquido es complejo. En general el níquel aparece para catalizar efectivamente la descomposición ya sea solo o en combinación con otros metales de transición. La máxima concentración de los iones metálicos de transición que no afectará significativamente la descomposición del hipoclorito está entre ~ 0.1 mg/L Ni^{2+} y ~ 1 mg/L Cu^{2+} . Ión férrico (Fe^{3+}) y Mn^{2+} cuando se presentan solos, no son considerados como causantes de una catálisis efectiva para la descomposición del hipoclorito y tienden más a generar rápida formación de precipitados.

Los metales de transición solubles están generalmente presentes como hidróxidos complejos de M^{n+} ó como complejos aniónicos tales como fosfatos, cloruros ó hipocloritos. El complejo metálico también puede presentarse como un dímero (u oligómero) hidróxido complejo M^{n+} -, el cual puede eventualmente generar ó no generar precipitados. En la producción de hipoclorito muchos tipos de metales complejos se forman indudablemente ya sea en solución ó como precipitados. Los productores de hipoclorito son conscientes de la formación de precipitados de iones metálicos y por lo tanto una vez han producido el hipoclorito, lo filtran o lo dejan decantar para ser comercializado como un producto limpio y libre de precipitados. Sin embargo los precipitados son usualmente encontrados en los tanques, líneas y equipos que usan hipoclorito que es mezclado con agua no suavizada. Además las probabilidades de formar iones de metales complejos disueltos son mayores. Cualquiera de todas estas especies de metales complejos pueden bajar el contenido de hipoclorito en el tanque una vez resultando en la formación de oxígeno.

FUENTES DE LOS IONES DE METALES DE TRANSICIÓN EN EL HIPOCLORITO COMERCIAL.

Las celdas electrolíticas usadas para la producción de soda cáustica se clasifican entres clases: diafragma (grado comercial), mercurio (grado rayón) y de celdas de membrana. El nivel de impurezas en la cáustica está directamente relacionado con el tipo de procesos. Muchos productores de hipoclorito usan cáustica producida por celdas de diafragma por que el costo es bajo. Desafortunadamente este tipo de cáustica tiene un elevado contenido de impurezas. La cáustica producida por celdas de membrana y mercurio es más costosa pero tiene menor contenido de impurezas.

El primer aspecto de calidad de la soda son las impurezas. En la soda cáustica los iones metálicos de transición (Fe, Cu, y Ni) son solubles y más probablemente presentes como sales de sodio de varios complejos aniónicos. Sin embargo si la soda cáustica es diluida, se pueden presentar formación lenta de precipitados de composición desconocida.

Un hipoclorito es llamado como de baja calidad cuando es turbio y su color es diferente al Amarillo brillante que lo caracteriza. La calidad del hipoclorito está directamente relacionada con la soda cáustica y el cloro utilizados en su producción. Los iones metálicos contenidos en el hipoclorito pueden originarse de numerosas fuentes. Algunas están en las listas siguientes:

- | | |
|--------|--|
| NÍQUEL | El origen del Níquel en la soda cáustica del 50% es de los evaporadores de níquel usados para concentrar la soda cáustica proveniente de las celdas de electrólisis. Este puede también venir del níquel contenido en los sedimentos de Na_2CO_3 y $NaCl$ de los tanques de almacenamiento. En términos de calidad contenidos de níquel por encima de 0.3-ppm resultan en residuos de color negro. |
| HIERRO | La soda diluida de las celdas generalmente contiene 0.6 ppm de hierro que es concentrado hasta cerca 3 ppm en la soda cáustica del 50%. El hierro también se concentrará en los precipitados localizados en el fondo de los tanques de almacenamiento resultando en un contenido de más de 5 ppm |

Fe en una soda cáustica al 50%. La soda cáustica es generalmente transportada en tanques de acero recubierto y las operaciones de dilución y almacenamiento son generalmente llevadas a cabo en líneas y tanques no recubiertos. Durante estas operaciones, el tanque tendrá corrosión produciéndose así un exceso de contenido de hierro. Un contenido de hierro por encima de 3 ppm en una soda cáustica al 50% deja el hipoclorito con un color pardo oscuro.

CALCIO Y MAGNESIO Los niveles de Calcio y Magnesio en la soda cáustica son bajos. Sin embargo si se utiliza agua dura en la dilución de la soda cáustica, estos niveles de calcio y magnesio serán indudablemente incrementados. Niveles excesivos pueden también resultar de la formación de precipitados en el fondo del tanque de almacenamiento. El Calcio y el Magnesio en exceso de 6 y 9 ppm respectivamente causan una turbiedad leve y sedimentos.

La aplicación de Filtración al hipoclorito incrementa la calidad del mismo. El Color y turbidez son fácilmente removidos usando una línea de filtración y así el producto tendrá más larga vida de almacenamiento con menos calibración y mantenimiento en los sistemas de alimentación. En el futuro la prueba de sólidos suspendidos será la más importante característica para decidir la compra y recibo del Hipoclorito de Sodio, por lo tanto será una ventaja competitiva el suministrar un producto amarillo brillante resultante de un proceso de filtración continuo.

REFERENCES

1. Gordon, G., Adam, L., Bubnis, B. 1995 "Minimizing Chlorate Ion Formation", Journal of the American Water Works Association, 87:6:97-106.
2. Redemann, C.E. "The Chemistry of Hypochlorous Acid and the Hypochlorites with Applications to Bleaching and Bleach-making" Second Edition, October 1970, Purex.
3. Bommaraju, T.V. "Sodium Hypochlorite: Its Chemistry and Stability", August 1994, Occidental Chemical Corporation.

Powell

Fabrication & Manufacturing Inc

740 East Monroe Rd, St Louis MI 48880

Phone 989.681.2158 Fax 989.681.5013

E-mail info@powellfab.com Web Site www.powellfab.com

L:\Literature\Bleach Filter Systems\3370B Suspended Solids Quality Test.doc