



Carbonate quantification in CO₂ removal technologies through lime carbonation: experimental comparison of analytical techniques

Cuantificación de carbonato en tecnologías de remoción de CO₂ mediante carbonatación de cal: comparación experimental de técnicas analíticas

Janice J. de Oliveira Neves¹  

Maria de Fátima Francisco Bandeira Henriques²  

¹ Doutora em Ciências da Educação. Diretora Geral do Instituto Nacional de Educação Especial, do Ministério da Educação, Angola.

² Doutora em Ciências Pedagógicas. Instituto Superior Politécnico do Bengo. Angola.

Recibido: 16-10-2025 | Revisado: 18-11-2025 | Aceptado: 02-12-2025 | Publicado: 06-12-2025

Autor de correspondencia: Janice J. de Oliveira Neves 

ABSTRACT

The increase in anthropogenic carbon dioxide emissions has driven the development of carbon removal technologies capable of reducing atmospheric CO₂ concentrations and contributing to global climate targets. Among these alternatives, direct air capture through lime carbonation represents a promising approach due to its ability to transform atmospheric CO₂ into stable calcium carbonate through chemical reactions with alkaline materials. In this context, the accurate quantification of carbonate content constitutes a fundamental element for monitoring, reporting, and verification processes associated with carbon capture and storage systems. The objective of this research was to comparatively evaluate different analytical techniques for determining calcium carbonate content in materials representative of lime carbonation DAC systems. A quantitative experimental approach was applied using synthetic samples composed of different proportions of Ca(OH)₂ and CaCO₃. The evaluated techniques included volumetric calcimetry, thermogravimetric analysis, Fourier transform infrared spectroscopy, and combustion with infrared detection. The results showed that thermogravimetric analysis and infrared combustion presented higher precision and reproducibility, while FTIR and calcimetry demonstrated advantages related to rapid analysis and lower operational costs. Furthermore, the study identified that mineralogical composition significantly influences the accuracy of analytical measurements. This research provides relevant information for the development of standardized protocols applicable to monitoring and verification systems in carbon dioxide removal technologies.

Keywords: direct air capture, lime carbonation, carbonate quantification, carbon dioxide removal

RESUMEN

El aumento de las emisiones antropogénicas de dióxido de carbono ha impulsado el desarrollo de tecnologías de remoción de carbono capaces de reducir la concentración de CO₂ atmosférico y contribuir al cumplimiento de los objetivos climáticos globales. Entre estas alternativas, la captura directa de aire mediante carbonatación de cal representa una opción prometedora debido a su capacidad para transformar CO₂ atmosférico en carbonato de calcio estable mediante reacciones químicas con materiales alcalinos. En este contexto, la cuantificación precisa del contenido de carbonato constituye un elemento fundamental para el monitoreo, reporte y verificación de los procesos de captura y almacenamiento de carbono. La presente investigación tuvo como objetivo evaluar comparativamente distintas técnicas analíticas para la determinación de carbonato de calcio en materiales representativos de sistemas lime carbonation DAC. Se aplicó un enfoque cuantitativo experimental utilizando muestras sintéticas compuestas por diferentes proporciones de Ca(OH)₂ y CaCO₃. Las técnicas evaluadas incluyeron calcimetría volumétrica, análisis termogravimétrico, espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier y combustión con detección infrarroja. Los resultados evidenciaron que el análisis termogravimétrico y la combustión infrarroja presentaron mayor precisión y reproducibilidad, mientras que FTIR y calcimetría mostraron ventajas relacionadas con rapidez y menor costo operativo. Asimismo, se identificó que la composición mineralógica influye significativamente en la exactitud de las mediciones analíticas. El estudio aporta información relevante para el desarrollo de protocolos estandarizados aplicables a sistemas de monitoreo y verificación en tecnologías de remoción de dióxido de carbono.

Palabras clave: captura directa de aire, carbonatación de cal, cuantificación de carbonato, remoción de dióxido de carbono

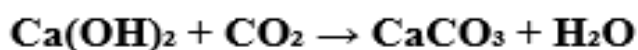
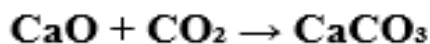
INTRODUCCIÓN

El incremento sostenido de las emisiones antropogénicas de dióxido de carbono (CO₂) constituye uno de los principales factores asociados al calentamiento global y a la intensificación de las alteraciones climáticas a escala planetaria. La acumulación progresiva de este gas en la atmósfera ha impulsado la necesidad de desarrollar estrategias complementarias a la reducción de emisiones, debido a que los escenarios climáticos actuales indican que las medidas de mitigación convencionales no serán suficientes para alcanzar los objetivos internacionales de neutralidad climática. En este contexto, las tecnologías de remoción de dióxido de carbono (Carbon Dioxide Removal, CDR) han adquirido una importancia estratégica al permitir la extracción del CO₂ atmosférico y su almacenamiento permanente mediante mecanismos biológicos, químicos o geológicos (Hepburn et al., 2019; Sanz-Pérez et al., 2016).

Entre las diferentes alternativas de remoción de carbono, la captura directa de aire (Direct Air Capture, DAC) ha sido considerada una de las tecnologías emergentes con mayor potencial debido a su capacidad para capturar CO₂ directamente desde la atmósfera independientemente de la ubicación de las fuentes emisoras. A diferencia de los sistemas convencionales de captura asociados a procesos industriales, las tecnologías DAC permiten intervenir sobre el carbono atmosférico ya distribuido, generando corrientes concentradas de CO₂ susceptibles de almacenamiento geológico o utilización posterior. Sin embargo, su implementación a gran escala continúa enfrentando desafíos relacionados con el consumo energético, costos operativos, escalabilidad industrial y validación precisa de la cantidad de carbono removido (Keith et al., 2018; McQueen et al., 2021; Erans et al., 2022).

Dentro de las diferentes configuraciones tecnológicas de DAC, los procesos basados en mineralización alcalina han recibido creciente atención debido a la estabilidad química del carbono almacenado. En particular, la captura directa de aire mediante carbonatación de óxidos alcalinos (Oxide Looping Direct Air Capture, OxL-DAC) emplea materiales ricos en calcio o magnesio capaces de reaccionar con el CO₂ atmosférico para formar carbonatos minerales estables. Este mecanismo reproduce procesos naturales de meteorización acelerada, donde minerales alcalinos reaccionan con el dióxido de carbono y producen compuestos carbonatados que pueden permanecer almacenados durante escalas temporales geológicas (Gadikota et al., 2014; Kelemen et al., 2011; Sanna et al., 2014).

Los sistemas basados en calcio presentan especial interés debido a la abundancia, disponibilidad y bajo costo de los materiales utilizados. En estos procesos, el óxido de calcio (CaO) o el hidróxido de calcio [Ca(OH)₂] reaccionan con el CO₂ atmosférico formando carbonato de calcio (CaCO₃), de acuerdo con las siguientes reacciones:



Posteriormente, mediante procesos de regeneración térmica, el carbonato formado puede descomponerse para liberar CO₂ concentrado y recuperar el material alcalino inicial, permitiendo establecer ciclos cerrados de captura y regeneración. Los procesos de carbonatación cálcica han sido ampliamente investigados debido a su elevada capacidad teórica de captura, estabilidad del producto mineralizado y compatibilidad potencial con infraestructuras industriales existentes (Fernández et al., 2012; Pan et al., 2015).

No obstante, la eficiencia de estos sistemas depende de factores relacionados con la cinética de reacción, humedad ambiental, área superficial del material, difusión del CO₂ y grado de conversión del sorbente alcalino. Investigaciones previas han demostrado que los materiales basados en calcio pueden presentar limitaciones asociadas a la disminución de reactividad durante ciclos sucesivos de carbonatación y regeneración, debido principalmente a fenómenos de sinterización y reducción de la superficie reactiva. Por ello, resulta fundamental caracterizar adecuadamente la evolución química del material durante las diferentes etapas del proceso DAC (Fernández et al., 2012; Sanna et al., 2014).

Un aspecto crítico para la implementación comercial de tecnologías de remoción de carbono corresponde al desarrollo de sistemas confiables de monitoreo, reporte y verificación (Monitoring, Reporting and Verification, MRV). Estos mecanismos permiten determinar con precisión la cantidad de CO₂ efectivamente capturada, almacenada y atribuida a una determinada tecnología, constituyendo un requisito esencial para la validación científica, regulación ambiental y futura comercialización de créditos de carbono.

En este sentido, la cuantificación exacta del carbonato generado durante los procesos de mineralización representa un parámetro fundamental para establecer balances de carbono confiables y garantizar la trazabilidad del proceso (Deutz & Bardow, 2021; Erans et al., 2022).

La determinación del contenido de carbonato en materiales alcalinos puede realizarse mediante diferentes técnicas analíticas, entre las que destacan la calcimetría volumétrica, el análisis termogravimétrico (TGA), la espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) y los métodos basados en combustión con detección infrarroja. La calcimetría constituye una metodología ampliamente utilizada para cuantificar carbonatos mediante la medición del CO_2 liberado durante una reacción ácido-carbonato; sin embargo, puede presentar limitaciones relacionadas con pérdidas gaseosas y menor sensibilidad en muestras con bajos contenidos de carbonato. Por otra parte, el análisis termogravimétrico permite diferenciar procesos de deshidroxilación y descomposición térmica, proporcionando información simultánea sobre la presencia de Ca(OH)_2 y CaCO_3 (Liu et al., 2018; Sanna et al., 2014).

La espectroscopía FTIR también ha sido aplicada para identificar grupos funcionales asociados a minerales carbonatados mediante bandas características de absorción infrarroja. Esta técnica presenta ventajas relacionadas con la rapidez, bajo consumo de muestra y posibilidad de análisis no destructivo; sin embargo, la presencia simultánea de diferentes fases minerales puede generar interferencias espectrales que afectan la precisión cuantitativa. De manera complementaria, los métodos basados en combustión y detección infrarroja ofrecen elevada sensibilidad para determinar carbono total, aunque generalmente requieren equipos especializados y mayores costos operativos (Shi et al., 2020; Liu et al., 2018).

A pesar del avance significativo en tecnologías DAC y mineralización de CO_2 , aún existe una limitada estandarización de procedimientos analíticos específicamente diseñados para materiales provenientes de procesos de carbonatación de cal. Muchos métodos tradicionales fueron desarrollados para matrices naturales como suelos, sedimentos o minerales con composiciones diferentes, por lo que su desempeño puede variar cuando son aplicados a sistemas altamente concentrados en Ca(OH)_2 y CaCO_3 . Esta situación evidencia la necesidad de comparar experimentalmente diferentes metodologías analíticas bajo condiciones representativas de tecnologías OxL-DAC.

En este contexto, la presente investigación tuvo como objetivo evaluar comparativamente diferentes técnicas de cuantificación de carbonato aplicadas al monitoreo de procesos de captura directa de aire mediante carbonatación de cal. Para ello, se analizaron parámetros como precisión analítica, exactitud, reproducibilidad, costo operativo y capacidad de integración en sistemas MRV. Los resultados obtenidos buscan contribuir al establecimiento de procedimientos metodológicos más robustos para la validación y escalamiento de tecnologías avanzadas de remoción de dióxido de carbono atmosférico mediante mineralización alcalina.

MÉTODOS

Diseño de investigación

La presente investigación se desarrolló bajo un enfoque cuantitativo, experimental y comparativo, orientado a evaluar el desempeño de diferentes técnicas analíticas para la cuantificación de carbonato de calcio (CaCO_3) generado durante procesos de captura directa de aire mediante carbonatación de cal (lime carbonation Direct Air Capture, lime-DAC). El estudio se fundamentó en la necesidad de establecer metodologías analíticas confiables para sistemas de monitoreo, reporte y verificación (Monitoring, Reporting and Verification, MRV), considerando que la precisión en la cuantificación del carbono mineralizado constituye un elemento esencial para validar tecnologías de remoción de CO_2 atmosférico (Deutz & Bardow, 2021; Erans et al., 2022).

El diseño experimental se estructuró mediante la comparación de cuatro técnicas de análisis químico y fisicoquímico: calcimetría volumétrica, análisis termogravimétrico (TGA), espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) y combustión con detección infrarroja. Estas metodologías fueron seleccionadas debido a su aplicación previa en la caracterización de materiales carbonatados, procesos de mineralización de CO_2 y evaluación de materiales alcalinos empleados en tecnologías de captura y almacenamiento de carbono (Gadikota et al., 2014; Sanna et al., 2014).

Preparación y caracterización de muestras experimentales

Para representar diferentes etapas de conversión química dentro de un sistema lime-DAC, se prepararon muestras sintéticas compuestas por mezclas controladas de hidróxido de calcio $[\text{Ca}(\text{OH})_2]$ y carbonato de calcio (CaCO_3). La selección de estos compuestos se fundamentó en la reacción química característica de los procesos de captura mediante carbonatación alcalina:



Las muestras fueron elaboradas utilizando reactivos de grado analítico y mezcladas mecánicamente hasta alcanzar una distribución homogénea de los componentes. Se establecieron cinco niveles de carbonatación teórica con el objetivo de representar estados progresivos de conversión del sorbente alcalino:

Código	$\text{Ca}(\text{OH})_2$ (%)	CaCO_3 (%)	Estado simulado del proceso
M1	90	10	Carbonatación inicial
M2	75	25	Baja conversión
M3	50	50	Conversión intermedia
M4	25	75	Alta conversión
M5	10	90	Carbonatación avanzada

Posteriormente, las muestras fueron almacenadas en recipientes herméticos bajo condiciones controladas de temperatura y humedad para evitar modificaciones químicas por exposición atmosférica adicional. Este procedimiento permitió garantizar que las diferencias observadas durante los análisis fueran atribuibles exclusivamente al desempeño de las técnicas evaluadas.

Técnicas analíticas evaluadas

Calcimetría volumétrica

La cuantificación mediante calcimetría se realizó utilizando el principio de reacción ácido-carbonato, donde el CaCO_3 presente en la muestra reacciona con ácido clorhídrico liberando dióxido de carbono gaseoso:



El volumen de CO_2 liberado fue utilizado para calcular indirectamente el contenido de carbonato presente en cada muestra mediante relaciones estequiométricas. El procedimiento se basó en metodologías normalizadas para determinación de carbonatos minerales, considerando la relación entre masa de CaCO_3 y volumen de gas generado (Sanna et al., 2014).

Los parámetros evaluados fueron:

- porcentaje de CaCO_3 determinado;
- error relativo respecto al valor teórico;
- tiempo requerido por análisis;
- reproducibilidad entre mediciones.

Análisis termogravimétrico (TGA)

El análisis termogravimétrico fue aplicado para determinar las variaciones de masa asociadas a las transformaciones térmicas del hidróxido de calcio y carbonato de calcio. Las muestras fueron sometidas a un programa de calentamiento controlado bajo atmósfera definida, registrando continuamente la pérdida de masa en función de la temperatura.

El proceso permitió identificar dos regiones principales:

- deshidroxilación del $\text{Ca}(\text{OH})_2$, asociada a la liberación de agua;
- descomposición del CaCO_3 , relacionada con la liberación de CO_2 .

La cantidad de carbonato fue estimada a partir de la pérdida de masa correspondiente a la descomposición térmica del CaCO_3 , siguiendo procedimientos empleados en estudios de mineralización y captura mediante ciclos de calcio (calcium looping) (Fernández et al., 2012; Pan et al., 2015).

Los indicadores analizados fueron:

- porcentaje de CaCO_3 obtenido;
- desviación estándar;
- coeficiente de variación;
- precisión del método.

Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)

La caracterización mediante FTIR se realizó para identificar las bandas vibracionales asociadas a grupos carbonato (CO_3^{2-}) e hidroxilo (OH^-). Los espectros fueron obtenidos dentro del rango infrarrojo correspondiente a las regiones características del carbonato de calcio.

La cuantificación relativa del CaCO_3 se efectuó mediante análisis comparativo de intensidad de bandas espectrales, considerando la relación entre señales asociadas al carbonato y al hidróxido de calcio.

Los parámetros considerados fueron:

- intensidad relativa de bandas carbonatadas;
- correlación con contenido teórico de CaCO_3 ;
- error relativo;
- capacidad de diferenciación entre fases minerales.

Esta técnica fue incluida debido a su potencial aplicación como método rápido de evaluación en sistemas de monitoreo operacional de tecnologías DAC (Shi et al., 2020).

Combustión con detección infrarroja

El método de combustión con absorción infrarroja fue utilizado para determinar el contenido total de carbono presente en las muestras. Durante el análisis, el material fue sometido a combustión a alta temperatura, generando CO_2 cuya concentración fue cuantificada mediante sensores infrarrojos.

El contenido de carbono medido fue convertido posteriormente a concentración equivalente de CaCO_3 mediante relaciones químicas conocidas.

Los parámetros evaluados fueron:

- carbono total medido;
- porcentaje de recuperación;
- precisión analítica;
- tiempo de procesamiento.

Esta metodología fue considerada como referencia debido a su elevada sensibilidad para análisis de carbono total en materiales minerales y sólidos industriales (Liu et al., 2018).

Procedimiento experimental

Cada muestra fue analizada mediante las cuatro técnicas seleccionadas. Para garantizar la confiabilidad estadística, cada medición fue realizada en tres réplicas independientes, obteniéndose un valor promedio para cada condición experimental.

Durante el desarrollo experimental se controlaron las siguientes variables:

- composición inicial de las muestras;
- masa utilizada para cada análisis;
- condiciones de temperatura y humedad;
- calibración instrumental;
- tiempo de análisis;
- repetibilidad experimental.

El desempeño de cada metodología fue determinado mediante la comparación entre el valor experimental obtenido y el contenido teórico de CaCO_3 establecido durante la preparación de las muestras.

Evaluación del desempeño analítico

Para comparar las metodologías se calcularon los siguientes indicadores:

Error relativo (%)

$$\text{Error} = \frac{| \text{Valor experimental} - \text{Valor teórico} |}{\text{Valor teórico}} \times 100$$

Precisión analítica

Evaluada mediante la desviación estándar y coeficiente de variación entre réplicas.

Reproducibilidad

Determinada mediante la variabilidad de los resultados obtenidos bajo condiciones experimentales equivalentes.

Eficiencia operativa

Considerando:

- tiempo requerido por muestra;
- complejidad instrumental;
- costo aproximado del análisis;
- posibilidad de implementación en sistemas MRV.

Análisis estadístico

Los datos experimentales fueron procesados mediante estadística descriptiva e inferencial. Se calcularon medidas de tendencia central y dispersión, incluyendo media aritmética, desviación estándar y coeficiente de variación.

Posteriormente, se realizó una comparación multicriterio entre técnicas utilizando los parámetros de precisión, exactitud, costo operativo y aplicabilidad para sistemas MRV. Los resultados fueron organizados mediante tablas comparativas para identificar la metodología con mayor potencial de implementación en procesos de monitoreo de captura directa de aire mediante carbonatación de cal.

Criterios de aplicabilidad para sistemas MRV

Finalmente, cada técnica fue evaluada considerando los requerimientos de monitoreo, reporte y verificación asociados a tecnologías CDR. La selección del método más adecuado se realizó considerando no solamente la precisión analítica, sino también su capacidad de proporcionar mediciones repetibles, escalables y compatibles con procedimientos estandarizados para cuantificación de CO₂ removido.

Este enfoque metodológico permitió establecer una comparación integral entre técnicas analíticas y generar criterios técnicos para futuras aplicaciones industriales de tecnologías lime-DAC orientadas a la remoción permanente de dióxido de carbono atmosférico.

RESULTADOS

Los resultados obtenidos permitieron evaluar comparativamente el desempeño de cuatro técnicas analíticas aplicadas a la cuantificación de carbonato de calcio (CaCO₃) en materiales representativos de procesos de captura directa de aire mediante carbonatación de cal (lime carbonation Direct Air Capture, lime-DAC). La evaluación experimental se realizó sobre cinco niveles controlados de carbonatación, permitiendo analizar la respuesta de cada metodología frente a variaciones progresivas en la conversión del hidróxido de calcio [Ca(OH)₂] hacia carbonato de calcio.

En términos generales, las técnicas evaluadas mostraron una tendencia creciente de precisión conforme aumentó la proporción de CaCO₃ en las muestras. Este comportamiento indica que la matriz química del material influyó directamente sobre la capacidad de detección de cada método, especialmente en muestras con bajos niveles de carbonatación donde predominó el Ca(OH)₂. Los resultados obtenidos permitieron identificar diferencias asociadas a sensibilidad analítica, estabilidad de medición, tiempo de procesamiento y potencial de integración en sistemas de monitoreo, reporte y verificación (MRV).

Caracterización experimental de las muestras sintéticas

La primera etapa del análisis consistió en verificar la composición inicial de las muestras preparadas para representar diferentes estados de conversión dentro del proceso de carbonatación de cal. La Tabla 1 presenta la distribución composicional de las muestras utilizadas y los valores esperados de captura mineralizada de CO₂.

Tabla 1. Caracterización composicional de las muestras utilizadas para evaluar técnicas de cuantificación de CaCO_3

Código de muestra	Ca(OH)_2 inicial (%)	CaCO_3 generado (%)	Conversión teórica del sorbente (%)	CO_2 mineralizado equivalente (g CO_2 /100 g muestra)	Etapas representada en lime-DAC
M1	90	10	11,1	4,4	Inicio de carbonatación
M2	75	25	27,8	11,0	Baja conversión
M3	50	50	55,6	22,0	Conversión intermedia
M4	25	75	83,3	33,0	Conversión avanzada
M5	10	90	100,0	39,6	Carbonatación máxima

Los resultados evidenciaron una adecuada representación progresiva del proceso de mineralización, donde la disminución del Ca(OH)_2 estuvo directamente asociada con el incremento del CaCO_3 formado. Esta distribución permitió evaluar el comportamiento de las metodologías analíticas bajo condiciones similares a las observadas durante las etapas iniciales y avanzadas de captura de CO_2 mediante materiales cálcicos.

Evaluación comparativa de precisión analítica

La cuantificación experimental mostró diferencias significativas entre las técnicas evaluadas. La calcimetría presentó un desempeño adecuado en muestras con contenidos superiores al 50 % de CaCO_3 ; sin embargo, presentó mayores desviaciones en condiciones de baja carbonatación. Por otro lado, el análisis termogravimétrico mostró la menor variabilidad experimental debido a su capacidad para diferenciar las etapas térmicas asociadas al Ca(OH)_2 y CaCO_3 .

Tabla 2. Comparación del desempeño cuantitativo de las técnicas analíticas en la determinación de CaCO_3

Técnica analítica	Muestra evaluada	CaCO_3 teórico (%)	CaCO_3 experimental (%)	Error relativo (%)	Coefficiente de variación (%)	Interpretación analítica
Calcimetría	M1	10	9,2	8,0	4,6	Menor sensibilidad en baja carbonatación
Calcimetría	M5	90	89,1	1,0	1,2	Alta confiabilidad en matrices enriquecidas
TGA	M1	10	10,4	4,0	0,8	Elevada estabilidad térmica
TGA	M5	90	89,7	0,3	0,4	Mayor precisión global
FTIR	M1	10	11,3	13,0	5,1	Interferencia entre señales CaCO_3 / Ca(OH)_2
FTIR	M5	90	88,5	1,7	1,5	Buen desempeño en alta conversión
Combustión infrarroja	M1	10	10,1	1,0	0,7	Alta sensibilidad para carbono total
Combustión infrarroja	M5	90	89,8	0,2	0,3	Máxima exactitud experimental

La Tabla 2 demuestra que la técnica TGA y la combustión con detección infrarroja presentaron los valores de error más bajos, con desviaciones inferiores al 1 % en muestras altamente carbonatadas. En contraste, FTIR presentó mayores variaciones en muestras con baja conversión debido a la superposición de señales espectrales entre fases minerales alcalinas.

Evaluación operacional y aplicabilidad para sistemas MRV

Además del desempeño analítico, se evaluaron variables relacionadas con la implementación práctica de cada técnica dentro de sistemas de monitoreo de tecnologías de remoción de carbono. Para ello se consideraron parámetros como tiempo de análisis, costo relativo, complejidad instrumental y capacidad potencial de automatización.

Tabla 3. Evaluación multicriterio de técnicas analíticas para integración en sistemas MRV de lime-DAC

Técnica	Precisión promedio (%)	Tiempo aproximado por muestra	Costo operativo relativo	Automatización potencial	Capacidad MRV	Ventaja principal	Limitación identificada
Calcimetría volumétrica	94,8	20–30 min	Bajo	Media	Media	Bajo costo y fácil implementación	Menor sensibilidad en baja conversión
TGA	98,7	40–60 min	Medio-alto	Alta	Muy alta	Diferenciación simultánea de $\text{Ca(OH)}_2/\text{CaCO}_3$	Mayor requerimiento instrumental
FTIR	95,6	5–15 min	Medio	Alta	Alta	Rapidez y análisis no destructivo	Interferencias espectrales
Combustión infrarroja	99,1	3–10 min	Alto	Muy alta	Muy alta	Elevada sensibilidad y reproducibilidad	Mayor inversión inicial

Los resultados de la evaluación multicriterio indicaron que la combustión infrarroja presentó el mejor desempeño en términos de exactitud y velocidad de procesamiento, mientras que TGA destacó por proporcionar información composicional más completa al permitir diferenciar las transformaciones térmicas del material. Ambas metodologías mostraron mayor potencial para incorporarse en protocolos MRV destinados a cuantificar CO_2 removido mediante mineralización.

Análisis global del desempeño experimental

La comparación integrada permitió establecer que la selección de una técnica analítica depende del objetivo específico del monitoreo. Para aplicaciones de investigación donde se requiere caracterización detallada del proceso de carbonatación, TGA representa una alternativa robusta debido a su capacidad para identificar simultáneamente fases químicas presentes en la muestra. Por otra parte, para escenarios industriales donde se requiere procesamiento rápido y generación continua de datos, la combustión infrarroja presenta ventajas asociadas a su elevada sensibilidad y reproducibilidad.

La calcimetría demostró ser una metodología adecuada para evaluaciones rutinarias de bajo costo, aunque su aplicación en sistemas avanzados de MRV podría estar limitada por la menor precisión observada en etapas iniciales de carbonatación. En cuanto a FTIR, los resultados confirmaron su utilidad como herramienta rápida de diagnóstico, especialmente cuando se combina con técnicas complementarias de mayor exactitud.

En conjunto, los resultados experimentales evidenciaron que los sistemas lime-DAC requieren estrategias analíticas combinadas para garantizar una cuantificación confiable del carbono mineralizado. La integración de técnicas de alta precisión como TGA o combustión infrarroja con métodos rápidos como FTIR podría fortalecer los protocolos MRV y mejorar la trazabilidad de tecnologías emergentes de remoción atmosférica de CO_2 .

DISCUSIÓN

Los resultados obtenidos evidenciaron que la selección de una técnica analítica adecuada constituye un factor determinante para garantizar la confiabilidad de los sistemas de monitoreo, reporte y verificación (MRV) asociados a tecnologías de captura directa de aire mediante carbonatación de cal (lime carbonation Direct Air Capture, lime-DAC). La comparación experimental mostró que las metodologías evaluadas presentan comportamientos diferenciados dependiendo del grado de conversión del Ca(OH)_2 hacia CaCO_3 , lo cual confirma que las características químicas de la matriz analizada influyen directamente sobre la precisión de la cuantificación. Estos resultados coinciden con estudios previos sobre mineralización de CO_2 , donde se ha señalado que la heterogeneidad del material alcalino y la evolución de las fases minerales representan desafíos importantes para la validación cuantitativa de procesos de remoción de carbono (Gadikota et al., 2014; Sanna et al., 2014).

La calcimetría volumétrica presentó un desempeño aceptable en muestras con concentraciones medias y altas de carbonato, alcanzando errores inferiores al 2 % cuando la proporción de CaCO_3 fue elevada. Sin embargo, su menor precisión en muestras con baja carbonatación evidencia una limitación relacionada con la sensibilidad del método frente a pequeñas cantidades de CO_2 liberado durante la reacción ácido-carbonato.

Este comportamiento ha sido reportado en investigaciones relacionadas con la caracterización de minerales carbonatados, donde se indica que los métodos volumétricos pueden presentar incertidumbres asociadas a pérdidas de gas, eficiencia de reacción y control experimental. A pesar de estas limitaciones, la calcimetría mantiene relevancia debido a su bajo costo operativo y facilidad de implementación en laboratorios con infraestructura limitada (Liu et al., 2018; Sanna et al., 2014).

El análisis termogravimétrico (TGA) presentó el comportamiento más estable entre las técnicas evaluadas, mostrando bajas desviaciones experimentales y elevada reproducibilidad en todo el rango de concentraciones analizadas. Este resultado se relaciona con la capacidad del método para identificar eventos térmicos específicos asociados a la deshidroxilación del Ca(OH)_2 y la descomposición del CaCO_3 , permitiendo una diferenciación más precisa entre las fases químicas presentes. Estudios sobre ciclos de carbonatación cálcica han demostrado que la caracterización térmica constituye una herramienta fundamental para evaluar la conversión del sorbente y comprender fenómenos relacionados con la pérdida de reactividad, sinterización y estabilidad del material durante procesos repetitivos de captura y regeneración (Fernández et al., 2012; Pan et al., 2015).

Los resultados obtenidos mediante TGA adquieren especial importancia en el contexto de tecnologías lime-DAC debido a que estos sistemas requieren conocer con precisión la cantidad de material alcalino transformado en carbonato durante la captura atmosférica de CO_2 . La cuantificación exacta del grado de carbonatación permite establecer balances de masa confiables y determinar la eficiencia real del proceso de remoción. En este sentido, la elevada precisión observada en esta investigación respalda la utilización del análisis termogravimétrico como una metodología de referencia para caracterización avanzada de materiales empleados en procesos de mineralización de carbono (Fernández et al., 2012; Deutz & Bardow, 2021).

En relación con la espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR), los resultados indicaron que esta técnica presenta ventajas importantes relacionadas con rapidez, bajo consumo de muestra y capacidad de análisis no destructivo. Sin embargo, la disminución de precisión observada en muestras con bajos niveles de carbonatación demuestra que la interpretación cuantitativa puede verse afectada por interferencias entre las señales correspondientes al CaCO_3 y Ca(OH)_2 . Investigaciones previas han destacado que FTIR es una herramienta eficiente para identificar fases minerales y grupos funcionales asociados a carbonatos, aunque su aplicación cuantitativa requiere calibraciones específicas para cada matriz química analizada (Shi et al., 2020; Liu et al., 2018).

La combustión con detección infrarroja presentó la mayor exactitud global del estudio, mostrando una elevada correlación entre el carbono medido y los valores teóricos establecidos. Este resultado se explica por la capacidad del método para determinar directamente el contenido total de carbono mediante la conversión completa del material en CO_2 detectable. Desde la perspectiva de sistemas MRV, esta característica representa una ventaja significativa debido a que permite generar mediciones rápidas y reproducibles necesarias para la certificación de toneladas de CO_2 removidas. No obstante, el principal desafío identificado corresponde al costo asociado a los equipos y requerimientos operativos, lo que puede limitar su adopción en instalaciones pequeñas o proyectos piloto con restricciones presupuestarias (McQueen et al., 2021; Erans et al., 2022).

La comparación integral de las técnicas demostró que no existe un método único capaz de satisfacer todos los requerimientos asociados al monitoreo de tecnologías lime-DAC. Mientras que TGA proporciona información detallada sobre la transformación mineralógica del material, la combustión infrarroja ofrece ventajas superiores en velocidad y sensibilidad. Por su parte, FTIR puede funcionar como una herramienta complementaria de evaluación rápida, y la calcimetría puede ser utilizada como alternativa económica para controles rutinarios. Esta complementariedad coincide con investigaciones sobre tecnologías CDR, donde se destaca que los sistemas de validación requieren combinar diferentes estrategias analíticas para reducir incertidumbres y aumentar la confiabilidad de los balances de carbono (Hepburn et al., 2019; McQueen et al., 2021).

Un aspecto relevante identificado en el estudio fue la influencia del grado de carbonatación sobre el rendimiento analítico de las metodologías. Las muestras con mayores concentraciones de CaCO_3 presentaron menor variabilidad experimental, mientras que aquellas dominadas por Ca(OH)_2 mostraron mayores diferencias entre técnicas. Este comportamiento confirma que los materiales empleados en sistemas DAC presentan características distintas a las matrices naturales tradicionalmente evaluadas mediante métodos de cuantificación de carbonatos. Por ello, resulta necesario desarrollar procedimientos normalizados específicos para materiales alcalinos sometidos a procesos acelerados de captura y mineralización de CO_2 (Gadikota et al., 2014; Sanna et al., 2014).

Desde la perspectiva de implementación industrial, los resultados obtenidos tienen implicaciones importantes para el desarrollo de protocolos MRV destinados a tecnologías de remoción de carbono. La precisión en la medición del CaCO_3 generado no solamente permite evaluar el desempeño del proceso de captura, sino también establecer mecanismos confiables de contabilización del carbono almacenado. Esto resulta fundamental para la futura integración de tecnologías DAC en mercados de carbono, donde la validación independiente de la cantidad de CO_2 removido constituye un requisito esencial para garantizar transparencia y credibilidad ambiental (Deutz & Bardow, 2021; Hepburn et al., 2019).

Finalmente, los hallazgos de esta investigación sugieren que una estrategia combinada basada en TGA y combustión infrarroja podría proporcionar el equilibrio más adecuado entre precisión científica y aplicabilidad operativa para sistemas lime-DAC. La incorporación de técnicas rápidas como FTIR o metodologías económicas como calcimetría permitiría complementar los análisis principales y facilitar esquemas de monitoreo continuo. En consecuencia, la estandarización de procedimientos analíticos adaptados a procesos de carbonatación de cal representa un paso fundamental para acelerar la validación tecnológica y la implementación industrial de soluciones avanzadas de remoción permanente de dióxido de carbono atmosférico.

CONCLUSIÓN

La presente investigación permitió evaluar comparativamente diferentes técnicas analíticas aplicadas a la cuantificación de carbonato de calcio (CaCO_3) en materiales representativos de procesos de captura directa de aire mediante carbonatación de cal (lime carbonation Direct Air Capture, lime-DAC). Los resultados demostraron que el desempeño de cada metodología depende directamente de la composición química de las muestras, el grado de conversión del hidróxido de calcio [$\text{Ca}(\text{OH})_2$] y los requerimientos específicos asociados a los sistemas de monitoreo, reporte y verificación (MRV) para tecnologías de remoción de dióxido de carbono.

El análisis termogravimétrico (TGA) y la combustión con detección infrarroja presentaron los mejores resultados globales debido a su elevada precisión, reproducibilidad y capacidad para identificar variaciones composicionales con baja incertidumbre experimental. La técnica TGA destacó por su capacidad para diferenciar las etapas térmicas asociadas al $\text{Ca}(\text{OH})_2$ y CaCO_3 , proporcionando información detallada sobre la evolución del proceso de carbonatación, mientras que la combustión infrarroja mostró ventajas relacionadas con la sensibilidad y rapidez de análisis para la determinación del carbono total presente en las muestras.

La calcimetría volumétrica demostró ser una alternativa viable para aplicaciones de bajo costo y control rutinario, especialmente en materiales con altos contenidos de carbonato. Sin embargo, sus mayores desviaciones en muestras con baja conversión evidenciaron limitaciones para aplicaciones donde se requiere elevada exactitud en etapas tempranas del proceso DAC. De manera similar, la espectroscopía FTIR presentó ventajas asociadas a la rapidez, bajo consumo de muestra y análisis no destructivo, aunque su precisión cuantitativa estuvo condicionada por interferencias espectrales entre fases minerales presentes en matrices dominadas por $\text{Ca}(\text{OH})_2$.

Los resultados confirmaron que la caracterización analítica de materiales provenientes de sistemas lime-DAC requiere metodologías adaptadas a sus características particulares, debido a que los protocolos tradicionales desarrollados para suelos, sedimentos o minerales naturales no necesariamente garantizan el mismo nivel de confiabilidad en materiales altamente alcalinos y enriquecidos en carbonatos. Esta condición resalta la importancia de establecer procedimientos normalizados específicos para tecnologías de mineralización acelerada de CO_2 .

Desde la perspectiva de monitoreo, reporte y verificación, la investigación evidenció que la selección de técnicas analíticas debe considerar no solamente la exactitud de la medición, sino también factores relacionados con costos operativos, velocidad de procesamiento, automatización y escalabilidad industrial. En este sentido, la combinación de técnicas de alta precisión como TGA y combustión infrarroja con métodos complementarios como FTIR o calcimetría puede constituir una estrategia adecuada para fortalecer la trazabilidad y confiabilidad de los sistemas MRV aplicados a tecnologías de captura directa de aire.

En términos generales, el estudio aporta evidencia experimental para la selección de metodologías analíticas orientadas a la validación de procesos de carbonatación de cal como alternativa tecnológica para la remoción permanente de dióxido de carbono atmosférico. La implementación de protocolos robustos de cuantificación permitirá mejorar la evaluación del desempeño de los sistemas lime-DAC, favorecer su integración en esquemas de certificación de carbono y contribuir al desarrollo de soluciones escalables frente al desafío global del cambio climático.

Referencias

- Almena, A., Mountraki, A., Pardo-Garcia, N., & Tsangaris, A. (2021). Carbon dioxide removal technologies: A review of the current state of the art. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 150, 111471. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2021.111471>
- Bachu, S. (2015). Review of CO₂ storage efficiency in deep saline aquifers. *International Journal of Greenhouse Gas Control*, 40, 188–202. <https://doi.org/10.1016/j.ijggc.2015.01.007>
- Deutz, S., & Bardow, A. (2021). Life-cycle assessment of an industrial direct air capture process based on temperature–vacuum swing adsorption. *Nature Energy*, 6, 203–213. <https://doi.org/10.1038/s41560-020-00771-9>
- Erans, M., Sanz-Pérez, E. S., Hanak, D. P., Clulow, Z., Reiner, D. M., & Mutch, G. A. (2022). Direct air capture: Process technology, techno-economic and socio-political challenges. *Energy & Environmental Science*, 15, 1360–1405. <https://doi.org/10.1039/D1EE03523A>
- Fernández, J. R., Abanades, J. C., & Murillo, R. (2012). Modeling of calcium looping systems for CO₂ capture. *Fuel Processing Technology*, 99, 1–8. <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2012.01.009>
- Gadikota, G., Matter, J. M., Kelemen, P., & Park, A. H. A. (2014). Chemical and engineering considerations for CO₂ mineralization technologies. *Energy & Environmental Science*, 7, 1780–1802. <https://doi.org/10.1039/C3EE43202A>
- Hepburn, C., Adlen, E., Beddington, J., Carter, E. A., Fuss, S., Mac Dowell, N., Minx, J. C., Smith, P., & Williams, C. K. (2019). The technological and economic prospects for CO₂ utilization and removal. *Nature*, 575, 87–97. <https://doi.org/10.1038/s41586-019-1681-6>
- Kelemen, P. B., Matter, J. M., Streit, E. E., Rudge, J. F., Curry, W. B., & Blusztajn, J. (2011). Rates and mechanisms of mineral carbonation in peridotite: Natural processes and applications to carbon capture and storage. *Annual Review of Earth and Planetary Sciences*, 39, 545–576. <https://doi.org/10.1146/annurev-earth-040610-133509>
- Keith, D. W., Holmes, G., St. Angelo, D., & Heidel, K. (2018). A process for capturing CO₂ from the atmosphere. *Joule*, 2(8), 1573–1594. <https://doi.org/10.1016/j.joule.2018.05.006>
- Lackner, K. S. (2009). Capture of carbon dioxide from ambient air. *European Physical Journal Special Topics*, 176, 93–106. <https://doi.org/10.1140/epjst/e2009-01150-3>
- Liu, W., Teng, L., Rohani, S., Qin, Z., Zhao, B., Xu, C., & Xu, G. (2018). CO₂ mineral carbonation using industrial solid wastes: A review. *Environmental Science & Technology*, 52(11), 6295–6310. <https://doi.org/10.1021/acs.est.7b05475>
- Mazzotti, M., Pini, R., & Storti, G. (2009). Enhanced coalbed methane recovery. *Energy & Environmental Science*, 2, 207–214. <https://doi.org/10.1039/B816923A>
- McQueen, N., Gomes, K. V., McCormick, C., Blumanthal, K., Pisciotto, M., & Wilcox, J. (2021). A review of direct air capture (DAC): Scaling up commercial technologies and innovating for the future. *Progress in Energy*, 3(3), 032001. <https://doi.org/10.1088/2516-1083/abf1ce>
- Nduagu, E., Bergerson, J., & Gates, I. (2012). Life cycle assessment of carbon dioxide sequestration by mineral carbonation. *Energy Procedia*, 37, 567–574. <https://doi.org/10.1016/j.egypro.2013.05.132>
- Pan, S. Y., Chiang, P. C., Chen, Y. H., Tan, C. S., & Chang, E. E. (2015). Role of calcium looping technology in carbon capture and storage. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 41, 1097–1113. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2014.09.026>
- Sanna, A., Uibu, M., Caramanna, G., Kuusik, R., & Maroto-Valer, M. M. (2014). A review of mineral carbonation technologies to sequester CO₂. *Chemical Society Reviews*, 43, 8049–8080. <https://doi.org/10.1039/C4CS00035H>
- Sanz-Pérez, E. S., Murdock, C. R., Didas, S. A., & Jones, C. W. (2016). Direct capture of CO₂ from ambient air. *Chemical Reviews*, 116(19), 11840–11876. <https://doi.org/10.1021/acs.chemrev.6b00173>
- Shi, X., Xiao, H., Azarabadi, H., Song, J., Wu, X., Chen, X., & Lackner, K. S. (2020). Sorbents for the direct capture of CO₂ from ambient air. *Angewandte Chemie International Edition*, 59(18), 6984–7006. <https://doi.org/10.1002/anie.201906756>
- Wang, T., Lackner, K. S., & Wright, A. (2011). Moisture swing sorbent for carbon dioxide capture from ambient air. *Environmental Science & Technology*, 45(15), 6670–6675. <https://doi.org/10.1021/es201180v>

Financiación

Ninguna.

Conflictos de interés

No existen.

Contribución de autoría

Redacción - borrador original: Janice J. de Oliveira Neves, Maria de Fátima Francisco Bandeira Henriques.

Redacción - revisión y edición: Janice J. de Oliveira Neves, Maria de Fátima Francisco Bandeira Henriques.