DETERMINACIÓN DE DIBENZO-PDIOXINAS Y DIBENZOFURANOS POLICLORADOS DE FUENTES ESTACIONARIAS

Métodos 23 EPA

Tecnología en Saneamiento Ambiental
Emisiones Atmosféricas

UNIVERSIDAD DISTRITAL FRANCISCO JOSÉ DE CALDAS
Facultad del Medio Ambiente y Recursos Naturales
TECNOLOGIA EN SANEAMIENTO AMBIENTAL

Cindy Moscoso 20151085223
Ronny Sierra 20182781019
Wendy Martínez 20141085032
Robinson Piñeros 20182781001
Juan David Criollo 20162085276

INTRODUCCIÓN

Este método es aplicable a la determinación de dibenzo-pdioxinas policloradas (PCDD) y dibenzofuranos Policlorados (PCDF) (dioxinas y furanos) en fuentes fijas. Estos contaminantes son provenientes del uso del flúor y el cloro en las actividades humanas relacionadas con incineración (fundición de cobre, zinc, residuos sólidos y cadáveres) , industria química , producción del papel, depuración de aguas.

Para la determinación, la muestra es tomada en una corriente de gas isocinéticamente, luego es recogida en un filtro de fibra de vidrio y en una columna compacta de material absorbente donde la muestra no puede separarse en una fracción de vapor de partículas.

Los PCDD y PCDF que se extraen de la muestra son separadas por cromatografía de gases de alta resolución, y medida por alta resolución espectrometría de masas.

PREPARACIÓN ELEMENTOS DE MUESTREO

1.Limpieza de filtros en un sistema de extracción en una aparato soxhlet con tolueno por tres horas

2.Limpieza de la resina xad-2 en un sistema de extracción en un aparato soxhlet, atreves de una extracción secuencial con: agua , etanol, cloruro de metileno y tolueno

3.Lavado previo de piezas
Lavar vidriera con agua caliente y jabón
Lavar con solución sulfocromica para destruir trazas de compuestos orgánicos
Enjuagar con acetona

4.Durante la preparación y el montaje del tren de muestreo, mantenga todas las aberturas del tren donde la contaminación puede ingresar, sellada hasta justo antes del ensamblaje o hasta que el muestreo esté por comenzar.

RECUPERACIÓN, RECOLECCIÓN, ALMACENAMIENTO Y TRANSPORTE DE MUESTRA

Cada muestra debe identificarse especificando fecha, proyecto, corrida, hora, volumen de muestra de gas y contenido. Una vez recuperadas todas las muestras, se debe mantener la cadena de frío hasta el envío al laboratorio.

Contenedor 1	Trasladar los filtros y la resina al sistema de extracción con el aparato soxhlet junto con la resina
Módulo Absorbente	Se debe hacer trampas con 20 a 40 gr de XAD-2, cerrar firmemente ambos extremos con tela de fibra de vidrio mantenerse a temperatura de 20 grados .
Contenedor 2	Enjuague 3 veces con Acetona la sonda, boquilla, parte frontal y posterior del filtro conexión de vidrio y condensador, repite el enjuague 3 veces más con Cloruro de Metileno, se debe almacenar en vidrio ámbar un volumen de 500 ml
Contenedor 3	Repita el enjuague como en contenedor 2, pero primero use Cloruro de Metileno y después Tolueno, se debe almacenar en vidrio ámbar un volumen de 500 ml

CÁLCULOS Y ANÁLISIS

Los cálculos se basan en los métodos del 1-5. Se analiza la muestra con un cromatógrafo de gases acoplado a un espectrómetro de masas (GC / MS) utilizando los parámetros instrumentales del método 5. Todas las muestras deben ser extraídas dentro de los 30 días de la recolección y analizado dentro de los 45 días de la extracción.

Concentración de PCDD y PCDFs.

$$C_i = \frac{m_i * A_i}{A_i * RRF_i \, V_{msyd}}$$

Concentración total de PCDD y PCDFs, en la muestra.

$$C_{T\gamma} = \sum_{i=1}^{n} C_i$$

Ci = Concentración de PCDD o PCDF i en la muestra
mi = Masa del compuesto i en el patrón de calibración inyectado en el analizador
Ai = Corriente iónica integrada de los dos iones característicos del compuesto i en la muestra.
RRFi = Factor de respuesta relativo

CT = Concentración total de PCDD o PCDF en la muestra, pg / M3

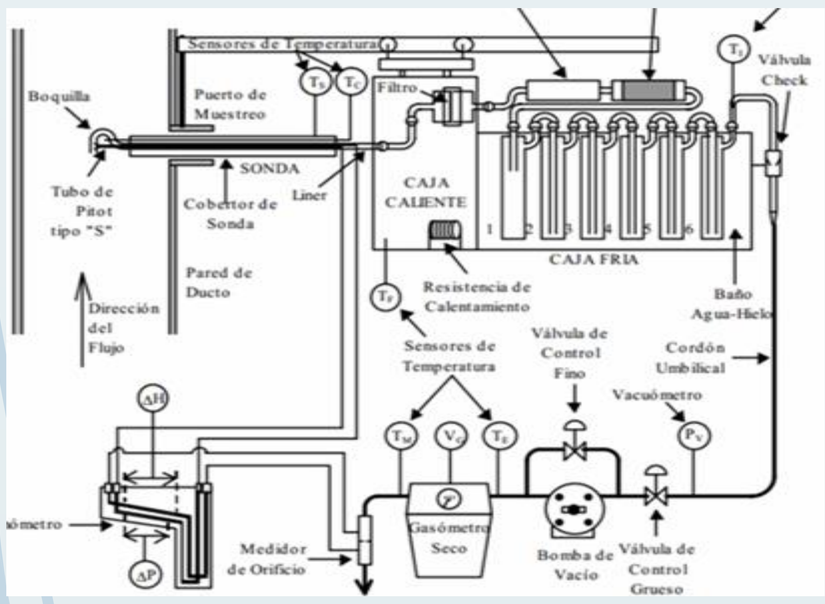


Figura 1. Montaje completo según Método 23 EPA

RESUMEN

- Muestro de tipo Isocinético
- El tiempo de muestreo debe ser mínimo 4 horas
- El estándar de emisión admisible para dioxinas y furanos es de 0,5 (ng-TEQ/m3) a condiciones de referencia (25 °C, 760 mm Hg) con oxígeno de referencia del 11% y su cumplimiento se debe verificar de acuerdo con lo establecido en el Artículo 5 de la presente resolución

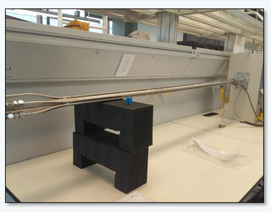
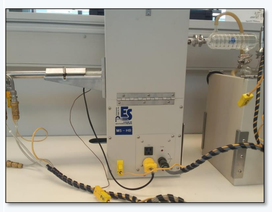
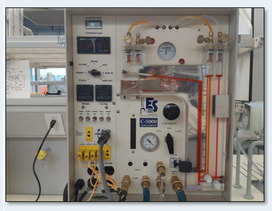
REACTIVOS Y ESTÁNDARES

- Filtros en fibra de vidrio, sin contenido orgánico, con un porcentaje de eficiencia de mínimo el 99,95% (< 0,05 % de penetración) en partículas de 0.3 micras, resina adsorbente XAD-2, agua destilada y desionizada, sílica gel: tipo indicador, hielo triturado, solución de acido crómico,acetona de alto grado de pureza (99.7-100 %) ,tolueno,cloruro de metileno.

APLICABILIDAD

Según el protocolo para el control y vigilancia de la contaminación atmosférica del ministerio de ambiente y la resolución 909 de 2008, las dioxinas y furanos son emitidas por actividades industriales tales como las fundiciones de acero, cobre y zinc (fundición de chatarra), la producción de coque, también en hornos de tostado de cascarilla de grano o material vegetal , y en incineración de residuos (peligrosos y no peligrosos).

MONTAJE
UNIDAD DE MONITEREO Y CONTROL

Paso1.Se escoge la boquilla con el diámetro adecuado, debe ser en Níquel, Acero inoxidable niquelado, Cuarzo o vidrio de borosilicato.			Paso2. Tanto el tubo de Pitot (tipo S STAUSSCHEIBE y la termo-cupla deben quedar a la misma altura con la boquilla.
Paso3. Se monta la línea de sonda, la cual debe ser un tubo de vidrio Borosilicato o Cuarzo, además debe ser lo más corta posible con un sistema de calentamiento (120 ± 14 °C)			Paso4. El montaje debe contar con una caja caliente. Con sistema de calentamiento capaz de mantener una temperatura de (120±14°C)
Paso5. El Porta Filtro en Teflón o con cobertura de Teflón Paso6. Se debe colocar un filtro de vidrio			Paso 7. Se utiliza un condensador de vidrio tipo bobina con bomba recirculadora para bajar la temperatura de los gases aproximadamente a 20°C
Paso8. El montaje debe contar con una caja fría controlada (baño de agua) para mantener la temperatura del gas que sale del condensador a <20°C			Paso9. El montaje requiere un modulo absorbente que consta de un recipiente de vidrio, el cual contiene una trampa de resina, debe estar sellada herméticamente y no se debe usar grasas sellantes.
Paso10. Se necesitan cinco impingers conectados en serie y libre de fugas, el primero y el cuarto deben estar vacíos. El segundo y el tercero deben ir con 100 ml de agua cada uno y el quinto debe contener de 200 a 300 gr de silica gel.			Paso11. La unidad de monitoreo debe ir conectada a un sistema de medición, conformado por medidor de vacío, bomba libre de fugas, termómetros capaces de medir temperaturas con una aprox de 3°C
Además debe contar con un barómetro puede ser de mercurio, aneroide o cualquier otro capaz de medir la presión atmosférica con un aprox de 2.5 mm de Hg			Al igual debe contar con un equipo para determinar la densidad del gas, medidor de gas en seco (DGM) capaz de medir volúmenes con una aprox del 2%

CONCLUSIONES

- Ya que las dioxinas y furanos son tóxicos cancerígenos, es importante que cada industria realice su inventario de emisiones, para controlar los posibles efectos ocasionados por estas sustancias y posterior mitigación.
- El análisis requiere un alto enriquecimiento de la muestra obtenible mediante el uso de métodos de extracción eficientes. Utilizando equipos altamente sensibles para aislar y separar una gran cantidad de dioxinas y furanos.