

MÉTODO 7. DETERMINACIÓN DE EMISIONES DE ÓXIDO DE NITRÓGENO EN FUENTES ESTACIONARIAS

Sergio Ayala Bejarano, Sebastián Correa Rodríguez, Juliana Leal Nope, Michelle Rodríguez Bolaños

RESUMEN

Se colecta una muestra que es evacuada en un frasco que contenga una solución absorbente de ácido sulfúrico diluido en peróxido de hidrógeno, y los óxidos de nitrógeno, excepto el óxido nitroso, se miden colorimétricamente usando el procedimiento de ácido fenoldisulfónico.

EQUIPOS Y SUMINISTROS

- Sonda (probeta).
- Matraz de recogida.
- Válvula del matraz
- Calibrador de temperatura.
- Línea de vacío.
- Calibrador de vacío.
- Bomba
- Bulbo de presión
- Pipeta volumétrica.
- Llave de paso y grasa para junta ground.
- Barómetro.
- Recuperación de la muestra.
- Probeta graduada.
- Recipientes para almacenamiento.
- Botella para lavado
- Varilla agitadora de vidrio
- Papel indicador de pH.
- Análisis
- Pipetas volumétricas.
- Cubetas de evaporación de cerámica.
- Baño de vapor
- Cuentagotas o pipeta cuentagotas.
- Policeman de polietileno
- Probeta graduada
- Matraces volumétricos.
- Espectrofotómetro
- Pipeta graduada
- Papel indicador de pH.
- Balanza analítica.

REACTIVOS Y ESTÁNDARES

1. Agua Des-ionizada
2. Solución de absorción. H_2SO_4
3. Recuperación de la muestra.
4. Hidróxido de Sodio (1N) NaOH
5. Ácido sulfúrico humeante.
6. Fenol.
7. Ácido Sulfúrico.
8. Nitrato de Potasio (KNO_3)
9. Solución estándar KNO_3 .
10. Solución estándar de trabajo de KNO_3
11. Solución de ácido fenoldisulfónico
12. Hidróxido de Amonio concentrado

ALCANCE Y APLICACIÓN

Analitos	Cas No.	sensibilidad
Óxidos de Nitrógeno (NO_x) como NO_2 incluyendo Óxido Nítrico (NO).....	10102-43-9	
Dióxido de Nitrógeno (NO_2)	10102-44-0	2-400 mg/dscm

El alcance del método ha sido determinado en de 2 a 400 miligramos NO_x (como NO_2) por metro cúbico seco estándar, sin tener que diluir la muestra.

Procesos en los que se encuentra presente NO_x como contaminante:

- Producción de ácido nítrico
- Producción de mezclas asfálticas
- Fabricación de fertilizantes
- Plantas de acero
- Producción de pigmentos inorgánicos a base de caolín, carbonato de sodio y azufre
- Turbinas de gas para generación de energía
- Refinación de petróleo
- Producción de cemento
- Termoeléctricas
- Producción de ácido nítrico
- Producción de mezclas asfálticas
- Producción de pigmentos inorgánicos a base de caolín, carbonato de sodio y azufre
- Refinación de petróleo
- Producción de cemento
- Termoeléctricas

INTERFERENCIAS

Los sesgos en resultados son dados cuando las concentraciones de dióxido de azufre superan las condiciones de muestreo. (aproximadamente 2100 ppm).

CALCULOS

Volumen de la muestra, base seca, corregido a condiciones estándar.

$$V_{sc} = (V_{F_s} V_{F_t}) \frac{T_{std}}{P_{std}} \left[\frac{P_f}{T_f} - \frac{P_i}{T_i} \right] \quad \text{Eq. 7-2}$$

$$= K_1 (V_{F_s} - 25) \left[\frac{P_f}{T_f} - \frac{P_i}{T_i} \right]$$

Donde:
 $K_1 = 0.3858 \text{ } ^\circ K / \text{mm Hg}$ para unidades métricas
 $K_1 = 0.1765 \text{ } ^\circ R / \text{in Hg}$ para unidades Inglesas

Concentración de muestra, base seca, corregida a condiciones estándar

$$C = K_2 (m/V_{sc}) \quad \text{Eq. 7.4}$$

Donde:
 $K_2 = 10^3 \text{ (mg/m}^3\text{)/(}\mu\text{g/ml)}$ para unidades métricas
 $K_2 = 0.6242 \cdot 10^5 \text{ (lb/scf)/(}\mu\text{g/ml)}$ para unidades Inglesas

Error relativo de las muestras de auditoría de control de calidad

$$RE = 100(C_r - C_s)/C_s \quad \text{Eq. 7.5}$$

TOMA DE LA MUESTRA

Toma de la muestra

Recuperación de la muestra

- El volumen del balón de recolección de la muestra ± 10 ml.
- transfiera 25 ml de solución de absorción de peróxido de hidrógeno.
- Se ajusta la llave de tres vías en la posición de purga del balón
- Se ensambla el tren de muestreo, luego se evacua el aire contenido en el balón hasta alcanzar un vacío de 75 mm Hg o (3 pulg Hg)
- Se verifica la ausencia de fugas en el sistema tapando la punta de la sonda y observando que el vacuómetro y observando que no registre variaciones superiores a 10mm Hg
- Se registra la temperatura y la presión barométrica en el lugar de muestreo
- Se gira la llave de paso desde la posición purga hasta la posición muestreo y tomar la muestra de la chimenea durante 15 segundos
- Después de recoger la muestra se cierra la llave se desconecta el sistema agite el matraz 5 minutos.
- Deje que el matraz se asiente durante 16 horas y después agite durante 2 minutos.
- Conecte el matraz a un manómetro con tubo en forma de "U" lleno de mercurio con el fin de medir presión hasta ± 2.5 mm Hg (0,10 pulg. Hg).
- Abra la válvula del matraz al manómetro y registre la temperatura del matraz (T_i), la presión barométrica y la diferencia entre los niveles de mercurio en el manómetro.
- La presión interna absoluta en el matraz (P_f) es la presión barométrica menos la lectura del manómetro.
- Transfiera el contenido del matraz a una botella libre de fugas. Enjuague el matraz dos veces con agua destilada y añada el agua de enjuague a la botella.
- Ajuste el pH entre 9-12, añadiendo hidróxido de sodio 1N NaOH a gotas (de 25 a 35 gotas). Compruebe el pH con el papel de pH.
- Marque la altura del nivel del líquido para comprobar si ha habido fugas. Etiquete y selle el recipiente identificando claramente su contenido.

CONTROL DE CALIDAD

Sección	Mediciones de control de calidad	Efecto
10.1	Calibración del espectrofotómetro	Asegurar la linealidad de la respuesta del espectrofotómetro a los estándares
11.4	Análisis de muestras auditada	Evaluar la técnica de análisis, preparación de estándares

METODO 7

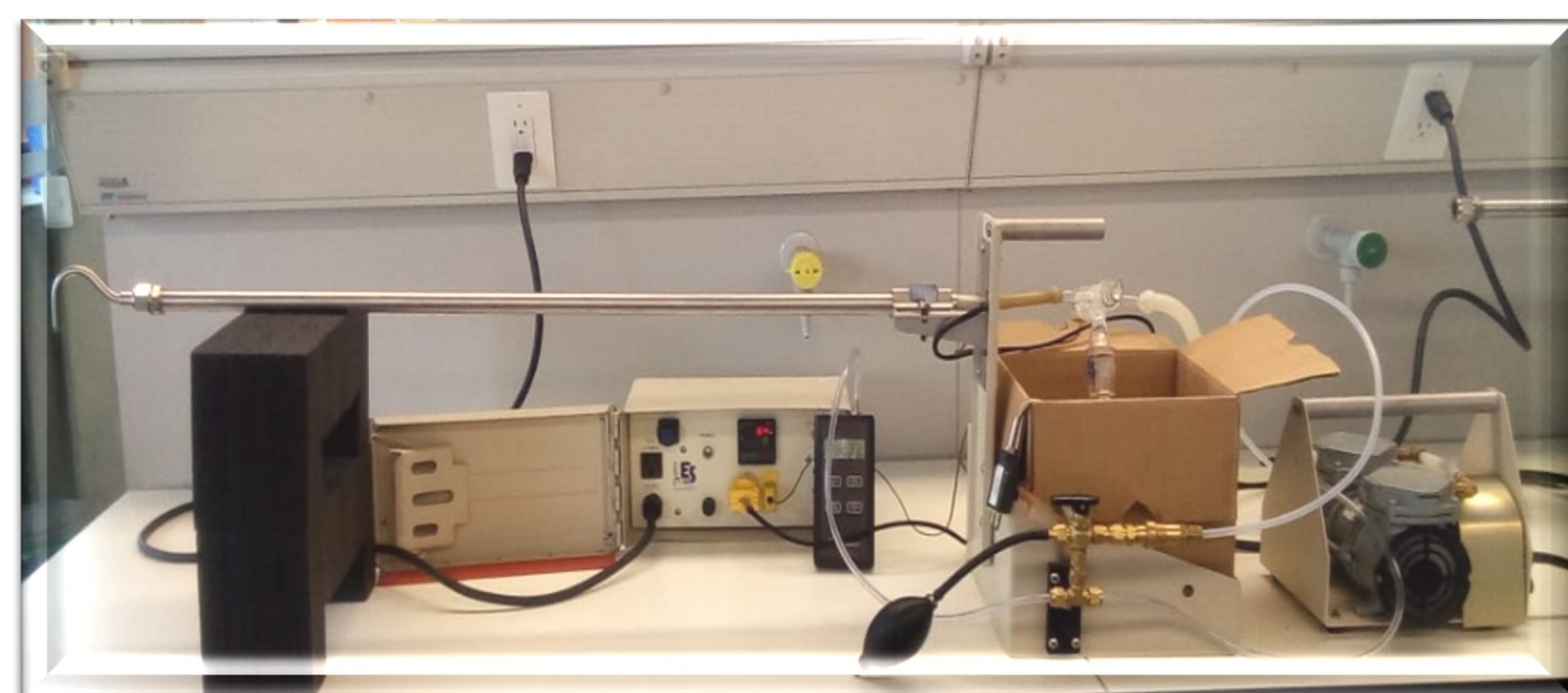
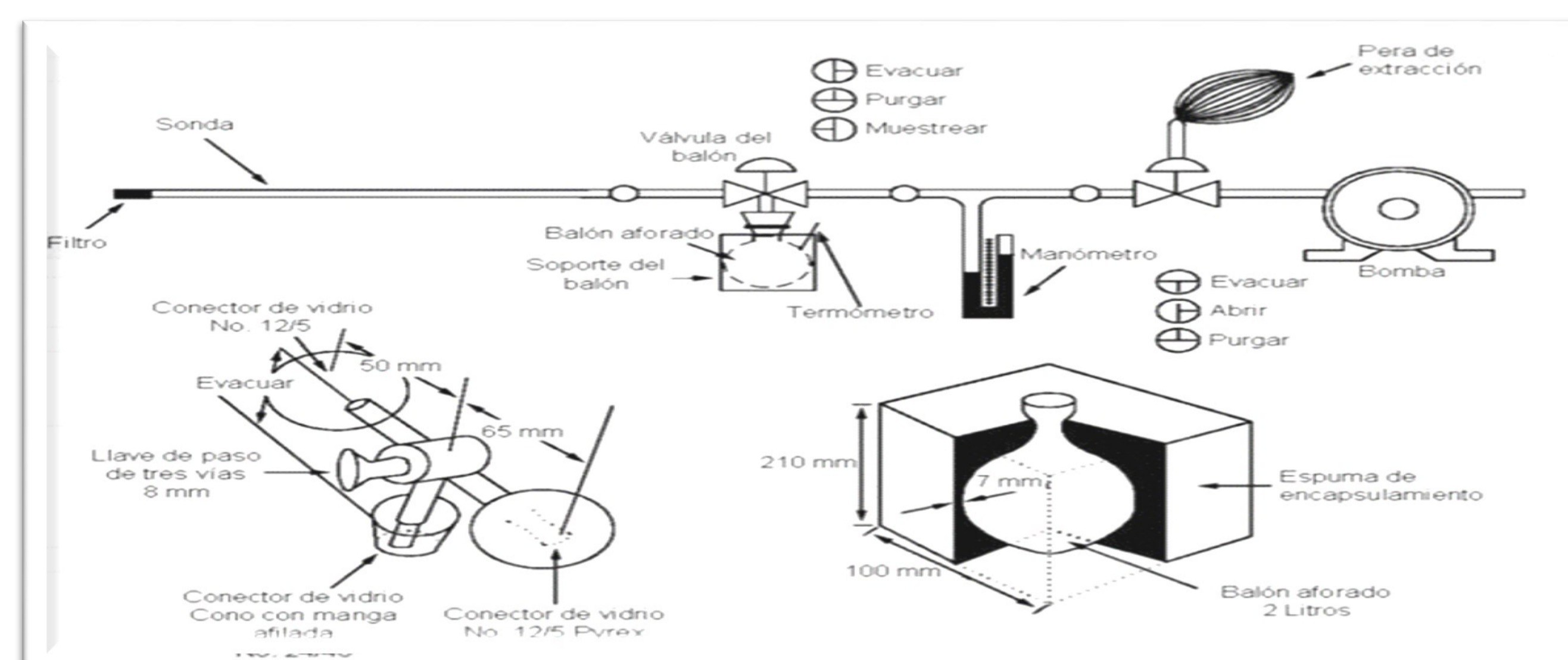


FIGURA CONTEMPLADA



CONCLUSIONES

- Se debe emplear el Método 7 para determinar la emisión de NO_x .
- El método 7 de la EPA se debe utilizar en muestreos de actividades como, producción de ácido nítrico, fundición de acero, fundición primaria de cobre, fundición de zinc, fabricación de fibra de vidrio, producción de coque, tostado de material vegetal, termoeléctricas y tratamiento térmico de residuos o desechos peligrosos y no peligrosos.
- Cada muestra se debe tomar a intervalos de quince (15) minutos.
- La tasa de emisión se debe calcular para cada muestra de NO_x y de oxígeno.
- La emisión de cada prueba o corrida se determina del promedio aritmético de los resultados

BIBLIOGRAFIA

1. Standard Methods of Chemical Analysis. 6th ed. New York, D. Van Nostrand Co., Inc. 1962. Vol. 1, pp. 329-330.
2. Standard Method of Test for Oxides of Nitrogen in Gaseous Combustion Products (Phenoldisulfonic Acid Procedure). In: 1968 Book of ASTM Standards, Part 26. Philadelphia, PA. 1968. ASTM Designation D 1608—60, pp. 725-729.
3. Jacob, M.B. The Chemical Analysis of Air Pollutants. New York. Interscience Publishers, Inc. 1960. Vol. 10, pp. 351-356.
4. Beatty, R.L., L.B. Berger, and H.H. Schrenk. Determination of Oxides of Nitrogen by the Phenoldisulfonic Acid Method. Bureau of Mines, U.S. Dept. of Interior. R.I. 3687. February 1943.
5. Hamil, H.F. and D.E. Camann. Collaborative Study of Method for the Determination of Nitrogen Oxide Emissions from Stationary Sources (Fossil Fuel-Fired Steam Generators). Southwest Research Institute Report for Environmental Protection Agency. Research Triangle Park, NC. October 5, 1973.