

METODO 8 US-EPA

DETERMINACIÓN DE ÁCIDO SULFÚRICO Y DIÓXIDO DE AZUFRE EN FUENTES ESTACIONARIAS

Tomado del método No. 8 de United States Environmental Protection Agency EPA.

RESUMEN

Este método es aplicable para la determinación de las emisiones de ácido sulfúrico (H₂SO₄) (incluyendo neblina ácida y SO₃) y SO₂ gaseoso en fuentes estacionarias.

Se extrae una muestra de gas de forma isocinética de la chimenea. Se separan el H₂SO₄ y el SO₂ y se miden ambas fracciones por separado mediante el método de titulación con bario-torina.

Se puede determinar material particulado junto con H₂SO₄ y SO₂, incluyendo un filtro precalentado entre la sonda y el primer burbujeador.

1. Equipo y Suministros

- **Sonda:** De vidrio de borosilicato ó cristal de cuarzo, con un sistema de calentamiento, no se deben usar líneas de sondas metálicas.
- **Portafiltro:** Cristal de borosilicato, con un soporte de vidrio para el filtro y empaque de caucho, es posible utilizar otros materiales como teflón, lo cual debe estar sujeto a la aprobación del auditor. El soporte del filtro se debe ubicar entre el primer y el segundo impactador.

Figura 1: Posición porta filtro en el montaje.

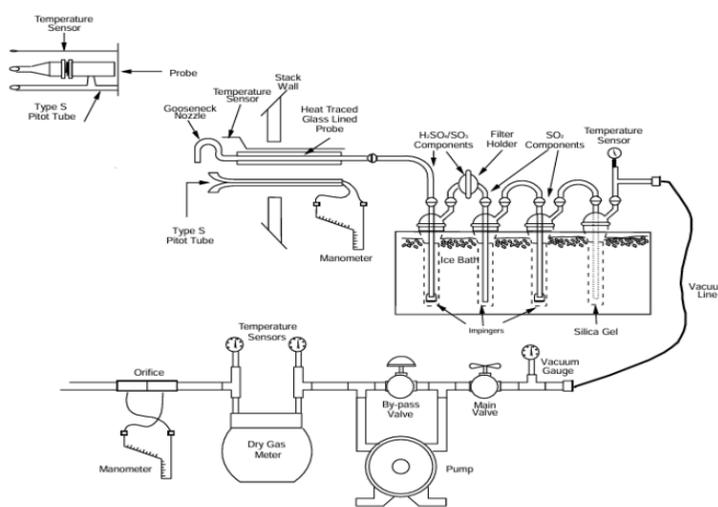


- **Impactadores:** Cuatro impactadores como los usados en el método 4 para la determinación de humedad.
- **Sensor de temperatura:** Termómetro que registre la temperatura de salida de los gases con una aproximación de 1°C (cuello de ganso).
- **Bomba de vacío:** Bomba de diafragma a prueba de fugas, o equivalente, con un pequeño tanque de compensación entre la bomba y el medidor de caudal.
- **Medidor de gas seco (DGM):** suficientemente preciso para medir el volumen de la muestra con un margen de error del 2 por ciento, calibrado al caudal seleccionado y a las condiciones realmente encontradas durante el muestreo, y equipado con un sensor de temperatura (termómetro de cuadrante o equivalente) capaz de medir la temperatura.

1.2. Reactivos

- Agua: Destilada o desionizada.
- Isopropanol al 80% en volumen. Mezcle 800 ml de isopropanol con 200 ml de agua.
- Peróxido de hidrogeno (H₂O₂) al 3% en volumen. Agregue 100 ml de H₂O₂ al 30%, a 900 ml de agua. Este se debe preparar diariamente.
- Indicador de Torina. (Para el análisis).
- Solución estándar de bario, 0.0100 N] en 200 ml de agua y diluya a 1 litro con isopropanol. (Para el análisis).

Figura 2. Esquema método 8 US-EPA.



Fuente. (US EPA, 2017).

2. Procedimiento

2.1. Toma de Muestra

- La caja fría tiene la siguiente configuración:

Impactador 1: 100 ml de isopropanol al 80%.

Impactador 2 y 3: 100 ml de peróxido de hidrogeno (H₂O₂) 3%.

Impactador 4: Aproximadamente 200 g de silica gel.

- Prueba de fugas: Antes del muestreo es opcional, al finalizar es obligatorio.
- Registrar el volumen inicial del medidor y antes de encender la bomba de succión ajuste el ΔH de acuerdo al Δp del primer punto transversal.
- La tasa de muestreo no debe exceder 0,030 m³/min durante la corrida.
- Se debe ajustar el calentador de la sonda hasta obtener la mínima temperatura requerida para evitar condensación
- Al finalizar la hora de muestreo apague la bomba y registre el volumen final, luego realice la prueba de fugas.
- Con la sonda desconectada purgar con aire ambiente por 15 minutos a la velocidad de muestreo.
- Calcular el porcentaje de isocinétismo igual al método 5.

2.2. Recuperación de la Muestra

- **Contenedor 1.** Si se va a realizar el análisis del contenido de humedad, se debe pesar el primer burbujeador (más su contenido) y registrar su peso. Se debe lavar con isopropanol al 80% desde el primer burbujeador hasta la boquilla, adicionando el contenido del burbujeador y llevar a 250 ml. Posteriormente almacenar la muestra en un recipiente de polietileno.
- **Contenedor 2.** Si se va a realizar el análisis del contenido de humedad, se deben pesar el segundo y tercer burbujeador (más su contenido) registrar los pesos. De igual manera, se debe pesar la silica gel gastada (o la silica gel más el burbujeador) y registrar el peso. Se debe recolectar los contenidos de los burbujeadores 2 y 3, adicionando el lavado de los burbujeadores y los conectores con agua destilada y llevar a 1 litro la muestra. Posteriormente almacenar la muestra en un recipiente de polietileno.

2.3. Análisis de la Muestra

- **Contenedor 1.** Agitar el contenedor que contiene la solución de isopropanol y filtrar. Mida 100 ml de alícuota de esta solución, deposítela en un Erlenmeyer de 250 ml y adicione 2 a 4 gotas del indicador. Posteriormente se debe realizar la titulación usando solución estándar de bario 0,0100 N hasta alcanzar un punto rosa. Repita la titulación con una segunda alícuota de la muestra y promediar los valores de la titulación.
- **Contenedor 2.** Mezcle las soluciones que están contenidas en el segundo y tercer burbujeador. Mida 10 ml de alícuota de la muestra y deposítela en un Erlenmeyer de 250 ml, adicione 40 ml de isopropanol, 2 a 4 gotas de indicador y titular con solución estándar de bario de 0,0100N. Repita la titulación con una segunda alícuota de la muestra y promediar los valores obtenidos.
- Blancos. Prepare los blancos adicionando de 2 a 4 gotas del indicador en 100 ml de isopropanol al 80% titular con el mismo procedimiento que a las muestras.

3. Determinación de la Concentración de Ácido sulfúrico H₂SO₄ y SO₂.

- **V_m**: Volumen del gas de la muestra seco, corregido a condiciones estándar (dscm)

$$V_m(std) = \frac{K_1 * Y * V_m * P_{bar}}{T_m} \quad \text{Ecuación 8.1}$$

- **K₁**: 0,3858 °K/mmHg.
- **Y**: Factor de calibración del medidor de gas seco.
- **P_{bar}**: Presión barométrica (mmHg).
- **T_m**: Temperatura absoluta promedio del medidor de gas seco (°K).
- **M**: Masa de NO_x como NO₂ en la muestra de gas (µg).
- **CH₂SO₄**: Concentración de Ácido sulfúrico (incluyendo SO₃) (g/dscm).

$$CH_2SO_4 = \frac{K_3 * N * (V_t - V_{tb}) * \left(\frac{V_{sin}}{V_a}\right)}{V_m(std)} \quad \text{Ecuación 8.2}$$

- **K₃**: Constante equivalente a 0,04904 g/meq.
- **N**: Normalidad del titulante estándar de bario (meq/ml).
- **V_t**: Volumen del titulante estándar de Bario usado para la muestra (promedio de titulaciones replicadas) (ml).
- **V_{tb}**: Volumen del titulante estándar de Bario usado para el blanco (ml).
- **V_{sin}**: Volumen total de solución en el que está contenida la muestra de SO₂ (1000 ml).
- **V_a**: Volumen de alícuota de muestra titulada (100 ml).
- **V_m (std)**: Volumen del gas de la muestra seco en condiciones estándar (dscm).

- **CSO₂**: Concentración de SO₂ (g/dscm).

$$CSO_2 = \frac{K_2 * N * (V_t - V_{tb}) * \left(\frac{V_{sin}}{V_a}\right)}{V_m(std)} \quad \text{Ecuación 8.3}$$

- **K₂**: Constante equivalente a 0,03203 g SO₂/meq.
- **N**: Normalidad del titulante estándar de bario (meq/ml).
- **V_t**: Volumen del titulante estándar de Bario usado para la muestra (promedio de titulaciones replicadas) (ml).
- **V_{tb}**: Volumen del titulante estándar de Bario usado para el blanco (ml).
- **V_{sin}**: Volumen total de solución en el que está contenida la muestra de SO₂ (1000 ml).
- **V_a**: Volumen de alícuota de muestra titulada (100 ml).
- **V_m (std)**: Volumen del gas de la muestra seco en condiciones estándar (dscm).

Bibliografía

US EPA. (08 de 2017). *Air Emission Measurement Center*. Obtenido de <https://www.epa.gov/emc/method-8-sulfuric-acid-mist>