

DETERMINACIÓN DE DIOXIDO DE AZUFRE EN FUENTES ESTACIONARIAS

Tomado del método No. 6 de la United States Environmental Protection Agency EPA.

RESUMEN

Una muestra de gas es extraída del punto de muestreo en la chimenea. El SO₂ y el SO₃, incluyendo aquellas fracciones de nieblas acidas de azufre, son separadas. La fracción de SO₂ es medida por el método de titulación Bario Torina. Generalmente el muestreo se realiza por triplicado.

1. Equipo y Suministros

- Sonda De vidrio borosilicato o acero inoxidable.

Figura 1. Sonda vidrio borosilicato.



Fuente: Enviromental Supply 2024.

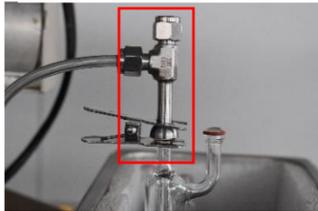
- Impactadores: Se requiere un impactador pequeño de grosor mediano con frita de vidrio, y lana de vidrio de borosilicato o cuarzo empacada en la parte superior. Conectado a tres impactadores pequeños de 30 ml.

Figura 2. Impactador 100 mL



- Sensor de temperatura: Termómetro que registre la temperatura de salida de los gases con una aproximación de 1°C.

Figura 3. Sensor de temperatura



- Consola de control: incluye válvula para regular la tasa de flujo de la muestra de gas, rotámetro o medidor de velocidad y medidor de gas seco.

Figura 3. Consola de control.



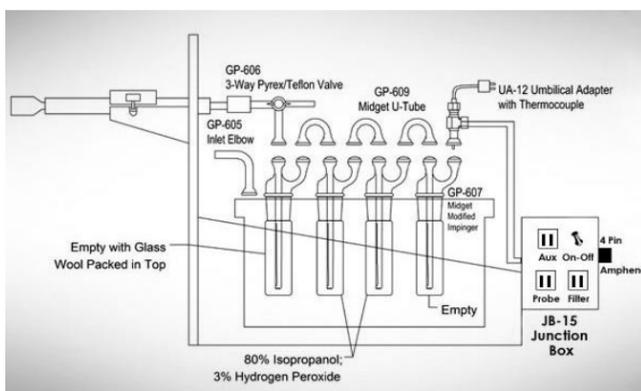
- Bomba: Bomba de diafragma con un tanque estabilizador de presión antes del medidor de velocidad.

Figura 4. Bomba de vacío, incluida consola de control



- Agua Destilada o desinizada.
- Isopropanol 80%.
- Peróxido de hidrogeno (H₂O₂) al 3% en volumen.
- Indicador Torina.
- Solución estándar de bario, 0.0100 N.

Figura 5. Esquema montaje método 6 US-EPA.



Fuente: Enviromental Supply

2. Procedimiento

2.1. La caja fría tiene la siguiente configuración:

- Impactador 1: 15 ml de isopropanol al 80%
- Impactador 2 y 3: 15 ml de peróxido de hidrogeno (H₂O₂) al 3%.
- Impactador 4: Vacío.

2.2. Prueba de fugas: Antes del muestreo es opcional, al finalizar es obligatorio.

2.3. Registrar el volumen inicial del medidor y luego de encendida la bomba ajustar el flujo de muestreo a una velocidad constante de aproximadamente 1,0 l/min.

2.4. Realizar la toma y registro de datos: volumen del DGM, temperaturas del DGM y salida del impactador y velocidad del flujo.

2.5. Al finalizar la hora de muestreo apague la bomba y registre el volumen final, luego realice la prueba de fugas.

2.6. Purgar con aire ambiente por 15 minutos a la velocidad de muestreo.

2.7. Recuperación de la muestra: Deseche el contenido del primer impactador y vierta el contenido del resto de impactadores al igual que el lavado con agua destilada de los impactadores y conectores en un recipiente de polietileno.

3. Análisis de Muestra

3.1. Transferir el contenido del recipiente a un balón aforado de 10 ml, diluir con agua hasta 10 ml y luego mezclar.

3.2. Transfiera una alícuota de 20 ml de la muestra diluida a un Erlenmeyer de 250 ml, agregue 80 ml de isopropanol al 100% y adicione de dos a cuatro gotas de indicador de torina. Mientras se agita la solución, titule hasta un punto final rosa usando solución estándar de bario 0.0100 N.

4. Determinación de la concentración de SO₂.

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

$$V_m(std) = \frac{K_1 * Y * V_m * P_m}{T_m}$$

Ecuación 6.1

- K₁:** Constante equivalente a 0.3855 °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).

Bibliografía

Eviromental Supply. (2024). Obtenido de <https://www.environsupply.com/>

US EPA. (08 de 2017). *Air Emission Measurement Center*. Obtenido de <https://www.epa.gov/emc/method-6-sulfur-dioxide>.

- CSO₂:** Concentración de SO₂.

$$CSO_2 = \frac{K_2 * N * (V_t - V_{tb}) * \frac{V_{sln}}{V_a}}{V_m}$$

Ecuación 6.1

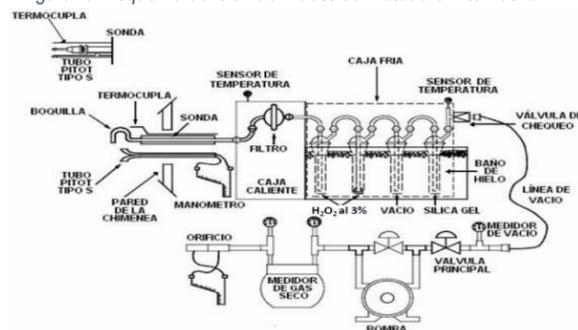
- K₂:** Constante equivalente a 32.03 mg/meq
- N:** Normalidad del titulante estándar de bario (meq/mL).
- V_t:** Volumen del titulante estándar de bario usado para la muestra (promedio de titulaciones replicadas) (mL).
- V_{tb}:** Volumen del titulante estándar de bario usado para el blanco (ml).
- V_{sln}:** Volumen total de solución en el que está contenida la muestra de SO₂, 100 ml.
- V_a:** Volumen de alícuota de muestra titulada (ml).
- V_m (std):** Volumen del gas de la muestra seco en condiciones estándar (dscm).

4. Método Alternativo

Alternativamente, el SO₂ se podrá determinar al mismo tiempo que las determinaciones de material particulado y de humedad por cualquiera de las siguientes opciones:

- Reemplazando el agua en los burbujeadores del Método 5 con una solución de Peróxido de Hidrogeno (H₂O₂) al 3%.
- Reemplazando el sistema de burbujeadores con agua del Método 5 con el sistema de isopropanol - filtro- H₂O₂ del Método 8.
- El análisis de SO₂ deben ser consistente con el procedimiento del Método 8.

Figura 6. Esquema del tren de muestreo método 6 Alternativo.



- Sonda: De vidrio de Borosilicato o acero inoxidable con sistema de calefacción.
- Impactadores: Se aplica el mismo procedimiento del método 4, con la siguiente configuración:

- Impactador 1 y 2: 100 ml de Peróxido de Hidrogeno (H₂O₂) al 3%.
- Impactador 3: Vacío.
- Impactador 4: Entre 200 y 300 g de gel silica.

- El resto del tren tiene la misma configuración del método 5.

4.1. Captura de muestra.

Se realiza el mismo procedimiento de toma de muestra que el usado en el método 5, ya que se realiza conjuntamente con la determinación de material particulado.

Se debe tomar igual cantidad de muestra en cada uno de los puntos transversales.

Una vez terminada la hora de muestreo se realiza la prueba de fugas la cual es de carácter obligatorio.

Recuperación de la muestra: Recolecte el contenido de los tres primeros impactadores y llévelos a un frasco color ámbar, agregando el lavado desde la parte trasera del filtro hasta el tercer burbujeador.