

METODO 26A US-EPA

DETERMINACIÓN DE HALUROS DE HIDROGENO Y HALOGENOS EN FUENTES ESTACIONARIAS

Tomado del método No. 26A de United States Environmental Protection Agency EPA.

RESUMEN

La muestra de emisión se extrae isocineticamente de la fuente, los contaminantes gaseosos y/o partículas se recogen en soluciones absorbentes y/o en un filtro respectivamente, este filtro recoge el material particulado incluido las sales de Haluro. Las soluciones adsorbentes acidas y alcalinas toma los a haluros de hidrogeno gaseoso y los halógenos respectivamente.

Previo a la disposición del filtro y su porta-filtro, se instala un ciclón para prevenir la entrada de partículas en estado líquido al filtro, las cuales sufren un proceso de condensación y pasan a la caja fría en forma de vapor para se recolectado los compuestos de haluros/halógenos con las soluciones absorbentes dispuestas en los impactadores.

Los haluros de hidrógeno se recogen en los impactadores haciendo pasar aire ambiente acondicionado a través del tren de muestreo. Los haluros de hidrógeno se solubilizan en la solución ácida y forman iones de cloruro (Cl⁻), bromuro (Br⁻) y fluoruro (F⁻). Los halógenos tienen una solubilidad muy baja en la solución ácida y pasan a la solución alcalina donde se hidrolizan para formar un protón (H⁺), el ion haluro y el ácido hipohaloso (HClO o HBrO). Se añade tiosulfato de sodio a la solución alcalina para asegurar la reacción con el ácido hipohaloso para formar un segundo ion haluro de modo que se formen 2 iones haluro por cada molécula de gas halógeno. Los iones haluro en las soluciones separadas se miden mediante cromatografía iónica (CI). Si se desea, la materia particulada recuperada del filtro y la sonda se analiza siguiendo los procedimientos del Método 5.

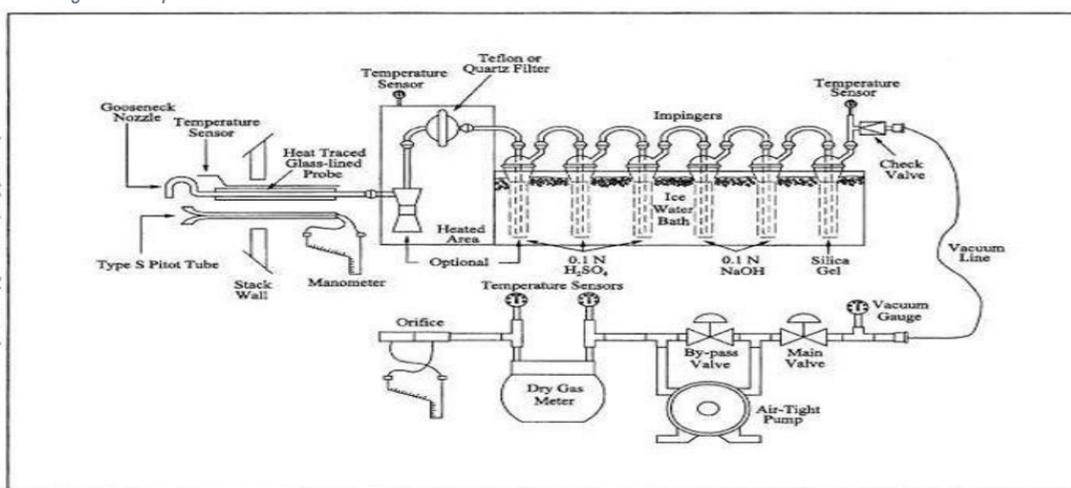
1. Aplicabilidad

Este método recoge la muestra de emisión de forma isocinética y, por lo tanto, es particularmente adecuado para el muestreo en fuentes, como aquellas controladas por scrubbers, que emiten partículas ácidas (por ejemplo, haluros de hidrógeno disueltos en gotas de agua).

2. Equipo y Suministros

- **Boquilla:** La boquilla debe ser de cuarzo, vidrio de borosilicato. No se deben utilizar boquillas de acero inoxidable.
- **Sonda:** De vidrio de borosilicato ó cristal de cuarzo, con un sistema de calentamiento que mantenga una temperatura 120 ± 14 °C, no se deben usar líneas de sondas metálicas.
- **Portafiltro:** Cristal de borosilicato, con un soporte de vidrio para el filtro y empaque de caucho.
- **Tubo pito tipo "S":** Manómetro diferencial, sistema de calentamiento de filtros, sistema de medición, barómetro, equipo de determinación de densidad de gas. Igual que el método 5.
- **Ciclón:** (opcional) en vidrio o teflón. El uso del ciclón es sólo requerido cuando el flujo de gas de la muestra está saturado con humedad, sin embargo, el ciclón se recomienda para proteger el filtro de cualquier gota de líquido presente.
- **Porta-Filtro:** Borosilicato o vidrio de cuarzo, o sostenedor de teflón del filtro, con un soporte de teflón de filtro y una junta de sellado. La junta o empaquetadura de sellado debe construirse en teflón o material equivalente.
- **Impactadores:** se debe utilizar para determinar el contenido de humedad del gas de la chimenea y para recolectar los halogenuros de hidrógeno y halógenos: cinco o seis impactadores conectados en serie con conectores de vidrio libres de fugas o con cualquier conector similar libre de fugas y contaminación.

Figura 2. Esquema método 26A US-EPA.



Fuente. (US EPA, 2017).

3. Procedimiento

3.1. Preliminar

Siga los procedimientos generales descritos en el Método 5, excepto que el filtro necesita solo ser desecado y pesado si una determinación en particular se llevará a cabo.

3.2. Preparación del Tren de Muestreo

Siga los procedimientos generales dados en el método 5, excepto por las siguientes variaciones:

- Añadir 50 ml de 0,1 N de H₂SO₄ al impinger condensador, si se usa.
- Colocar 100 ml de 0,1 N H₂SO₄ en cada uno de los dos siguientes impingers.
- Colocar de 100 ml 0,1 N NaOH en cada uno de los dos siguientes impingers.
- Por último, transferir aproximadamente 200 a 300 g de silica gel previamente pesada desde su contenedor al último impinger. Configurar el tren según la Figura 2. Cuando se usa, el ciclón opcional se inserta entre la línea de la sonda y porta filtro y se ubica en la caja de filtro caliente.

3.3. Operación

- Prueba de Fugas: Realizar la prueba antes, durante y después del muestreo.
- Es importante mantener una temperatura en torno
- a la sonda, filtro (y ciclón, si se utiliza) superior a los 120 °C (248°F), ya que es extremadamente difícil purgar y sacar los gases ácidos de estos componentes. (Estos componentes no son cuantificados ni recuperados y, por tanto, cualquier recolección de gases ácidos en estos componentes resultaría en posibles no reportados de estas emisiones.
- Para cada corrida, registre los datos requeridos en una hoja de datos tal como la que se muestra en el método CH-5, Figura 5-3. Si el impactador condensador llega a llenarse totalmente, puede ser vaciado, recargado con 50 ml de 0,1 N H₂SO₄, y recolocado durante el muestreo.
- Para cada corrida, registre los datos requeridos en una hoja de datos tal como la que se presenta en el método 5. Si el impactador condensador llega a llenarse totalmente, puede ser vaciado, recargado con 50 ml de 0,1 N H₂SO₄, y recolocado durante el muestreo. El condensado que fue vaciado debe ser guardado e incluido en la muestra para el análisis. Los adicionales 50 ml de reactivo absorbente también deben ser considerados en el cálculo de la humedad.
- Si se presenta contenido humedad en el ciclón y/o filtro al final de la corrida, se debe mantener la temperatura de la sonda y caja caliente a 120 °C por 30 minutos, con el objetivo de eliminar la humedad presente el filtro.

3.4. Recuperación de la Muestra

Limpie cualquier grasa de silicona y tape la salida del porta-filtro y la entrada del impactador. Tapones de vidrio, tapas plásticas, tapones de cera, cinta de teflón, parafilm, o papel de aluminio puede ser utilizado para cerrar estas aberturas. Transferir la sonda y el montaje de filtro/impactador a la zona de limpieza. Esta zona debe estar limpia y protegida del clima para minimizar la contaminación de las muestras o pérdidas. Inspeccionar el tren antes y durante el desmontaje y anote cualquier condición anormal.

- **Contenedor 1:** el Filtro con material particulado muestreado se dispone en una caja Petri.
- **Contenedor 2:** Lavados, se debe lavar con acetona o agua destilada la boquilla, línea de muestreo, conectores y parte frontal del porta-filtro con la ayuda de un cepillo de nylon.
- **Contenedor 3:** incluir en este contenedor la solución de H₂SO₄. Se incluye el enjuague de estos impactadores (1, 2, y 3) y las conexiones de vidrio incluyendo la porción posterior del porta filtro.
- **Contenedor 4:** se dispone para el medio alcalino (NaOH), Transferir este líquido cuantitativamente a un contenedor de almacenaje libre de fugas. Enjuague estos dos impactadores y las conexiones de vidrio con agua y añadir estos enjuagues en el contenedor. Añadir 25 mg de hiposulfito de sodio por ppm de halógeno que se prevé haya en gas de la chimenea multiplicado por el volumen (m³ estándar en base seca) de gas de chimenea muestreado en la chimenea (0,7 mg/ppm-pie³ estandarizado en base seca). Selle el recipiente, agitar para mezclar y etiquetar, marque el nivel de fluido. Conservar la solución de blancos de absorción alcalina para ser analizada con las muestras.
- **Contenedor 5:** Silica Gel.

4. Determinación de la Concentración Halogenuros (Cl⁻, Br⁻ y F⁻)

Calcule la concentración exacta de Cl⁻, Br⁻ y F⁻ en las soluciones estándar de sal de haluro utilizando las siguientes ecuaciones.

$$\mu\text{g} \frac{\text{Cl}^-}{\text{ml}} = \text{g de NaCl} * 10^3 * \frac{35.453}{58.44} \quad \text{Ec. 26A.1}$$

$$\mu\text{g} \frac{\text{Br}^-}{\text{ml}} = \text{g de NaBr} * 10^3 * \frac{79.904}{102.90} \quad \text{Ec. 26A.2}$$

$$\mu\text{g} \frac{\text{F}^-}{\text{ml}} = \text{g de NaF} * 10^3 * \frac{18.998}{41.99} \quad \text{Ec. 26A.3}$$

- Total, de μg de HCl, HBr o HF por muestra:

$$m_{HX} = K_{HCl, HBr, HF} V_S (S_{X^-} - B_{X^-}) \quad \text{Ec. 26A.4}$$

- Total, de μg Cl₂ o Br₂ por muestra:

$$m_{X2} = V_S (S_{X^-} - B_{X^-}) \quad \text{Ec. 26A.5}$$

- Concentración de haluro de hidrógeno o halógeno en los gases de combustión:

$$C = \frac{K m_{HX, X2}}{V_{mstd}} \quad \text{Ec. 26A.6}$$

Para la determinación de las variables V_m y V_s se realiza con base la determinación del método 5 en lo que refiere a el volumen del medidor de gas seco y la velocidad del gas en chimenea respectivamente.

Bibliografía

US EPA. (08 de 2017). *Air Emission Measurement Center*. Obtenido de https://www.epa.gov/sites/default/files/2019-06/documents/method_26a.pdf