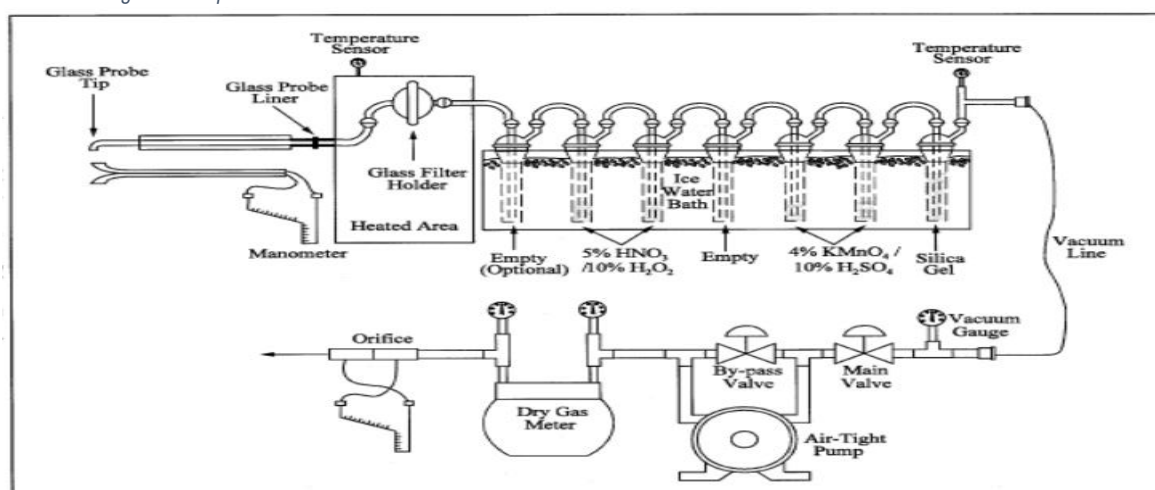


METODO 29 US-EPA

DETERMINACIÓN DE METALES EN FUENTES ESTACIONARIAS

Figura 1. Esquema método 26A US-EPA.



Fuente. (US EPA, 2017).

RESUMEN

Se extrae isocinéticamente una muestra de la fuente, las emisiones de partículas se recogen en la sonda y en un filtro calentado, y las emisiones gaseosas se recogen por medio de una solución ácida acuosa de peróxido de hidrógeno (analizada para todos los metales, incluido el Hg) y una solución ácida acuosa de permanganato de potasio (analizada solo para el Hg).

Las muestras recuperadas se digieren y las fracciones apropiadas se analizan para Hg mediante espectroscopia de absorción atómica de vapor frío (CVAAS) y para Sb, As, Ba, Be, Cd, Cr, Co, Cu, Pb, Mn, Ni, P, Se, Ag, Tl y Zn mediante espectroscopia de emisión de plasma de argón acoplado inductivamente (ICAP) o espectroscopia de absorción atómica (AAS). La espectroscopia de absorción atómica en horno de grafito (GFAAS) se utiliza para el análisis de Sb, As, Cd, Co, Pb, Se y Tl si estos elementos requieren una mayor sensibilidad analítica que la que se puede obtener con ICAP. Si así se desea, se puede utilizar AAS para el análisis de todos los metales enumerados si los límites de detección del método en pila resultantes cumplen con el objetivo del programa de prueba. De manera similar, se puede utilizar la espectroscopia de masas con plasma acoplado inductivamente (ICP-MS) para el análisis de Sb, As, Ba, Be, Cd, Cr, Co, Cu, Pb, Mn, Ni, Ag, Tl y Zn.

3. Procedimiento

3.1. Preliminar

Siga los procedimientos generales descritos en el Método 5, para lo cual se deben aplicar los métodos preliminares 1, 2, 3 y 4.

3.2. Preparación del Tren de Muestreo

Prepare montaje del tren de muestreo como se muestra en la Figura 1. Siga los mismos procedimientos que se indican en el Método 5, excepto que coloque 100 mL de la solución HNO₃/H₂O₂ en cada uno de los impactadores segundo y tercero como se muestra en la Figura 1. Coloque 100 ml de la solución absorbente ácida de KMnO₄ en los impactadores 5 y 6, y transfiera aproximadamente de 200 a 300 g de gel de sílice previamente pesado desde su recipiente al último impactador. Alternativamente, el gel de sílice se puede pesar directamente en el impactador justo antes del ensamblaje final del tren

3.3. Operación

La operación del tren de muestreo se basa en los mismos procedimientos del método 5. si se toma la muestra de Hg, se debe implementar el método 101^a, CFR 40 Parti 61, apéndice B. registre los datos en el formato de muestreo requerido.

- Seleccionar el sitio de muestreo y el número mínimo de puntos transversales de acuerdo al método 1.
- Determinar las variables de los métodos 2 al 4.
- Determinación del Diámetro de la Boquilla (D_n).
- Determinación de la constante Isocinética (I).
- Determinación Volumen de muestra de gas medido por el medidor de gas seco, corregido a condiciones estándar (dscm).
- Determinación Velocidad del gas de chimenea (m³/s).

3.4. Recuperación de la Muestra

Comience los procedimientos de limpieza tan pronto como se retire la sonda de la chimenea al final de un período de muestreo. Se debe dejar que la sonda se enfríe antes de recuperar la muestra. Cuando se pueda manipular de forma segura, limpie todas las partículas externas cerca de la punta de la boquilla de la sonda y coloque una tapa enjuagada y no contaminante sobre la boquilla de la sonda para evitar la pérdida o la acumulación de partículas. No tape la punta de la sonda con fuerza mientras se enfría el tren de muestreo; se puede formar un vacío en el soporte del filtro con el resultado no deseado de extraer líquido de los impactadores hacia el filtro.

- **Contenedor 1:** Filtro en Caja Petri.
- **Contenedor 2 y 3:** Lavados, se debe lavar con acetona o agua destilada la boquilla, línea de muestreo, conectores y parte frontal del portafiltro con la ayuda de un cepillo de nylon (entre 100 y 200 ml).
- **Contenedor 4:** Contenido de los impactadores 1, 2 y 3. Limpie cada uno de los primeros tres impactadores, el soporte del filtro, la mitad posterior de la carcasa del filtro y el material de vidrio de conexión enjuagándolos completamente con 100 ml de HNO₃ 0,1 N.
- **Contenedor 5:** Contenedores n.º 5A (HNO₃ 0,1 N), 5B (solución absorbente de KMnO₄/H₂SO₄) y 5C (enjuague y dilución con HCl 8 N).
- **Contenedor 6:** sílice gel.

4. Determinación de la Concentración Metales

4.1. Fracción A.

D: Límite de detección en chimenea.

$$A \cdot \frac{B}{C} = D \quad \text{Ec. 2.9}$$

A: Límite de detección analítica, µg/ml.

B: Volumen líquido de la muestra digerida antes de la alícuota para el análisis, ml.

C: Volumen de gas de muestra de chimenea, dsm³.

M_{fh}: Fracción analítica 1^a, mitad posterior metales excepto Hg.

$$M_{fh} = C_{a2} F_d V_{soln,1} \quad \text{Ec. 29.2}$$

C_{a2}: Concentración de metal en la fracción analítica 2A según se lee en la curva estándar (µg/ml).

F_d: Factor de dilución (F_d = la inversa de la porción fraccionaria de la muestra concentrada en la solución realmente utilizada en el instrumento para producir la lectura C_{a1}. Por ejemplo, si una alícuota de 2 ml de la fracción analítica 1A se diluye a 10 ml para colocarla en el rango de calibración, F_d = 5).

V_{soln,1}: Volumen total de solución de muestra digerida (fracción analítica 1), ml.

M_{bh}: Fracción analítica 2a, mitad posterior metales excepto Hg.

$$M_{bh} = C_{a2} \cdot F_a \cdot V_a \quad \text{Ec. 29.3}$$

F_a: Factor de alícuota, volumen de la fracción de muestra 2 dividido por el volumen de la fracción de muestra 2A.

V_a: Volumen total de solución de muestra digerida (fracción analítica 2A), ml.

M_t: Tren total, metales excepto Hg.

$$M_t = (M_{fh} - M_{fbb}) + (M_{bh} - M_{bbh}) \quad \text{Ec. 29.4}$$

M_{fbb}: Valor de corrección en blanco para la masa del metal detectado en el blanco de reactivo del campo de la mitad delantera, µg.

M_{bbh}: Valor de corrección en blanco para la masa del metal detectado en el blanco de reactivo del campo de la mitad posterior, µg.

4.2. Fracción B

Hg_{bh2}: Cálculo mercurio en la fracción B

$$Hg_{bh2} = \frac{Q_{bh2}}{V_{f2B}} \cdot V_{soln,2} \quad \text{Ec. 29.5}$$

Hg_{bh3}: Cálculo mercurio de las fracciones 3A, 3B y 3C.

$$Hg_{bh3(A,B,C)} = \frac{Q_{bh3(A,B,C)}}{V_{f3(A,B,C)}} \cdot V_{soln,3(A,B,C)} \quad \text{Ec. 26A.6}$$

Hg_{bh3}: Masa total de Hg por separado en la fracción 3A, 3B o 3C, µg.

V_{f3}: Volumen, por separado, de la Fracción Analítica 3A, 3B o 3C, ml.

V_{soln,3}: Volumen total, de la fracción analítica 3A, 3B o 3C, ml.

Hg_{bh}: Masa total de Hg en la mitad posterior del tren de muestreo, µg.

$$Hg_{bh} = Hg_{bh2} + Hg_{3A} + Hg_{3B} + Hg_{3C} \quad \text{Ec. 26A.6}$$

Hg_t: Masa total de Hg recogida en el tren de muestreo, µg.

$$Hg_t = (Hg_{fh} - Hg_{fbb}) + (Hg_{bh} - Hg_{bbh}) \quad \text{Ec. 26A.7}$$

Hg_{fh}: Masa total de Hg recogida en la mitad delantera del tren de muestreo (fracción de muestra 1), µg.

Hg_{fbb}: Valor de corrección en blanco para la masa de Hg detectada en el blanco de reactivo del campo de la mitad frontal, µg.

Hg_{bbh}: Valor de corrección en blanco para la masa de Hg detectada en los blancos de reactivos de la mitad posterior del campo, µg.

C_s: concentración individual de metales en chimenea.

$$C_s = \frac{K_4 \cdot M_t}{V_m(\text{std})} \quad \text{Ec. 26A.8}$$

K₄: 10⁻³ mg/µg.

V_m: Volumen de gas sample as measured by the dry gas meter, corrected to dry standard conditions. dscm.

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