

DETERMINACIÓN DE OXIDO DE NITROGENO EN FUENTES ESTACIONARIAS

Tomado del método No. 7 de United States Environmental Protection Agency EPA.

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 nítrico, se miden colorimétricamente usando el procedimiento de ácido fenoldisulfónico (PDS). Este método es NO isocinético.

1. Equipo y Suministros

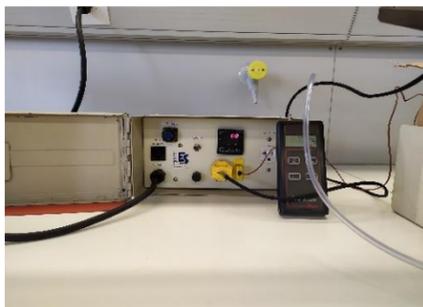
- Sonda Tubo de vidrio de borosilicato, precalentado y equipado con un filtro interno o externo para eliminar el material particulado.
- Balones de recogida: Balón de fondo redondo de borosilicato con capacidad de 2 litros, con cuello corto y una apertura de estrechamiento estándar.
- Válvula del balón. Llave de paso de tres vías conectada a una junta de estrechamiento estándar del balón.

Figura 2: Válvula de 3 paso y balón.



- Termocupla: Termómetro tipo dial, u otro calibrador de temperatura, capaz de medir intervalos de 1 °C desde -5° a 50 °C.
- Línea de vacío: Tubo capaz de soportar un vacío de 75 mm Hg (3 In Hg) de presión absoluta, con una conexión en forma de "T" y una llave de tres pasos.
- Medidor de vacío: Manómetro con tubo en forma de "U" de 1 metro, con divisiones de 1 mm, u otro calibrador capaz de medir presión hasta ±2,5 mm Hg, generalmente se usan manómetros digitales.

Figura 1: Manómetro digital y consola de control.



- Bomba de vacío: Capaz de evacuar el balón de recogida a una presión absoluta igual a o inferior a 75 mm Hg (3 In Hg).
- Bulbo de presión: Bomba en caucho tipo pera de un sentido usada para purgar la línea de muestreo.

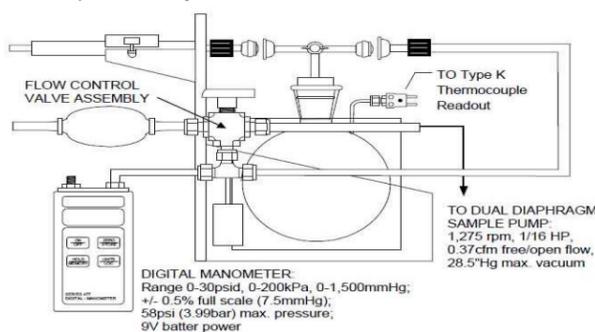
Figura 3. Montaje método 7 US-EPA.



1.1. Reactivos

- Agua: Destilada o desionizada.
- Solución de absorción: Añadir 2,8 ml de H₂SO₄ concentrado a 1 litro de agua destilada desionizada. No se debe exponer a calor extremo ni a la luz del sol directa.
- Hidróxido de Sodio (1N).

Figura 4. Esquema montaje método 7 US-EPA.



Fuente: Environmental Supply

2. Procedimiento

2.1. Toma de Muestra

- Se debe calibrar el volumen de los balones en conjunto con la llave, normalmente se realiza llenándola con agua y registrando los volúmenes obtenidos.
- Agregar 25 ml de la solución absorbente al balón de recogida.
- Ensamblar el tren de muestreo, asegurándose de que no hallan fugas.
- Realizar un vacío al balón de recogida a una presión absoluta no mayor de 75mmHg (3 InHg) de presión absoluta. (Pabs=Pbar - Pman).
- Verificar existencia de fugas, no debe haber una variación mayor 10 mmHg (0,4 InHg) en un lapso de tiempo de 1 minuto.
- Purgar la línea de muestreo con la bomba de extracción tipo pera.
- Si hay condensación en la línea de muestreo se debe precalentar la sonda.
- Realizar la extracción de la muestra hasta que la presión del balón se iguale con la presión de los gases de la chimenea. Normalmente este proceso tarda aproximadamente 15 segundos.
- Luego de recolectada la muestra se debe retornar la llave en posición de fuga y desconectar el balón.
- Después de recogida la muestra se debe agitar el balón por al menos 5 minutos.
- Se debe realizar una sola corrida, la cual consiste en tomar la muestra en cuatro (4) balones cada 15 minutos. De acuerdo a determinación del IDEAM.

2.2. Recuperación de la Muestra

- Se debe dejar reaccionar la muestra en el balón por al menos 16 horas contados luego de la toma de la muestra.
- Luego de transcurrido este tiempo de debe agitar cada balón mínimo 2 minutos.
- Mida la presión de cada balón de recogida con un manómetro con tubo tipo "U" o un manómetro digital.
- Llevar la muestra a un recipiente de polietileno adicionando el lavado del balón con 10 ml de agua destilada.
- Ajustar el pH de la muestra entre 9 – 12 agregando entre 25-35 gotas de Hidróxido de Sodio (NaOH) 0,1N.

2.3. Análisis de Muestra

- Calentar la solución en un baño de vapor durante 3 minutos.
- Dejar enfriar la solución y adicionar 20 ml de agua destilada, mezclar bien y añadir gotas de hidróxido de amonio concentrado hasta que el pH sea de 10.
- Transferir la solución a un balón volumétrico de 100 ml, alcanzando este volumen con agua destilada.
- Mezclar muy bien el contenido del balón y medir la absorción en la longitud de onda por medio de un espectrofotómetro.
- Medir la absorción de onda de la solución blanco como cero de referencia.

Bibliografía

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

US EPA. (08 de 2017). *Air Emission Measurement Center*. Obtenido de https://www.epa.gov/system/files/documents/2023-06/Method%207%202023%20revision_0.pdf.

3. Determinación de la Concentración NO_x.

- V_{sc}**: Volumen de la muestra en base seca a condiciones estándar (ml).

$$v_{sc} = K_1 * (V_f - 25) * \left[\frac{p_f}{T_f} - \frac{p_i}{T_i} \right] \quad \text{Ecuación 7.1}$$

- K₁**: 0,3858 °K/mmHg.
- V_f**: Volumen del balón más la válvula (ml).
- 25**: Volumen de la solución de absorción (25 ml).
- P_f**: Presión absoluta final del balón (mm Hg).
- P_i**: Presión absoluta inicial del balón (mm Hg).
- T_f**: Temperatura absoluta final del balón (°K)
- T_i**: Temperatura absoluta inicial del balón (°K)

- M**: Masa de NO_x como NO₂ en la muestra de gas (µg).

$$m = 2 * K_c * A * F$$

- 2**: Factor de la alícuota (50/25).
- K_c**: Factor de calibración del espectrofotómetro.
- A**: Absorción de la muestra.
- F**: Factor de dilución.

- C**: Concentración de NO_x como NO₂ en base seca a condiciones estándar (mg/dscm).

$$c = K_2 * \left(\frac{m}{V_{sc}} \right)$$

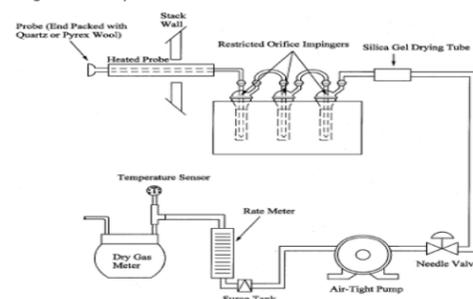
- K₂**: 10³ (mg/m³)/(µg/ml).
- m**: Masa de NO_x como NO₂ en la muestra de gas (µg).
- V_{sc}**: Volumen de la muestra en base seca a condiciones estándar (ml).

4. Método 7C US EPA

Método Colorimétrico de Permanganato Alcalino.

Resumen: Una muestra integrada de gas es extraída de la chimenea y se pasa a través de impactadores que contienen una solución alcalina de permanganato de potasio (KMnO₄); las emisiones de NO_x (NO + NO₂) se oxidan a NO₂ y NO₃ Luego el NO₃ es reducido a NO₂ con cadmio, y el NO₂ es analizado colorimétricamente.

Figura 5. Esquema método 7C US EPA



Fuente: US-EPA 2024.

- Los tres burbujeadores de la caja fría contienen 200 ml de la solución KMnO₄/NaOH.
- La sonda en vidrio borosilicato o de acero inoxidable, se debe precalentar a una temperatura que impida la condensación.
- Realizar prueba de fugas.
- Extraer la muestra con un flujo entre 400 – 500 ml/min (NO se debe exceder esta velocidad de extracción).
- Recolectar la muestra en cada uno de los puntos transversales en un tiempo total de 60 minutos.
- Se debe realizar tres (3) corridas de acuerdo a determinación del IDEAM.