

NORMA MEXICANA DGN-AA-35-1976**DETERMINACION DE BIOXIDO DE CARBONO, MONOXIDO DE CARBONO Y OXIGENO EN LOS GASES DE COMBUSTION****PREFACIO**

En la elaboración de esta Norma participaron los siguientes Organismos e Instituciones:

SECRETARIA DE SALUBRIDAD Y ASISTENCIA; (S.M.A.)

Consejo Técnico.

Dirección General de Investigación.

Dirección General de Operación.

CAMARA NACIONAL DEL CEMENTO.

CONFEDERACION DE CAMARAS INDUSTRIALES DE LA REPUBLICA MEXICANA.

PETROLEOS MEXICANOS.

Oficina de Protección Ambiental.

COMISION FEDERAL DE ELECTRICIDAD.

Laboratorio.

INSTITUTO MEXICANO DEL SEGURO SOCIAL.

Jefatura de Conservación.

GUANOS Y FERTILIZANTES DE MEXICO, S.A.

Subgerencia de Investigación.

SUBCOMITE No. 2 DE CONTAMINACION ATMOSFERICA.

NORMA OFICIAL MEXICANA DGN-AA-35-1976; DETERMINACION DE BIOXIDO DE CARBONO, MONOXIDO DE CARBONO Y OXIGENO EN LOS GASES DE COMBUSTION**1. OBJETIVO**

Esta Norma establece el método para determinar por absorción las proporciones de bióxido de carbono, monóxido de carbono y oxígeno contenidos en los gases de combustión.

2. CAMPO DE APLICACION

En equipos y en sistemas de combustión; ejemplo: emisiones de chimeneas y motores de combustión interna estacionarios.

3. PRINCIPIO O FUNDAMENTO DEL METODO

Absorción selectiva que tienen los reactivos empleados.

4. REACTIVOS Y MATERIALES

Las sustancias más usuales que a continuación se mencionan, deben ser grado analítico. Cuando se mencione el uso de agua, debe entenderse agua destilada.

4.1. *Solución de hidróxido de potasio (KOH).*

Se pesan 66 gramos de hidróxido de potasio y se disuelven en 200 mililitros de agua; (ver párrafo 8.1).

4.2. *Solución de pirogalato.*

Se pesan 10 gramos de ácido pirogálico ($C_6 H_6 O_3$), y se disuelven en 30 mililitros de agua; enseguida se pesan 60 gramos de hidróxido de potasio ó 45 gramos de hidróxido de Sodio, y se disuelven en 170 mililitros de agua.

Finalmente las dos soluciones anteriores se mezclan entre sí, (ver párrafo 8.2).

4.3. *Solución ácida de cloruro cuproso ($CuCl$).*

Se pesan 12 gramos de cloruro cuproso y se disuelven en 200 mililitros de ácido clorhídrico concentrado a 30% aproximadamente, (ver párrafo 8.3).

5. APARATOS Y ACCESORIOS.

5.1. *Analizador de gases que debe constar como mínimo de:*

5.1.1. Sonda de muestreo.

5.1.2. Medio filtrante.

5.1.3. Bureta (s).

5.1.4. Dispositivo (a) para succión, burbujeo y medición de los gases muestreados.

5.1.5. Dispositivo (s) para medir los volúmenes de gases absorbidos.

5.1.6. Conexiones y válvulas.

6. MUESTREO.

6.1. *Se toman los gases del punto de muestreo (E) (ver diagrama de bloques adjunto), por medio de un tubo con diámetro interno aproximado de 6 milímetros y longitud suficiente para penetrar en la corriente de gases, se obtiene una muestra representativa de los mismos y se conducen al equipo analizador, (ver párrafo 8.4).*

6.1.1. Se coloca el aparato en una posición tan cercana al punto de muestreo como lo permitan las condiciones de operación.

6.1.2. Para evitar el paso de partículas sólidas, la muestra se hace pasar a través de un medio filtrante F.

6.1.3. Se toma el volumen de muestra M por analizar evitando la entrada de aire, (ver párrafo 8.5).

7. PROCEDIMIENTO.

Ver párrafo 8.6; cálculos y equipos utilizados comunmente.

7.1. *Determinación del bióxido de carbono (CO_2).*

7.1.1. Se pone en contacto íntimo la muestra del gas con la solución de hidróxido de potasio (KOH) ó de sodio (NaOH), hasta absorción completa (AS: ver diagrama de bloques).

7.1.2. Se determina el porcentaje de bióxido de carbono por lectura directa o indirecta (L: ver párrafo 8.5).

7.2. Determinación del monóxido de carbono (CO).

7.2.1. Se procede en la misma forma que en 7.1.1. Pero utilizando como reactivo la solución de cloruro cuproso.

7.2.2. Se determina el porcentaje de monóxido de carbono en la misma forma que como se indica en 7.1.2.

7.3. Determinación del oxígeno (O₂).

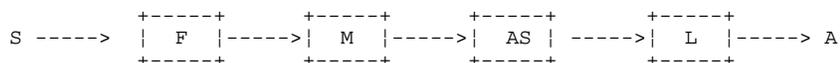
7.3.1. Para determinar el contenido de oxígeno en la muestra de gas, se utiliza como reactivo la solución de pirogalato y se procede en la misma forma que en 7.1.1.

7.3.2. La determinación del contenido de oxígeno, se efectúa como en 7.1.2.

7.4. Precisión del método.

Siguiendo estrictamente el método establecido e instructivo del equipo empleado, se alcanza una precisión de 99.5 a 99.8%.

DIAGRAMA DE BLOQUES



En donde:

- E = Fuente de emisión.
- F = Medio filtrante.
- M = Medición de volumen de muestra.
- AS = Absorción selectiva.
- L = Lectura (directa o indirecta).
- A = Atmósfera.

8. APENDICE.

8.1. *Estas soluciones pueden prepararse en mayor o menor cantidad conservando las proporciones mencionadas.*

Empleando otras soluciones pueden analizarse diferentes componentes de los gases de combustión.

La vida útil promedio de las soluciones empleadas para este método es de 300 determinaciones.

8.2. *Este reactivo debe conservarse fuera de la acción de la luz.*

8.3. *El cloruro cuproso genera vapores especialmente cuando la solución es nueva, de estar éstos presentes, la lectura de monóxido de carbono será menor que la de oxígeno; para absorber*

estos vapores se pasa por segunda vez la muestra al recipiente del hidróxido de potasio y se toma una nueva lectura.

8.4. *Se toma la muestra evitando entrada de aire en ella.*

8.5. *En virtud de la variedad de equipos existentes para el muestreo y medición de los gases, y ante la imposibilidad de mencionar a todos, a modo simplemente de ejemplo se mencionan dos procedimientos:*

8.5.1. Procedimiento "FYRITE".

8.5.1.1. Se efectúa el muestreo como se indica de 6.1. a 6.1.2.

8.5.1.2. Se toma el volumen de muestra accionando 18 veces la perilla (bomba globo de hule); ver figura r-1.

8.5.1.3. Se desconecta el dispositivo de muestreo del instrumento.

8.5.1.4. Se invierte tres veces sucesivas el instrumento permitiendo la absorción de gas.

8.5.1.5. Se coloca el instrumento a 45 grados de inclinación para escurrimiento total del reactivo.

8.5.1.6. Se coloca en posición vertical y se toma la lectura en la parte inferior del menisco.

8.5.1.7. La lectura observada corresponde al porcentaje en volumen del gas absorbido por el reactivo correspondiente.

En el caso de este instrumento se cuenta con reactivos para CO₂ y O₂ y además con frecuencia se utiliza como reactivo para el CO el indicado en el inciso 7.2.1.

Para fines prácticos se pueden emplear tres aparatos similares con sus reactivos correspondientes respectivamente para la determinación de CO₂, O₂ y CO.

8.5.2. Procedimiento "ORSAT".

8.5.2.1. Se nivelan los reactivos colocados en P', y P'' (figura OR-1) hasta la marca que está a la mitad entre la parte superior de la pipeta y el tubo de hule, lo cual se consigue abriendo toda la llave "d", sacando luego el frasco nivelador A y bajándolo hasta que el reactivo suba al nivel indicado. La bureta B se llena con agua, abriendo la llave "d" y subiendo el frasco nivelador (purga del aparato).

De esta manera todo el dispositivo está listo para recibir la muestra de gas.

8.5.2.2. Se efectúa el muestreo como se indica del 6.1 a 6.1.2.

8.5.2.3. Determinación del bióxido de carbono (CO₂): el CO₂ se pasa por P' (que contiene hidróxido de potasio) que absorbe el CO₂, operación que se lleva al cabo abriendo la llave E y subiendo el frasco nivelador A (fig. OR-1), el gas desplaza al reactivo y regresa cuando ocurre la absorción. El gas es forzado hacia el tubo T subiendo y bajando el frasco nivelador, volviendo a subir el reactivo hasta cerca de la marca, no deja escurrir la bureta y se toma la lectura cerrando la llave E y colocando al mismo nivel el agua contenida en el frasco y en la bureta; para asegurar la completa absorción del bióxido de carbono se vuelve a pasar el gas por segunda vez por la pipeta y se toma la lectura que no debe variar arriba de 0.10; esto recibe el nombre de lectura de comprobación.

8.5.2.4. La diferencia entre el volumen inicial y el volumen final representa el porcentaje de CO₂ presente en la muestra inicial.

8.5.2.5. Determinación del oxígeno (O₂): el gas residual después de la absorción del CO₂, se hace pasar a la pipeta P'' abriendo la llave "f" (fig. OR-1), que contiene la solución de pirogalato. Cuando la absorción es completa se repite la operación descrita en 8.5.2.3.

8.5.2.6. La diferencia entre la lectura obtenida después de absorber el oxígeno con el gas libre de CO₂ dará el porcentaje de oxígeno presente.

8.5.2.7. Determinación de monóxido de carbono (CO): El gas que queda después de absorber el oxígeno se pasa a la pipeta P''' que contiene solución de cloruro cuproso hasta que ya no se absorbe más gas (fig. OR-1).

8.5.2.8. La diferencia entre la lectura así obtenida y la del gas libre de CO₂ y de O₂ representa al porcentaje de monóxido de carbono presente.

8.6. Este método sirve para determinar la densidad de los gases de combustión emitidos a través de una chimenea, previa determinación del porcentaje de humedad en los mismos; (como dato necesario por ejemplo en el complemento de las Normas DGN-AA-9 y DGN-AA-10 en vigor). En los casos en que existen otros gases que no sean productos de una combustión, estos deberán tomarse en consideración.

8.6.1. El criterio que se debe aplicar para definir el inciso 8.6 es el siguiente:

Primero.- Se determina el porcentaje de agua en los gases, colocando un condensador de agua en el tren de muestreo o bien mediante las temperaturas de bulbo húmedo y seco relacionados a una carta psicométrica.

Segundo: se determina:

de CO₂ base seca.

de CO base seca.

de O₂ base seca.

de N₂, que es igual a 100-(CO₂ + CO + O₂).

Tercero: Se incluye al porcentaje de agua en los gases, relacionándolo mediante la ecuación:

$$\begin{aligned}
 PM_h &= PM_{R\ O_2} (H_2O) + \frac{PM_{CO_2} (CO_2) (100 - H_2O)}{100} + \frac{PM_{CO} (CO) (100 - H_2O)}{100} + \\
 &+ \frac{PM_{O_2} (O_2) (100 - H_2O)}{100} + \frac{PM_{H_2} (H_2) (100 - H_2O)}{100} \quad \text{--- (1)}
 \end{aligned}$$

PM = Poro molecular de cada gas.

PM_b = Poro molecular de la mezcla gaseosa base húmeda.

Cuarto: se determina la densidad normal de los gases, mediante la ecuación:

$$D_n = \frac{PM}{22.4} \quad \text{--- (2)}$$

D_n = Densidad normal de los gases base húmeda, a 273 k y 101325 Pa.

22.4 = Volumen molar en m³ /kg-mol.

Ejemplo:

Humedad 18

Análisis:

CO₂ = 10.0 base seca.

CO = 6.4 base seca.

O₂ = 2.8 base seca.

N₂ = 80.8 base seca.

Aplicando la ecuación (1) se tiene:

$$PM_h = 18 \times .18 + 44 \times .82 \times .10 + 28 \times .82 \times .064 + 32 \times .82 \times .028$$

$$+ 28 \times .82 \times .808 = 3.24 + 3.6 + 1.47 + .735 + 18.5 = 27.545$$

Por lo tanto aplicando la ecuación 92) se tiene:

$$D_n = \frac{27.545}{22.4} = 1.229 \text{ kg/m}^3$$

9. BIBLIOGRAFIA

Perry John H. "Manual de Ingeniería Química". Editorial UTERA

Rosa R.D. "La Industria y la Contaminación del Aire".

Conferencia Americana de Higienistas del Gobierno de E.U.A. "Instrumentos para Muestreo del Aire".

Universidad de Michigan E.U.A. "Enciclopedia de Instrumentación para Higiene Industrial".

Jacob B. Morris. "El Análisis Químico de Contaminantes en el Aire". Capítulo 11; 1960.

10. CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES.

Esta Norma no concuerda con ninguna por no existir Norma Internacional sobre el tema tratado.