

Nota: Esta Norma fue modificada de Norma Oficial Mexicana a Norma Mexicana, de acuerdo al Decreto publicado en el Diario Oficial de la Federación de fecha 6 de Noviembre de 1992.

NORMA MEXICANA NMX-AA-55-1979.

"CONTAMINACION ATMOSFERICA - FUENTES FIJAS - DETERMINACION DE BIOXIDO DE AZUFRE EN GASES QUE FLUYEN POR UN CONDUCTO"

PREFACIO

En la elaboración de la presente Norma participaron las Instituciones y Organismos siguientes:

FERTIMEX, S.A.
INDUSTRIAS RESISTOL, S.A.
ASOCIACION NACIONAL DE INGENIEROS QUIMICOS
COMISION FEDERAL DE ELECTRICIDAD
CAMARA NACIONAL DEL CEMENTO
SECRETARIA DE SALUBRIDAD Y ASISTENCIA
Subsecretaría de Mejoramiento del Ambiente
CAMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE TRANSFORMACION
Departamento de Normas

1.- OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma Mexicana establece el procedimiento para la determinación de concentración y de la emisión de bióxido de azufre en gases que fluyen a través de un conducto.

2.- REFERENCIAS

Esta Norma se complementa con las Normas Mexicanas en vigor siguientes:

- NMX-AA-9 "Determinación del flujo de gases en un conducto por medio del tubo pitot".
- NMX-AA-35 "Determinación de bióxido de carbono, monóxido de carbono y oxígeno en los gases de combustión".
- NMX-AA-54 "Determinación del contenido de humedad en los gases que fluyen por un conducto.- Método gravimétrico".
- NMX-B-231 "Requisitos de las cribas para clasificación de materiales".

3.- SIMBOLOS Y ABREVIATURAS

C Concentración de bióxido de azufre a condiciones normales, en g de SO₂ /m³ (base húmeda);

E Emisión de bióxido de azufre, en g de SO₂ /h;

F Factor de aforos y alícuotas, adimensional;

Gv Gasto volumétrico de la corriente gaseosa a condiciones normales determinado de acuerdo con la Norma Mexicana NMX-AA-9 (véase inciso 2 REFERENCIAS);

M Masa de bióxido de azufre colectada, en g;

N Normalidad de la disolución de perclorato de bario trihidratado ($\text{Ba}(\text{ClO}_4)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$), o de cloruro de bario dihidratado ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), en g.eq/l;

P Presión manométrica promedio registrada en el medidor seco de gases en atm;

Pb Presión barométrica existente en el lugar de la determinación en atm;

Pn Presión normal, en atm;

Peq Peso equivalente del SO_2 (32.0 g/g . eq);

Tm Temperatura absoluta promedio, registrada en el medidor seco de gases, en K;

Tn Temperatura normal, en K;

V Diferencia entre V_1 y V_2 ;

V_1 Volumen de perclorato o de cloruro de bario gastado durante la titulación de la alícuota tomada para la cuantificación de la muestra, en cm^3 de trihidratado ($\text{Ba}(\text{ClO}_4)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) o en cm^3 de $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$;

V_2 Volumen de perclorato o de cloruro de bario gastado durante la titulación de la alícuota tomada para la cuantificación de la muestra testigo (blanco), en cm^3 de ($\text{Ba}(\text{ClO}_4)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) o cm^3 de ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$);

V_H Volumen de vapor equivalente al agua condensada a condiciones del medidor seco de gases. En m^3 , determinado de acuerdo a la Norma Mexicana NMX-AA-54 (véase inciso 2 REFERENCIAS);

V_m Volumen de muestra registrado en el medidor seco de gases, en m^3 ;

V_n Volumen de muestra a condiciones normales, en m^3 ;

NOTAS: 1.- Condiciones normales 298 K y 101 325 Pa (25°C y 1 atm).

2.- Aunque la unidad oficial de presión es el Pascal, para fines de esta Norma y dado que los instrumentos de medición de presión generalmente están graduados en atmósferas se utiliza esta unidad.

4.- RESUMEN

Se extrae una muestra proporcional de los gases, se absorbe el bióxido de azufre en disolución de peróxido de hidrógeno, separando previamente las neblinas de ácido sulfúrico y el trióxido de azufre. Se cuantifica el bióxido de azufre por titulación con perclorato o cloruro de bario y conociendo el volumen de muestra colectado se determina su concentración; finalmente, por medio de esta última y con el gasto volumétrico, se determina la emisión de bióxido de azufre.

5.- REACTIVOS

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser de grado analítico a menos que se indique otra cosa, cuando se hable de agua se debe entender agua destilada o desmineralizada.

5.1 Alcohol isopropílico ($\text{CH}_3\text{CHOHCH}_3$).

5.2 Disolución de peróxido de hidrógeno

Medir 100 cm³ de peróxido de hidrógeno (H₂ O₂) al 30%, transferir a un matraz volumétrico de 1000 cm³, llevar a la marca con agua y homogeneizar.

NOTA: Esta disolución debe prepararse diariamente, o bien, antes de usarse.

5.3 Disolución de alcohol isopropílico.

Mezclar 800 cm³ de alcohol isopropílico (CH₃ CHOCH₃) con 200 m³ de agua y homogeneizar.

5.4 Gel de sílice de mallas: DGN-2 M a DGN-5M provista de indicador para humedad.

5.5 Hielo en trozos.

5.6 Disolución de ácido nítrico 0.5 N.

Medir 7.5 cm³ de ácido nítrico (HNO₃) al 70 %, transferir a un matraz volumétrico de 250 cm³, llevar a la marca y homogeneizar.

5.7 Disolución de perclorato de bario 0.01 N.

Pesar 1.05 g de perclorato de bario trihidratado Ba(ClO₄)₂ · 3H₂O con aproximación al 0.01 g, transferir a un vaso de precipitados de 400 cm³, agregar 200 cm³ de agua y agitar hasta disolución total. Transferir a un matraz volumétrico de 1000 cm³, llevar a la marca con alcohol isopropílico y homogeneizar.

5.7.1 Titulación de la disolución de perclorato de bario.

Medir con pipeta volumétrica 10 cm³ de la disolución de sulfato de sodio 0.02 N (ver inciso 5.8) transferir a un matraz Erlenmeyer de 125 cm³, agregar dos gotas de disolución de ácido nítrico (ver inciso 5.6), tres gotas de disolución indicadora de torino (ver inciso 5.9) y una gota de disolución indicadora de azul de metileno (ver inciso 5.10). Titular con la disolución de perclorato de bario (ver inciso 5.7) hasta que vire de color amarillo verdoso a rosa tenue definitivo.

NOTA: En caso de no contar con perclorato de bario, la disolución puede prepararse usando 1.22 g de cloruro de bario dihidratado (BaCl₂·2H₂O) y proceder como de indica en los incisos 5.7 y 5.7.1.

5.8 Disolución de sulfato de sodio 0.02 N.

Pesar exactamente 1.4204 g de sulfato de sodio anhídrico (Na₂ SO₄) previamente secado a 398 K (125°C) durante dos horas, transferir a un matraz volumétrico de 1000 cm³, disolver, llevar a la marca con agua y homogeneizar perfectamente.

5.9 Disolución indicadora de torino.

Pesar 200 mg de la sal disódica del ácido o-(2-hidroxi-3-6-disulfo-1-naftil) naftil-azo-bencenarsónico(OH)₂- AsC₆ H₄ N:NC₁₀ H₄ (OH)SO₃ · Na₂, con aproximación al 0.1 mg, transferir a un vaso de precipitados de 250 cm³ agregar 100 cm³ de agua y agitar hasta disolución total.

NOTA: Esta disolución debe almacenarse en recipientes de polietileno ya que en recipientes de vidrio se descompone rápidamente.

5.10 Disolución indicadora de azul de metileno.

Pesar 200 mg de (3.5-dimetil amino) cenotiazina 5 cloruro ($C_{16} H_{18} C1N_3 S.2H_2O$) (azul de metileno), con aproximación al 0.1 mg, transferir a un matraz volumétrico de 100 cm^3 llevar a la marca con agua y homogeneizar. Medir con pipeta volumétrica 10 cm^3 , transferir a un matraz volumétrico de 100 cm^3 , llevar a la marca con agua y homogeneizar, esta última disolución es la que se utiliza en el procedimiento.

6.- APARATOS

6.1 Sonda de vidrio o de acero inoxidable, con diámetro interior de 6 a 10 mm.

6.2 Cuatro impactores de 50 cm^3 , uno de ellos provisto de difusor y los tres restantes de diseño normal.

6.3 Portafiltros.

6.4 Medio filtrante.

Lana de vidrio, con tamaño aproximado de poro de 0.8 micras, sin material orgánico de unión, inerte al SO_2 , libre de impurezas, no higroscópica y resistente a la corrosión.

6.5 Medidor seco de gases, con sensibilidad de $\pm 560 \text{ cm}^3$, provisto de termómetro, vacuómetro y válvula reguladora de flujo.

6.6 Rotámetro.

Con ámbito de operación de 0.0 a $0.002 \text{ m}^3/\text{min}$ y una exactitud del 98%.

6.7 Fuente de succión, capaz de desplazar el volumen de gas requerido a través del tren de muestreo y provista de una válvula reguladora de flujo.

6.8 Tubo de pitot S o invertido.

6.9 Manómetro diferencial inclinado con ámbito de operación de 0.00 a 2.54 cm de H_2O y con sensibilidad de $\pm 0.0254 \text{ cm}$ de H_2O .

6.10 Barómetro con ámbito de operación de 66660 Pa a 101 325 Pa (0.65 a 1 atm)

6.11 Juntas esmeriladas de cuenca y bola o de material flexible inerte para unir los impactores.

6.12 Cronómetro, con precisión de 0.2 s.

6.13 Equipo común de laboratorio.

6.14 Trampa para retener humedad.

5.15 Válvula de retención.

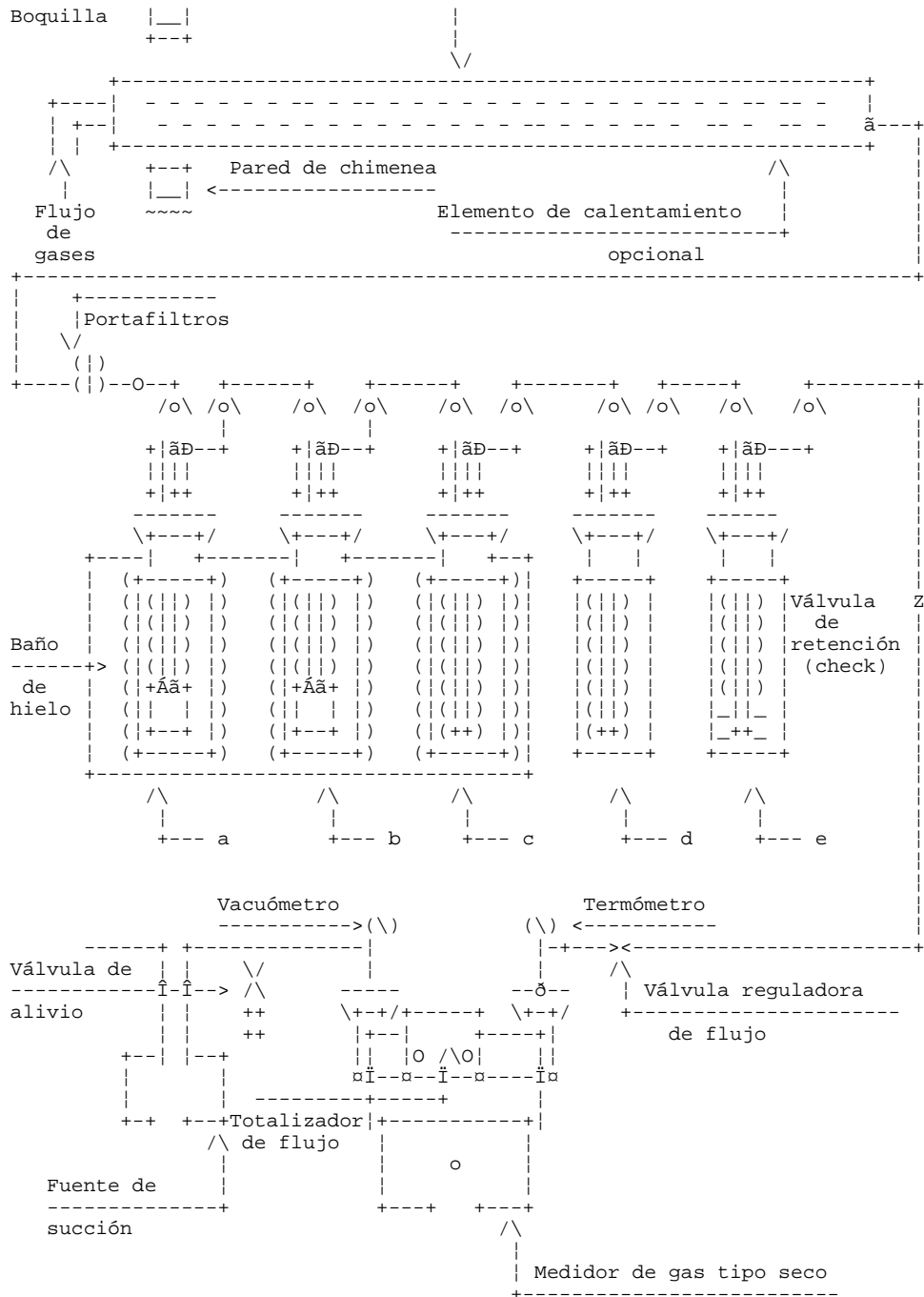
7.- PROCEDIMIENTO.

7.1 Preparación del tren de muestreo.

7.1.1 Montar el ten de muestreo de acuerdo a la figura 1.

TREN DE MUESTREO

Sonda de vidrio ó
acero inoxidable
~~~~~ -----+



- a.- Impactor provisto de difusor diseño normal, con 100 cm<sup>3</sup> de disolución de alcohol isopropílico al 80%.
- b.- Impactor provisto de difusor diseño normal, con 100 cm<sup>3</sup> de disolución de peróxido de hidrógeno al 30%.
- c.- Impactor diseño modificado, con 100 cm<sup>3</sup> de disolución de peróxido de hidrógeno al 3%.
- d.- Impactor diseño modificado, vacío.
- e.- Impactor diseño modificado, con lana de vidrio y gel de sílice.

7.1.2 Colocar 15 cm<sup>3</sup> de la disolución de alcohol isopropílico (ver inciso 5.3) en el primer impactor y 15 cm<sup>3</sup> de la disolución de peróxido de hidrógeno (ver inciso 5.2) en los impactores segundo y tercero.

7.1.3 Dejar vacío el cuarto impactor y colocar lana de vidrio dentro de la trampa para retener la humedad; colocar después de este impactor entre dos capas de lana de vidrio de espesor suficiente aproximadamente 100 g de gel sílice previamente secada a 398 K (125°C) durante dos horas.

7.1.4 Colocar el medio filtrante en el portafiltros y ubicarlo antes del primer impactor.

7.1.5 Verificar la hermeticidad del tren de muestreo, colocando un tapón en la entrada de la sonda de muestreo; hacer funcionar la fuente de succión hasta que la lectura del manómetro llegue a su valor máximo estable. Cerrar la válvula de regulación de flujo, detener la fuente de succión, después de lo cual la lectura del manómetro no debe variar durante por lo menos 30 s, de lo contrario será indicativo de que existen infiltraciones, las que se deben localizar y eliminar al máximo.

7.2 Colección de la muestra.

Colocar la sonda en el punto donde se va a tomar la muestra en dirección normal al conducto y con la boquilla apuntando en dirección del flujo de gases.

7.2.1 Girar la sonda 180° y simultáneamente poner a funcionar la fuente de succión y el cronómetro.

Muestrear a un gasto volumétrico de aproximadamente 0.001 m<sup>3</sup> /min.

NOTAS: 1.- De preferencia, se debe muestrear cuando menos en tres puntos de medición, los cuales deben ser aquellos en que se tenga una velocidad cercana a la promedio registrada en el conducto en cuestión.

2.- Si se observa condensación antes de que la corriente gaseosa llegue al tren de impactores, ésta se debe evitar proporcionando calentamiento a la sonda.

7.2.2 Registrar las condiciones de presión y temperatura en el medidor de gases cada tres minutos.

7.2.3 Al finalizar el muestreo, permitir un gasto extra aproximadamente igual al volumen interno del tren de muestreo con objeto de purgarlo.

Detener la fuente de succión y el cronómetro y simultáneamente girar la sonda 180°. Registrar el volumen de muestra tomado.

7.3 Recuperación de la muestra.

7.3.1 Desechar el contenido del primer impactor.

7.3.2 Transferir el contenido de los impactores segundo y tercero a un matraz volumétrico de 100 cm<sup>3</sup>, lavar cada impactor tres veces con agua, recibiendo el agua de lavado en el matraz volumétrico, llevar a la marca con agua y homogeneizar.

7.4 Cuantificación de la muestra.

7.4.1 Tomar una alícuota de 5 ó 10 cm<sup>3</sup>, transferirla a un matraz Erlenmeyer de 125 cm<sup>3</sup>. Tomar la misma cantidad de agua como testigo, y transferirla a otro matraz Erlenmeyer.

NOTA: Para apreciar mejor el vire del indicador las alícuotas usadas para la cuantificación de la muestra deben contener de 10 a 15 mg de SO<sub>4</sub>.

7.4.2 Agregar 20 ó 40 cm<sup>3</sup> de alcohol isopropílico (ver inciso 5.1) si se tomaron alícuotas de 5 ó 10 cm<sup>3</sup> respectivamente.

7.4.3 Agregar dos gotas de ácido nítrico 0.5 N (ver inciso 5.6), tres gotas de disolución indicadora de torino (ver inciso 5.9) y una gota de indicador de azul de metileno (ver inciso 5.10).

7.4.4 Titular con disolución de perclorato de bario o de cloruro de bario (ver inciso 5.7) hasta que el color amarillo-verdoso cambie a rosa tenue definitivo.

7.5 Interferencias.

NOTA: Interfieren en la determinación el amoníaco libre, los fluoruros y los cationes solubles en agua.

## 8.- EXPRESION DE RESULTADOS

8.1 Método de cálculos y fórmulas

8.1.1 El volumen de muestra referido a condiciones normales se obtiene con la siguiente expresión:

$$V_n = \frac{(V_m + V)}{H} \cdot \frac{T_n (P_b + P)}{T_m P_n}$$

8.1.2 La cantidad de bióxido de azufre colectado se obtiene con la siguiente expresión:

$$M = P_{eq} \cdot N \cdot V \cdot F \cdot 10^{-3}$$

8.1.3 La concentración de bióxido de azufre, a condiciones normales, se obtiene con la siguiente expresión:

$$E = \frac{G}{v} \cdot C$$

## 9.- INFORME DE RESULTADOS

9.1 Datos respecto a la corriente gaseosa.

9.1.1 Contenido de humedad

9.1.2 Composición.

9.1.3 Peso molecular

9.1.4 Densidad.

9.1.5 Gasto volumétrico

a) A las condiciones existentes en el flujo de gases durante el muestreo.

b) A condiciones normales.

9.1.6 Volumen de muestra a condiciones normales.

9.1.7 Emisión de bióxido de azufre.

## 9.2 Datos adicionales

### 9.2.1 Respecto a la muestra tomada.

- a) Identificación y descripción.
- b) Datos sobre la toma de la misma.

### 9.2.2 Referencia del método empleado.

### 9.2.3 Aspectos irregulares observados durante la determinación.

### 9.2.4 Cualquier operación no incluida en esta Norma y que pudiera dar los resultados.

## 10.- BIBLIOGRAFIA

- Brenchley D.L, Turley C.D. and Yarmac R.F. Industrial Source Ann Arbor Science, Michigan U.S.A. 1973 P. 225-234.

- Cooper H. BH. and Rossano Jr. A.T. Source Testing, for Air Edition Control, McGraw Hill Book Company, Washington D. C. 1974-161.

- Annual Book of ASTM Standards, American Society for Testing Materials Part. 23 Philadelphia, Pa 1072, P. 852-878.

- U.S. Code of Federal Register. Title 40. Protection of Document Part. 60 Appendix A. Method. 6 Rev. 14/July 1976.

- Determination of Sulfur Dioxide Emission in Stack Gas Texas Control Board. Compliance sampling Manual.

- Method 6. Determination of Sulfur Dioxide Emissions from clonary Sources. E.P.A. p. 80-82 1976.

## 11.- CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta Norma no concuerda con ninguna Norma Internacional por no existir ninguna al respecto.