

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-70-1980,

CONTAMINACION ATMOSFERICA-FUENTES FIJAS. DETERMINACION DE CLORO Y/O CLORUROS EN LOS GASES QUE FLUYEN POR UN CONDUCTO

1.- OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta norma establece el procedimiento para la determinación de cloro y/o cloruros en los gases que entren por un conducto. Es aplicable en toda fuente emisora de estos compuestos.

2.- REFERENCIAS

Esta Norma se complementa con la siguiente Norma Mexicana en vigor:

NMX-AA-9 "Determinación de flujo de gases en un conducto por medio del tubo de pitot".

3.- RESUMEN

Para determinar únicamente cloruro, se utiliza un conector que contiene agua, después de atrapar los gases se toma una alícuota de ésta y se le agrega una porción de nitrato de plata (AgNO_3).

Para la determinación de cloro libre se utilizan impactores en serie el primero contiene agua para atrapar cloruros y el segundo arsenita (NaAsO_2) para atrapar el cloro libre. Se toman alícuotas de las disoluciones que contienen los impactores y se les agrega disolución de nitrato de plata (AgNO_3).

Para ambos, la turbiedad resultante de la formación de cloruro de plata insoluble (AgCl), se determina por medio de un espectrofotómetro a una longitud de onda de 360 nm. El límite inferior para la determinación de cloruros es de $0.12 \text{ g Cl}^{-1}/\text{cm}^3$ de disolución absorbadora.

Interfieren en la determinación del yodo, el bromo y los fosfatos, ya que forman sales insolubles de plata.

Los cloruros se determinan como HCl y el cloro libre como Cl_2 .

4.- 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 debe entenderse agua destilada o desmineralizada.

4.1 Disolución de nitrato de plata (AgNO_3) 0.5 N.

Disolver 8.5 de nitrato de plata, con agua, en un matraz volumétrico de 100 cm^3 , llevar a la marca con agua y homogeneizar. Almacenar esta disolución en recipiente ámbar.

4.2 Disolución de ácido nítrico (HNO_3) 2.5 N.

Medir 16 cm^3 de ácido nítrico concentrado transferirlos a un matraz volumétrico de 100 cm^3 , diluir con agua, llevar a la marca y homogeneizar.

4.3 Etanol ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$).

NOTA.- Puede usarse alcohol isopropílico ($\text{CH}_3\text{CHOHCH}_3$), siempre y cuando se utilice el mismo reactivo durante todo el procedimiento.

4.4 Disolución patrón de cloruros.

Determinar la masa de 0.1648 g. de cloruro de sodio (NaCl) con aproximación de 0.0001 g, previamente secado a 383 K (110°C) durante una hora, disolver con agua en un matraz volumétrico de 100 cm^3 , llevar a la marca y homogeneizar. Esta disolución contiene $1000\text{ g Cl}^{-1}/\text{cm}^3$.

4.5 Disolución de cloruros.

Medir con pipeta 0.5, 1, 2, 3, y 4 cm^3 de la disolución patrón de cloruros (véase inciso 4,4), transferir a matraces volumétricos de 100 cm^3 , diluir cada uno con agua llevar a la marca y homogeneizar. Estas disoluciones contienen respectivamente 5, 10, 20, 30 y $40\text{ g Cl}^{-1}/\text{cm}^3$.

4.6 Disolución absorbidora para cloro.

Pesar 4.0 g de hidróxido de sodio (NaOH) y 0.65 g de arsenita (NaAsO_3), diluir con agua en un matraz volumétrico de 1000 cm^3 , llevar a la marca y homogeneizar.

5.- APARATOS

5.1 Sonda de vidrio o de acero inoxidable.

5.2 Elemento calefactor.

Con capacidad para calentar la sonda de muestreo para evitar condensación de la humedad contenida en los gases por muestrear.

5.3 Termómetro.

De carátula y tallo de 15 cm de largo o su equivalente, con ámbito de operación de 273 K a 873 K (0.0°C a 100°C), capaz de medir con aproximación de un grado.

5.4 Fuente de succión.

5.5 Cronómetro.

Con precisión de 0.2.

5.6 Dos impactores de 30 cm^2 miniatura.

NOTA.- En caso de no contar con los impactores que se indican pueden emplearse otros con funciones equivalentes, efectuando las modificaciones necesarias.

5.7 Juntas esmeriladas de cuenca y bola para unir los impactores.

NOTA.- Las juntas de cuenca y bola son las recomendables para armar el tren de impactores. Pueden usarse juntas de material flexible inertes a la corriente gaseosa por muestrear.

5.8 Manómetro diferencial inclinado.

Con ámbito de operación de 0.0 a 249.02 Pa (0.00 a 2.34 cm de H₂O) y con sensibilidad de ± 1.49 Pa (± 0.0254 cm de H₂O).

5.9 Espectrofotómetro.

5.10 Medidor seco de gases.

Con sensibilidad de ± 360 cm³, provisto de termómetro, vacuómetro y válvula reguladora de flujo.

5.11 Equipo y material de laboratorio.

6.- PROCEDIMIENTO

6.1 Preparación del tren de muestreo.

6.1.1 Montar el tren de muestreo de acuerdo a la figura 1.

6.1.2 Colocar 20 cm³ de agua en el primer impactor para atrapar los cloruros (HCl) y 20 cm² de disolución absorbadora para cloro (véase inciso 4.6) en el segundo impactor, para atrapar el cloro (Cl₂). Si se utiliza sólo el segundo impactor se absorbe el cloro total (HCl y Cl₃).

6.1.3 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, mismas que deben localizar y el eliminar hasta que se logre lo indicado anteriormente.

6.2 Colección de la muestra.

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

6.2.2 Girar la sonda 3.1416 rad (180°) y simultáneamente poner a funcionar la fuente de succión y el cronómetro.

6.2.3 La corriente gaseosa se debe burbujear a través de los impactores a un gasto volumétrico a 2.0 dm³/min. durante 30 minutos.

6.2.4 Una vez tomada la muestra, se debe burbujear un volumen conocido de aire a razón de 1.5 a un dm³/min. durante 30 minutos.

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

7.- PREPARACION DE LA CURVA DE CALIBRACION

7.1.1 Colocar 15 cm³ de etanol o alcohol isopropílico y 1.0 cm³ de disolución de ácido nítrico 2.5N (véase inciso 4.2) en seis tubos de ensayo, a uno de los cuales se le adicionan 8 cm³ de agua (testigo) y a los restantes 5 cm³ de las disoluciones de cloruro respectivamente (véase inciso 4.5) mezclar por medio de

agitación y adicionarles 1 cm³ de disolución de nitrato de plata 0.5N (véase inciso 4.4) y cm³ de agua, excepto al testigo. Mezclar y almacenar en la obscuridad durante una hora. Leer la absorbancia de cada uno contra la muestra testigo en un espectrofotómetro a una longitud de onda de 360 nm.

7.1.2 Trazar una curva de absorbancia contra Cl⁻¹ /cm² . Puede usarse un nefelómetro si se detecta una mayor precisión.

7.1.3 Los reactivos utilizados para la preparación de esta curva no deben mezclarse por anticipado almacenarse por tiempo mayor al indicado, antes de leer la absorbancia.

8.- CUANTIFICACION DE LA MUESTRA

Si hay evaporación del reactivo absorbedor durante el muestro, debe reponerse al volumen original de agua: tomar una alícuota de 5 cm³ (puede ser mayor de 5 cm³ pero menor de 8 cm³) y proceder al análisis como se describe en la preparación de la curva de calibración (véase inciso 7). La suma de volúmenes de alícuota de muestra y el agua adicionada en el no debe ser de 8 cm³ .

9.- CALCULOS

9.1 La concentración de cloruros (como HCl) tenidos en el primer impactor se obtiene con la siguiente fórmula:

$$c = \frac{V_1}{V} \text{ var}$$

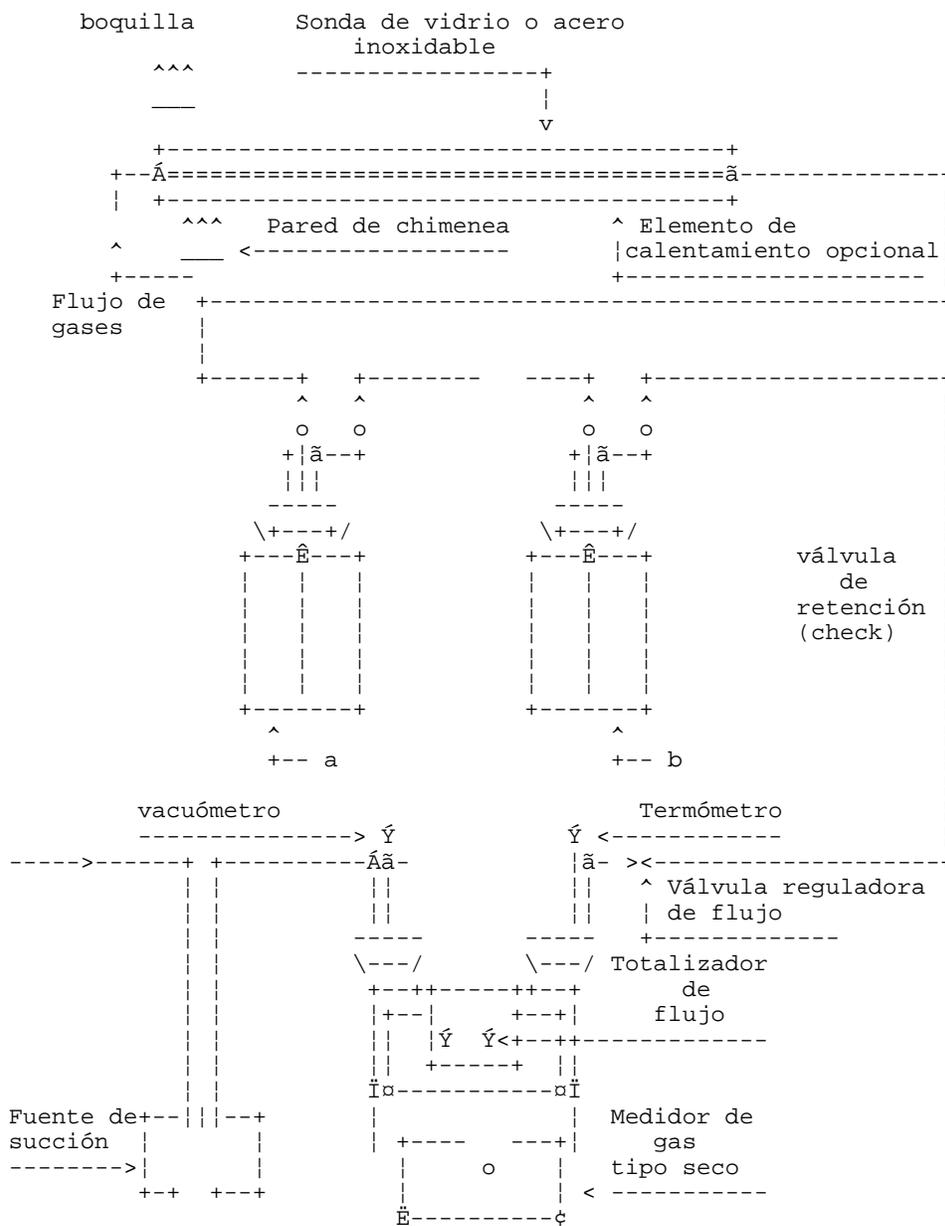
$$C_2 = \frac{C_1 \cdot V_1}{V_2}$$

En donde:

C₂ = Concentración del cloro (Cl₂) en la corriente de gaseosa g HCl/m³.

c = Concentración de cianuros (Cl⁻¹) en la alícuota, en g Cl⁻¹/cm³ .

TREN DE MUESTREO



a.- Impactor miniatura con 20 cm³ de agua.

b.- Impactor miniatura con 20 cm³ de disolución absorbadora para cloro (arsenita).

10.- BIBLIOGRAFIA

10.1 Standard Methods of Chemical Analysis, th Edition, Volumen 1.D. Van Nostrand Co. 1962, pp 333,334.

10.2 "Atmospheric Emissions From Hydrochloric Acid and Manufacturing Processes". AP-54, US. Department of Health, Education and Welfare, Public Health Service, September 1969, p.p. 34-41.