

NORMA MEXICANA NMX-AA-97-1986**CONTAMINACION ATMOSFERICA-FUENTES FIJAS-DETERMINACION DE AMONIACO EN LOS GASES QUE FLUYEN POR UN CONDUCTO****PREFACIO**

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

- SECRETARIA DE SALUBRIDAD Y ASISTENCIA
Subsecretaría de Mejoramiento del Ambiente.
- COMISION FEDERAL DE ELECTRICIDAD
- ASOCIACION NACIONAL DE LA INDUSTRIA QUIMICA
- CAMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE TRANSFORMACION

Departamento de Normas.

- INDUSTRIAS RESISTOL, S.A.
- CAMARA NACIONAL DEL CEMENTO

1.- OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma establece un procedimiento para la determinación de amoniaco en gases que fluyen por un conducto.

2.- REFERENCIAS

Esta Norma se complementa con la siguiente Norma Mexicana vigente:

NMX-AA-9 Determinación del Flujo de Gases en un Conducto por Medio del Tubo Pitot.

3.- RESUMEN

Se extrae una muestra de gases; el amoniaco se absorbe en ácido sulfúrico diluido. El sulfato de amonio resultante se hace reaccionar con soluciones de fenol-nitropusiato y de hipoclorito de sodio. La concentración de amoniaco es función del color azul que se desarrolla por la adición de los reactivos y se determina colorimétricamente.

4.- REACTIVOS

Los reactivos que se mencionan a continuación deben ser grado analítico. Cuando se hable de agua, debe entenderse agua destilada o desmineralizada.

4.1 Solución absorbadora.

Agregar 0.5 ml de Acido Sulfúrico concentrado (H_2SO_4), a 10 ó 20 ml de agua, dejar enfriar y pasar a una probeta de 2 litros, completar el volumen con agua, o bien agregar 1 ml de Acido Fórmico (88%) a 2 litros de agua destilada.

4.2 Solución de fenol-nitropusiato.

Disolver 5 g de fenol en 50 ml de agua, agregar 0.025 g de nitropusiato de sodio (nitro ferrocianuro de sodio) ($NaFe(CN)_2NO_5 \cdot 2H_2O$); transferir a un matraz volumétrico de 500 ml ; llevar a la marca con agua y homogeneizar.

Esta solución puede utilizarse dentro de los 30 días siguientes a su preparación, siempre y cuando se almacene en botella ámbar a baja temperatura. En caso de que se vuelva amarilla, se debe eliminar.

4.3 Solución de hidróxido de sodio 10 N.

Disolver 400 g de hidróxido de sodio (NaOH) en agua, en un matraz volumétrico de 1000 ml y después enfriar hasta 293 K (20 C); completar el volumen con agua y homogeneizar.

4.4 Solución de hipoclorito de sodio.

Hacer pasar una corriente de cloro por una solución al 10% de hidróxido de sodio que previamente se ha enfriado a 273 K (0 C), hasta que el pH de la solución se reduzca a 6.5, procurando que no se eleve la temperatura para evitar la formación de otros compuestos clorados.

4.5 Solución de hipoclorito de sodio-hidróxido de sodio.

En un matraz volumétrico de 500 ml agregar 4.2 ml de solución de hipoclorito de sodio (preparada como se indicó en el inciso 4.4) y 6.25 ml de solución de hidróxido de sodio 10 N (preparada como se indicó en el inciso 4.3); llevar a la marca con agua y homogeneizar. Este reactivo puede almacenarse durante 30 días en recipiente de color ámbar a baja temperatura.

4.6 Solución patrón de amoníaco.

Disolver 3.88 g de sulfato de amonio $(\text{NH}_4)_2 \text{SO}_4$ en 100 ml de agua. Esta solución contiene 1000 μg de NH_3 /ml .

4.7 Solución diluida de amoníaco.

4.7.1 Transferir a un matraz volumétrico de 100 ml una alícuota de 10 ml de solución patrón de amoníaco; llevar a la marca con solución absorbadora y homogeneizar. Esta solución contiene 100 μg de NH_3 / ml 4.7.2 Transferir 10 ml de la solución obtenida, de acuerdo con el inciso 4.7.1, a un matraz volumétrico de 100 ml y llevar a la marca con solución absorbadora.

Esta solución contiene 10 μg de NH_3 / ml y se utiliza para los estándares de la curva de calibración.

4.8 Cloruro de calcio (CaCl_2).

5.- APARATOS Y EQUIPO

Equipo y material común de laboratorio, además de

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

5.2 Impactores de 500 ml de diseño normal.

5.3 Cronómetro.

Con precisión de 0.2 segundos.

5.4 Espectrofotómetro.

Capaz de operar a 626 nm, con celdas de 10 mm.

5.5 Termómetro con escala de 273 a 373 K (0 a 100 C).

5.6 Baño María capaz de mantener la temperatura de 310 ± 2 K (37 ± 2 C).

5.7 Fuente de succión.

Con capacidad suficiente para vencer la resistencia del tren de muestreo y mantener un gasto superior a 3 ml /min.

5.8 Medidor para gases secos, provisto de termómetro y vacuómetro, con sensibilidad de 560 ml .

5.9 Conexiones flexibles a prueba de fugas, tales como mangueras de hule o plástico para unir los elementos del tren de muestreo.

6.- PROCEDIMIENTO

6.1 Preparación del tren de muestreo.

6.1.1 Montar el tren de muestreo de acuerdo con la Fig. 1.

6.1.2 Colocar 50 ml de solución absorbedora en el primer impactor; colocar en el segundo impactor 100 g de cloruro de calcio granulado para absorber la humedad remanente.

6.1.3 Verificación de la hermeticidad del tren de muestreo.

Colocar un tapón a 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 segundos, de lo contrario será indicativo de que existen infiltraciones, mismas que se deben localizar y eliminar hasta que se logre lo indicado anteriormente.

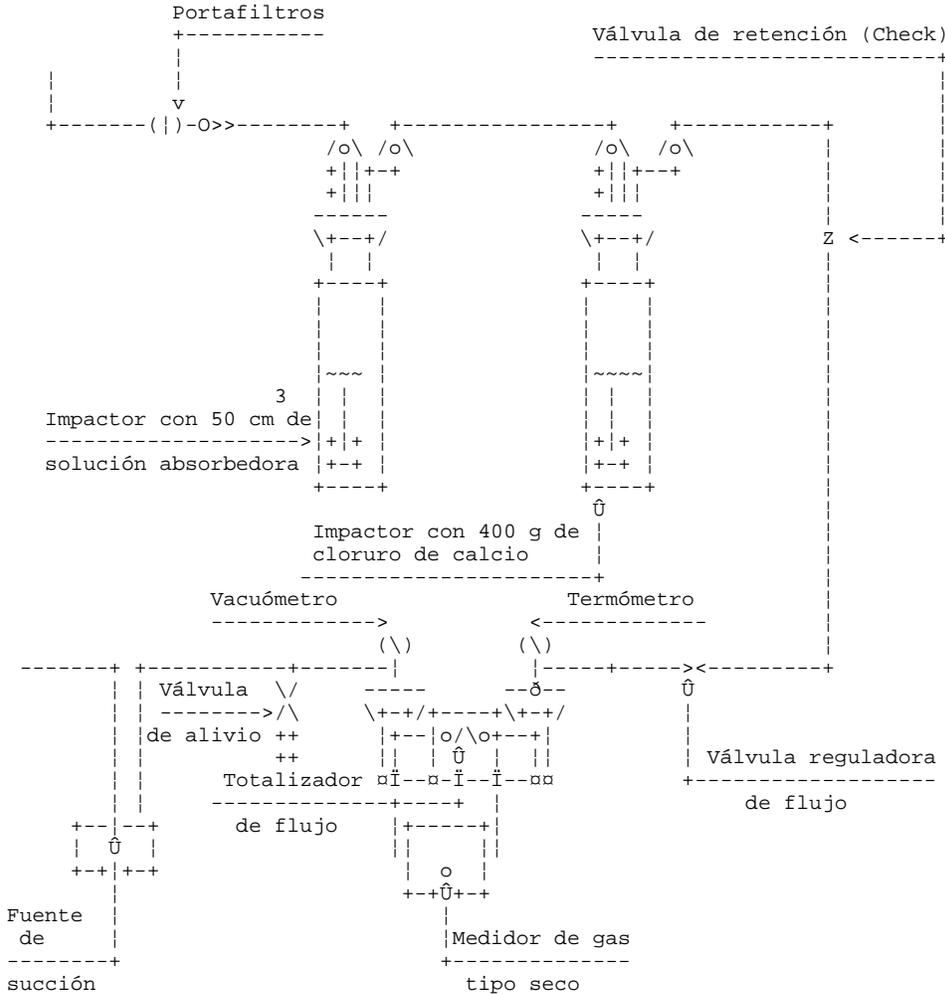
6.2 Colección de la muestra.

6.2.1 Colocar la sonda 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 3.14 16 rad (180°) y simultáneamente poner a funcionar la fuente de succión y el cronómetro.

6.2.3 Muestrear a un gasto de 3 dm³ /min. durante 30 minutos.

TREN DE MUESTREO PARA AMONIACO



7.- CURVA DE CALIBRACION

7.1 Transferir a una serie de matraces volumétricos de 100 ml alícuotas de 0.5, 1, 2, 5 y 10 ml de la solución preparada de acuerdo con el inciso 4.7.2.; llevar a la marca con solución absorbadora y homogeneizar. Estas soluciones contienen 0.05, 0.1, 0.2, 0.3, 0.5 y 1 µg de NH₃ /ml respectivamente.

7.2 Transferir 10 ml de cada una de las soluciones anteriores (véase inciso 7.1) a matraces Erlenmeyer de 100 ml ; agregar a cada uno de éstos, 5 ml de la solución de fenol-nitropusiato (véase inciso 4.2; homogeneizar; agregar 5 ml de solución de hipoclorito de sodio (véase inciso 4.4) a cada uno y homogeneizar.

7.3 Muestra testigo.

En un matraz Erlenmeyer de 100 ml , colocar 10 ml de solución absorbadora, 5 ml de solución de fenol-nitropusiato y 5 ml de solución de hipoclorito de sodio y homogeneizar.

7.3.1 Calentar los patrones y la muestra testigo a 310 K (37C) durante 30 minutos; enfriar a la temperatura ambiente y medir las absorbancias a 626 nm; a la absorbancia de cada estándar restarle la absorbancia de la muestra testigo y graficar los resultados con las concentraciones correspondientes en µ g de NH₃ /ml .

NOTA 1.- Las absorbancias son estables durante varias horas.

NOTA 2.- La curva de calibración sigue la Ley de Beer hasta una concentración de 3 µg/ml y en ese punto la curva empieza a declinar.

8.- CUANTIFICACION DE LA MUESTRA

8.1 Si hay evaporación del reactivo absorbedor durante el muestreo, reponer con agua al volumen original; transferir una alícuota de 10 ml en un matraz Erlenmeyer de 100 ml ; agregar 5 ml de solución de fenol-nitropusiato y homogeneizar; agregar 5 ml de la solución de hipoclorito de sodio y homogeneizar. Preparar una muestra testigo como en el caso de la curva de calibración (véase inciso 7.3). Calentar esta muestra junto con la alícuota de muestra problema, y determinar la absorbancia tal y como se indica en el inciso 7.3.1.

Con la ayuda de la curva de calibración, determinar la concentración en µg de NH₃/ml .

8.2 Si la concentración de la alícuota tomada en 8.1 resulta mayor de 0.8 µg/ml , efectuar una nueva dilución agregándole parte de la muestra testigo y proceder como en 8.1.

9.- MUESTRAS DE CONTROL

Para evaluar la precisión del análisis, preparar una muestra de control agregando 4 ml de la solución de 1 µg/ml en un tubo de ensaye, 6 ml de la muestra problema y 5 ml de la solución de fenolnitropusiato-hidróxido de sodio; homogeneizar y proseguir como en 7.3.1.

Calcular el por ciento de precisión mediante la siguiente fórmula:

$$\text{Por ciento de precisión.} = \frac{(C_1 + C_2) - C_1}{C_1} \times 100$$

En donde:

C₁ Concentración de la muestra de control, en µg de NH₃/ml

C₂ Concentración de la muestra problema, en µg de NH₃/ml .

El por ciento de precisión debe estar comprendido entre 90 y 110%; de no ser así, revisar cuidadosamente, paso a paso, y repetir el análisis.

10.- CALCULOS

Calcular la concentración de amoniaco en la corriente de gases mediante la siguiente ecuación:

$$C_o = \frac{(C_1 - C_t) \cdot V_o}{Q} \cdot \frac{V_1}{V_1}$$

En donde:

Co Concentración de amoniaco en la corriente de gases, expresada en $\mu\text{g/ml}$ de gases muestreado.

C Concentración de amoniaco en la muestra problema determinada mediante
1 la curva de calibración, en $\mu\text{g/ml}$.

C Concentración de la muestra testigo determinada mediante la curva de
t calibración, en $\mu\text{g/ml}$.

V Volúmenes de la solución absorbadora utilizada en ml .
o

V Volumen al que se lleva por aforo la alícuota tomada según 8.2, en ml.
1

V Volumen de la alícuota, tomada según 8.2, en ml .
2

Q Volumen de gases muestreado, en m^3 .

NOTA: Si no se requiere de dilución de la muestra problema, debe eliminarse el último término de la ecuación anterior.

11.- REPETIBILIDAD

La diferencia entre los valores de 2 determinaciones simultáneas efectuadas por un mismo analista no debe ser mayor de 15% del valor promedio de estas determinaciones.

NOTA 1.- Para que los resultados sean reproducibles, debe tenerse en cuenta que tanto la temperatura como el tiempo de calentamiento, son críticos.

NOTA 2.- Es conveniente preparar una curva de calibración cada vez que se va a efectuar una serie de cuantificaciones y no olvidar calentar, al mismo tiempo, las muestras patrón con que se trace la curva de calibración y las muestras problema, utilizando, para este fin, una estufa provista de ventilación mecánica o bien un baño maría.

12.- BIBLIOGRAFIA

Leithe Wo, the Analysis of Air Pollutants, 1970, p. 172, 5.6.1.5 Special Topics, Nitrogen Contaning Pollutants.

Weatherburn, M.W. "Phenol - Hypochlorite Reaction for the determination of Ammonia"
Anal. Chem. Vol 39; 971 (1967).

Hanshu, Mollie; Payne, Jim S, Texas Air Control Board.