

METODO CH-3: ANALISIS DE GAS PARA LA DETERMINACION DEL PESO MOLECULAR SECO

1.0 Aplicabilidad y Principio.

1.1 Aplicabilidad

1.1.1 Este método se aplica para determinar las concentraciones de anhídrido carbónico (CO₂), oxígeno (O₂) así como también la determinación del peso molecular seco en una muestra que proviene de una corriente de gas en un proceso de combustión de combustibles fósiles. Este método también se puede aplicar a otros procesos donde se ha determinado que compuestos distintos de CO₂, O₂, monóxido de carbono (CO) y nitrógeno (N₂) no están presentes en concentraciones suficientes para afectar los resultados.

1.1.2 Otros métodos, incluso las modificaciones a el procedimiento descrito aquí, son también aplicables para algunas o todas las determinaciones anteriores. Ejemplos de métodos y modificaciones específicas incluyen: (1) un método de muestreo de multipuntos que usa un analizador Orsat para analizar al azar muestras individuales obtenidas en cada punto; (2) un método que usa CO₂ o O₂ y cálculos estequiométricos para determinar el peso molecular seco; y (3) asignar un valor de 30,0 para el peso molecular seco, en vez de las mediciones reales, para procesos que queman gas natural, carbón o petróleo. Se pueden utilizar estos métodos y modificaciones, pero sujetos a la aprobación del Servicio de Salud respectivo.

1.2 Principio

Se extrae una muestra de gas de una chimenea mediante uno de los siguientes métodos : (1) un solo punto, muestreo al azar; o (2) un solo punto, muestreo integrado; o (3) multipuntos, muestreo integrado. La muestra de gas se analiza para determinar el porcentaje de CO₂, porcentaje de O₂ y, en caso de ser necesario, el porcentaje de CO. Para determinar el peso molecular seco, se puede usar un analizador Orsat o algún otro, sujeto a la aprobación del Servicio de Salud respectivo.

2.0 Aparatos.

Como una alternativa a los aparatos de muestreo y sistemas descritos aquí, se pueden usar otros sistemas de muestreo (por ejemplo, desplazamiento líquido), siempre y cuando los sistemas posean la capacidad para obtener una muestra representativa y mantener una velocidad de muestreo constante y además posean la capacidad de entregar resultados aceptables. La utilización de tales sistemas está sujeto a la aprobación del Servicio de Salud respectivo.

2.1 Muestras al azar (Fig. 3-1).

2.1.1 Sonda

Tubería de vidrio de borosilicato o de acero inoxidable equipado con un filtro dentro o fuera de la chimenea para extraer material particulado (un tapón de lana de vidrio sirve satisfactoriamente para este propósito). Para la sonda, se puede usar cualquier otro material, inerte ante el O₂, CO₂, CO y N₂, y que resista las condiciones de temperatura del muestreo.

Ejemplos de tales materiales son el aluminio, cobre, vidrio de cuarzo y teflón.

2.1.2 Bomba

Un bulbo (pera) que comprime en una dirección, o equivalente, para enviar la muestra de gas hacia el analizador.

2.2 Muestreo integrado (Fig. 3-2).

2.2.1 Sonda.

Igual que en la Sección 2.1.1.

2.2.2 Condensador

Un condensador de aire frío o de agua fría, u otro condensador no mayor que 250 ml, de manera de que no remueva el O₂, CO₂ y CO y N₂, para eliminar el exceso de humedad que podría interferir con el funcionamiento de la bomba y el medidor de flujo.

- 2.2.3 Válvula
Una válvula de aguja para ajustar la velocidad de flujo del gas de muestreo.
- 2.2.4 Bomba
Una bomba tipo diafragma, libre de filtraciones, o equivalente, para transportar las muestras de gas hacia la bolsa flexible. Instalar un pequeño tanque igualador entre la bomba y el medidor de velocidad para eliminar el efecto de pulsación de la bomba de diafragma en el rotámetro.
- 2.2.5 Medidor de velocidad
Un rotámetro, o medidor de velocidad equivalente, con la capacidad para medir velocidades de flujo dentro del 2% de la velocidad de flujo seleccionada. Se recomienda un rango de velocidad de flujo de 500 a 1000 cc/min.
- 2.2.6 Bolsa flexible
Cualquier bolsa plástica, libre de filtraciones, (por ejemplo, Tedlar, Mylar, Teflón) o bolsa plástica recubierta con aluminio (por ejemplo, Mylar aluminizado), o equivalente, que presenta una capacidad compatible con la velocidad de flujo seleccionada y la duración del muestreo. Se recomienda una capacidad en el rango de 55 a 90 litros. Para detectar filtraciones en la bolsa, conectarla a un manómetro de agua y presurizar la bolsa de 5 a 10 cm de H₂O (2 a 4 pulg. H₂O). Dejar por 10 minutos. Cualquier desplazamiento en el manómetro de agua indica una filtración. Un método alternativo para detectar filtraciones consiste en presurizar la bolsa de 5 a 10 cm de H₂O (2 a 4 pulg.) y dejarla durante la noche. Una bolsa desinflada indica una filtración.
- 2.2.7 Medidor de presión
Un manómetro en U lleno de agua, o equivalente, de aproximadamente 30 cm (12 pulg.), para detectar filtraciones en la bolsa flexible.

2.2.8 Medidor de vacío

Un manómetro de mercurio, o equivalente, de al menos 760 mm Hg (30 pulg.) para detectar filtraciones en el tren de muestreo.

2.3 Análisis

Un analizador de gas de combustión tipo Orsat, o algún otro aprobado por el Servicio de Salud respectivo. Para los procedimientos de funcionamiento y mantenimiento de estos analizadores, se deben seguir las instrucciones recomendadas por el fabricante.

3.0 Procedimiento analítico y muestreo al azar en un punto único.

3.1 El punto de muestreo, en el ducto, debe estar ya sea al centro de la sección transversal o en un punto ubicado a no menos de 1 m (3,3 pies) de las paredes, a menos que el Servicio de Salud respectivo indique otro modo.

3.2 Instalar el equipo en la forma que se muestra en la Fig. 3-1, teniendo cuidado de que todas las conexiones anteriores al analizador estén bien aseguradas. En caso de utilizar un analizador Orsat, se recomienda revisarlo para detectar filtraciones, siguiendo el procedimiento indicado en la Sección 6. Sin embargo, este chequeo es opcional.

3.3 Colocar la sonda en la chimenea, con la punta posicionada en el punto de muestreo. Purgar la línea de muestreo el tiempo suficiente como para permitir a lo menos 5 cambios. Recoger una muestra e inmediatamente analizar para verificar el porcentaje de CO₂ y de O₂. Determinar el porcentaje de N₂ y CO del gas restando la suma de los porcentajes de CO₂ y de O₂ a 100%. Calcular el peso molecular seco tal como se indica en la Sección 7.2.

3.4 Repetir los procedimientos de muestreo, análisis y cálculos hasta que los pesos moleculares secos de cualquiera de las 3 muestras al azar difieran de su media en no más de 0,3g/g-mol (0,3 lb/lb-mol). Promediar los 3 pesos moleculares y informar los resultados lo más cercano al 0,1g/g-mol (0,1lb/lb-mol).

- 4.0 Procedimiento analítico y muestreo integrado, en un punto único.
- 4.1 El punto de muestreo en el ducto debe estar ubicado según se especifica en la Sección 3.1.
- 4.2 Revisar la bolsa flexible para detectar filtraciones (opcional) según se indica en la Sección 2.2.6. Instalar el equipo como se muestra en la Fig. 3-2. Antes de tomar las muestras, se debe revisar el tren para detectar filtraciones (opcional), colocando un medidor de vacío a la entrada del condensador, creando un vacío de a lo menos 250 mm Hg (10 pulg. Hg), cerrar la salida con una conexión rápida, y luego parar la bomba. El vacío debe permanecer estable durante al menos 0,5 minutos. Evacuar la bolsa flexible. Conectar la sonda y ponerla en la chimenea, con la punta de la sonda ubicada en el punto de muestreo. Purgar la línea de muestreo. Enseguida, conectar la bolsa y verificar que todas las conexiones estén bien aseguradas.
- 4.3 Tomar muestras a una velocidad constante. El muestreo debe ser simultáneo con, y durante el mismo intervalo de tiempo, la determinación de la velocidad de la emisión de contaminantes. Se recomienda una muestra de gas de al menos 30 litros (1 pie). Sin embargo, en caso de requerirlo, se pueden tomar volúmenes más pequeños.
- 4.4 Obtener una muestra integrada de gas desde el ducto durante cada determinación de la velocidad de emisión de contaminantes. Analizar la muestra antes de 8 horas para verificar el porcentaje de CO₂ y de O₂, utilizando un analizador Orsat. En caso de usar un analizador Orsat, se recomienda revisarlo para detectar filtraciones, según se indica en la Sección 6, antes de analizar. Sin embargo, la revisión es opcional. Determinar el porcentaje de N₂ y CO del gas restando la suma de los porcentajes de CO₂ y de O₂ al 100%. Calcular el peso molecular seco, según se indica en la Sección 7.2.

- 4.5 Repertir los procedimientos de análisis y calculos hasta que los pesos moleculares secos individuales de cualquiera de los 3 análisis difieran de su media en no más de 0,3 g/g-mol (0,3 lb/lb-mol). Promediar los 3 pesos moleculares y informar los resultados lo más cercano al 0,1 g/g-mol (0,1 lb/lb-mol).
- 5.0 Procedimiento analítico y muestreo integrado para multipuntos.
- 5.1 A menos que el Servicio de Salud respectivo especifique lo contrario, se usa un mínimo de 8 puntos transversales para chimeneas circulares con diámetros inferiores a 0,61 m (24 pulg.), un mínimo de 9 para chimeneas rectangulares con diámetros equivalentes inferiores a 0,61 m (24 pulg.) y un mínimo de 12 puntos transversales para todos los otros casos. Se ubicaran los puntos transversales conforme al Método 1. El uso de menos puntos está sujeto a la aprobación del Servicio de Salud respectivo.
- 5.2 Seguir los procedimientos señalados en las secciones 4.2 hasta 4.5, con las siguientes excepciones: pasar por todos los puntos de muestreo, y tomar muestras en cada punto durante un período igual de tiempo. Registrar los datos de muestreo, como se indica en la Fig. 3-3.
- 6.0 Procedimiento para detectar filtraciones en analizadores Orsat.
- El mover frecuentemente un analizador Orsat produce filtraciones. Por lo tanto, es necesario revisar cuidadosamente el analizador en el lugar para detectar filtraciones, antes de introducir en él muestra de gas. El procedimiento es el siguiente:
- 6.1 Llevar el nivel del líquido en cada pipeta hasta la marca de referencia en los tubos capilares y enseguida cerrar la llave de paso de la pipeta.

- 6.2 Levantar suficientemente el bulbo nivelador para llevar el menisco del líquido sobre la porción graduada de la bureta, y luego cerrar la llave de paso del colector.
- 6.3 Registrar la posición del menisco
- 6.4 Observar el menisco en la bureta y el nivel del líquido en la pipeta para ver si se detectan movimientos durante los próximos 4 minutos.
- 6.5 Para que el analizador Orsat pase la revisión de filtraciones, se deben cumplir 2 condiciones:
- 6.5.1 El nivel del líquido en cada pipeta no debe descender hasta el fondo del tubo capilar durante este intervalo de 4 minutos.
- 6.5.2 El menisco en la bureta no debe cambiar en más de 0,2 ml durante este intervalo de 4 minutos.
- 6.6 Si el analizador fracasa en los procedimientos de revisión de filtraciones, es necesario chequear todas las conexiones de goma y llaves de paso para determinar si son la causa de las filtraciones. Desmontar, limpiar y volver a engrasar las llaves de paso que se filtran. Reemplazar las conexiones de goma que se filtran. Después que el analizador está nuevamente montado, se deben repetir los procedimientos de revisión de filtraciones.
- 7.0 Cálculos.
- 7.1 Nomenclatura
- M_d = Peso molecular seco, g/g-mol (lb/lb-mol).
- %CO₂ = Porcentaje de CO₂ por volumen, base seca.
- %O₂ = Porcentaje de O₂ por volumen, base seca.
- %CO = Porcentaje de CO por volumen, base seca.

- $\%N_2$ = Porcentaje de N_2 por volumen, base seca.
0.28 = Peso molecular de N_2 o CO dividido por 100.
0.32 = Peso molecular de O_2 dividido por 100.
0.44 = Peso molecular de CO_2 dividido por 100.

7.2 Peso molecular seco.

Usar la ecuación 3-1 para calcular el peso molecular seco del gas de chimenea.

Ecuación 3-1

$$M_d = 0.440(\%CO_2) + 0.320(\%O_2) + 0.280(\%N_2 + \%CO)$$

NOTA: La ecuación anterior no considera el argón en el aire (aproximadamente 0,9%, peso molecular de 39,9). Se introduce un error negativo de aproximadamente 0,4%. El operador puede escoger incluir el argón en el análisis, usando procedimientos sujetos a la aprobación del Servicio de Salud respectivo.

8.0 Bibliografía.

1. Altshuller. A.P. Storage of Gases and Vapors in Plastic Bags. International Journal of Air and Water Pollution 6:75-81. 1963.
2. Conner, William D. and J.S. Nader. Air Sampling with Plastic Bags. Journal of the American Industrial Hygiene Association. 25:292-297. 1964.

Libro de Metodologías
Aprobadas

Código : Método CH-3
Revisión: 1
Fecha : Marzo 1996
Página : 9 de 11

3. Burrell Manual for Gas Analysts, Seventh edition. Burrell Corporation, 2223 Fifth Avenue, Pittsburgh, PA 15219. 1951.
4. Mitchell, W.J. and M.R. Midgett, Field Reliability of the Orsat Analyzer. Journal of Air Pollution Control Association, 26:491-495 May 1976.
5. Shigehara, R.T. R.M. Neulicht, and W.S. Smith Validating Orsat Analysis Data from Fossil Fuel-Fired Units. Stack Sampling News 4(2):21-26. August 1976.

9.0

Bibliografía utilizada para la proposición del método.

Method 3. " Gas Analysis for the Determination of Dry Molecular Weight". USEPA. Code of Federal Regulations 40, pt.60, app. A. Revised, July 1990.

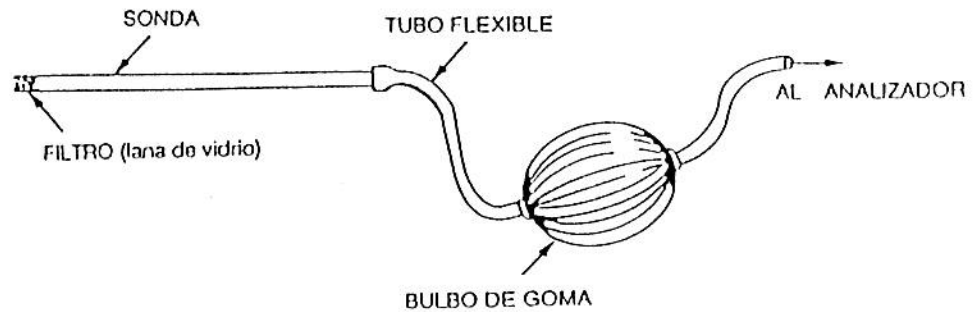


Figura 3-1 : Tren de muestreo al azar.

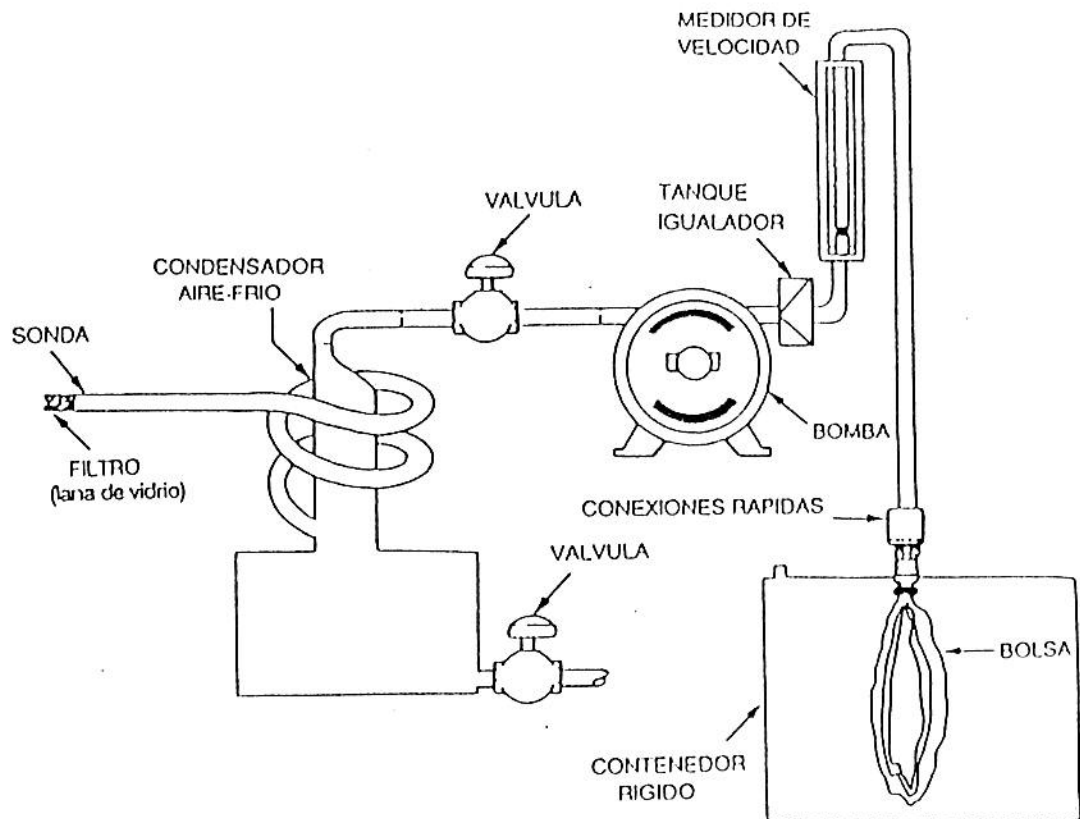


Figura 3-2 : Tren de muestreo Gas integrado.

Figura 3-3 : Datos sobre la velocidad de muestreo.

| TIEMPO | PUNTOS TRANSVERSALES | Q. litro/min. | % desv.* |
|----------|-------------------------|---------------|----------|
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| PROMEDIO | | | |

* % desv. = $(Q - Q \text{ prom}) / Q \text{ prom} \times 100$ (debe ser $< \pm 10\%$)