

**METODO CH-7: DETERMINACION DE LAS EMISIONES DE OXIDO DE NITROGENO  
EN FUENTES ESTACIONARIAS**

**1.0 Principio y Aplicabilidad**

**1.1 Principio**

Se toma una muestra al azar en un frasco evacuado que contiene una solución absorbente de ácido sulfúrico-peróxido de hidrógeno diluido y se miden colorimétricamente los óxidos de nitrógeno, (excepto el óxido nitroso), usando el procedimiento del ácido fenoldisulfónico (FDS).

**1.2 Aplicabilidad**

Este método se aplica para medir los óxidos de nitrógeno emitidos desde fuentes fijas. Se ha determinado que el rango del método va de 2 a 400 miligramos de NO<sub>x</sub> (como NO<sub>2</sub>), por metro cúbico estándar seco, sin tener que diluir la muestra.

**2.0 Aparatos**

**2.1 Muestreo (ver Fig. 7-1).**

Se considerarán alternativas aceptables otros sistemas o equipos para tomar muestras al azar, con la capacidad para medir volúmenes de muestras dentro de  $\pm 2 \%$  y recoger un volumen de muestras suficiente para permitir la reproducibilidad analítica dentro de  $\pm 5 \%$ , sujetos a la aprobación del Servicio de Salud respectivo. El siguiente equipo se puede usar para el muestreo.

**2.1.1 Sonda.**

Tubería de borosilicato, calefaccionada lo suficiente para evitar la condensación de agua y equipada con filtros dentro o fuera de la chimenea para extraer material particulado (un tapón de lana de vidrio resulta satisfactorio para este propósito). También se puede utilizar acero inoxidable o teflón para la sonda. No es necesario calentar si la sonda permanece seca durante el período de purga.

2.1.2 Frasco de recolección

Un frasco con capacidad para 2 litros, de borosilicato y fondo redondo, de cuello corto y con orificio ahusado estándar de 24/40, protegido contra implosión o rotura.

2.1.3 Válvula de matraz.

Con una llave de paso en T conectada a una unión estándar de 24/40.

2.1.4 Medidor de temperatura.

Un termómetro de tipo dial u otro medidor de temperatura con la capacidad para medir intervalos de 1 °C (2 °F) a partir de -5 hasta 50 °C (25 a 125 °F).

2.1.5 Línea de vacío.

Tubería con la capacidad para resistir un vacío de 75 mm. Hg (3 pulg. Hg) de presión absoluta, con una conexión en "T" y llave de paso en T.

2.1.6 Medidor de vacío.

Manómetro de tubo U, de 1 metro (36 pulg.), con divisiones de 1 mm. (0,1 pulg.) u otro medidor con la capacidad para medir presiones dentro de  $\pm 2,5$  mm. Hg (0,10 pulg. Hg).

2.1.7 Bomba.

Con la capacidad para evacuar (producir un vacío) en el frasco de recolección a una presión igual o inferior a 75 mm. Hg (3 pulg. Hg) de presión absoluta.

2.1.8 Bulbo (pera) de goma. Unidireccional.

2.1.9 Pipeta volumétrica. De 25 ml.

2.1.10 Grasa de sellado y para unión esmerilada.

Se requiere grasa para vacío y temperaturas elevadas.

#### 2.1.11 Barómetro

Un barómetro de mercurio, anerode u otro con la capacidad para medir presiones atmosféricas dentro de 2,5 mm. Hg (0,1 pulg. Hg). En muchos casos, se pueden obtener lecturas barométricas de una estación del Servicio Nacional Meteorológico, en cuyo caso se pedirá el valor entregado por la estación (que corresponde a la presión barométrica absoluta) y se aplicarán ajustes para las diferencias de elevación entre la estación meteorológica y el punto de muestreo a una razón de menos 2,5 mm. Hg (0,1 pulg. Hg) por 30 m. (100 pies) de aumento de elevación o viceversa para la disminución de elevación.

#### 2.2 Recuperación de muestras

Se requiere el siguiente equipo para recuperar muestras:

##### 2.2.1 Probeta.

De 50 ml. con divisiones de 1 ml.

##### 2.2.2 Recipientes para almacenar.

Botellas de polietileno libre de filtraciones.

##### 2.2.3 Botella de lavado.

De polietileno o de vidrio.

##### 2.2.4 Varilla de vidrio para agitar.

##### 2.2.5 Papel pH.

Para cubrir el rango de pH de 7 a 14.

#### 2.3 Análisis

Se necesita el equipo que se indica a continuación para efectuar análisis:

##### 2.3.1 Pipetas volumétricas.

Dos pipetas de 1 ml. y de 2 ml, una de 3 ml. y de 4 ml. y dos de 10 ml. y una de 25 ml. para cada muestra y estándar.

2.3.2 Cápsulas de porcelana para evaporar.

Con una capacidad para 175-250 ml. y con un borde para vaciar; una para cada muestra y estándar. Se ha comprobado que resultan satisfactorios los Coors N° 45006 (poco profundos, de 195 ml). Como alternativa, se pueden usar vasos de precipitados de POLYMETHYL PENTENE ("Nalge" N° 1203, de 150 ml.) o vasos de precipitados de vidrio. Cuando se utilizan estos últimos, puede aparecer material sólido durante los pasos analíticos. Se deben remover los sólidos mediante filtración (ver sección 4.3).

2.3.3 Baño de vapor.

Se consideran alternativas aceptables hornos de baja temperaturas o placas calentadoras controladas termostáticamente, mantenidas bajo 70 °C (160 °F).

2.3.4 Pipetas con dosificador o dosificadores.

Se requieren 3.

2.3.5 Varilla de polietileno.

Una para cada muestra y estándar.

2.3.6 Probeta.

De 100 ml. y con divisiones cada 1 ml.

2.3.7 Matraces volumétricos.

De 50 ml. (uno para cada muestra y estándar), 100 ml. (uno para cada muestra y estándar y uno para la solución estándar de KNO<sub>3</sub> utilizada) y uno de 1000 ml.

2.3.8 Espectrofotómetro.

Para medir la absorbancia a 410 nm.

2.3.9 Pipeta graduada.

De 10 ml. con divisiones cada 0,1 ml.

2.3.10 Papel pH.

Para cubrir el rango de pH de 7 a 14.

#### 2.3.11 Balanza analítica.

Para medir dentro de 0,1 mg.

### 3.0 Reactivos.

A menos que se indique de otro modo, se pretende que todos los reactivos cumplan con las especificaciones establecidas por el comité "Committee on Analytical Reagents" de la "American Chemical Society", de donde se pueden obtener las especificaciones. De lo contrario, se debe usar el mejor grado disponible.

#### 3.1 Muestreo.

Para preparar la solución absorbente, se debe añadir cuidadosamente 2,8 ml. de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado a 1 litro de agua destilada y desionizada. Mezclar bien y agregar 6 ml. de peróxido de hidrógeno al 3 %, preparado recientemente de una solución de peróxido de hidrógeno al 30 %. Se debe usar la solución absorbente dentro de la semana de su preparación. No se debe exponer a calor extremo o a luz solar directa.

#### 3.2 Recuperación de muestras.

Se requieren 2 reactivos para recuperar muestras:

##### 3.2.1 Hidróxido de sodio (1N).

Disolver 40 g. de NaOH en agua destilada y desionizada y diluir en 1 litro.

##### 3.2.2 Agua.

Agua destilada y desionizada para cumplir con la especificación ASTM D1193 - 77, Tipo 3. A opción del analista, se puede omitir el test de KMnO<sub>4</sub> para materia orgánica oxidable cuando no se espera que se presenten concentraciones elevadas de materia orgánica.

#### 3.3 Análisis.

Para efectuar los análisis se requieren los siguientes reactivos:

3.3.1 Acido sulfúrico fumante.

15 a 18 % en peso libre de trióxido de azufre. MANIPULAR CON PRECAUCION.

3.3.2 Fenol.

Sólido blanco

3.3.3 Acido sulfúrico.

Concentrado, un mínimo de 95 %. MANIPULAR CON PRECAUCION.

3.3.4 Nitrato de potasio.

Secado a 105 hasta 110 °C (220 a 230 °F) durante un mínimo de 2 horas previo a la preparación de la solución estándar.

3.3.5 Solución estándar de KNO<sub>3</sub>.

Disolver exactamente 2,198 g. de nitrato de potasio seco (KNO<sub>3</sub>) en agua destilada y desionizada y diluir a 1 litro con agua destilada y desionizada en un matraz volumétrico de 1000 ml.

3.3.6 Solución estándar de KNO<sub>3</sub> utilizada.

Diluir 10 ml. de la solución estándar en 100 ml. de agua destilada y desionizada. 1 mililitro de la solución estándar utilizada equivale a 100 ug. de dióxido de nitrógeno (NO<sub>2</sub>).

3.3.7 Agua.

Agua destilada y desionizada como se indica en la sección 3.2.2.

3.3.8 Solución de ácido fenoldisulfónico.

Disolver 25 g. de fenol, puro blanco, en ácido sulfúrico concentrado en un baño de vapor. Enfriar, agregar 75 ml. de ácido sulfúrico fumante y calentar a 100 °C (212 °F)

durante 2 horas. Almacenar en una botella oscura y con tapa.

### 3.3.9 Muestras de auditoría para aseguramiento de la calidad.

Muestras de nitrato en vasos de vidrio preparados por el laboratorio de referencia del Servicio de Salud respectivo. Cada set consiste en 2 matraces que contienen soluciones con concentraciones desconocidas. Cada vez que se fiscalice una fuente, el Servicio de Salud podrá enviar estas muestras de auditoría para hacer determinaciones de cumplimiento de la legislación (o reglamentaciones).

NOTA: El laboratorio de medición y análisis que realiza la medición debe notificar al Servicio de Salud respectivo al menos 15 días antes de la fecha del muestreo para permitir la entrega de la muestra.

## 4.0 Procedimientos.

### 4.1 Muestreo.

4.1.1 Colocar, con una pipeta, 25 ml. de la solución absorbente en un frasco de muestra, dejando una cantidad suficiente para usar en la preparación de los estándares de calibración. Insertar el tapón en el frasco con la válvula en la posición de purga. Montar el tren de muestreo del modo en que se señala en la Fig. 7-1 y colocar la sonda en el punto de muestreo. Asegurarse de que todas las conexiones estén apretadas y sin filtraciones y que todas las uniones de vidrio esmerilado estén adecuadamente engrasadas con grasa de sellado para temperatura y vacío elevados. Girar la válvula del frasco y de la bomba a la posición de evacuar. Evacuar el frasco a 75 mm. Hg (3 pulg. Hg) de presión absoluta, o a menos. Es deseable la evacuación a una presión cercana a la presión de vapor del agua a la temperatura existente. Girar la válvula de la bomba a la posición de venteo y apagar la bomba. Revisar para detectar filtraciones, observando el manómetro para descubrir cualquier fluctuación de la presión. Toda variación superior a 10 mm. Hg (0,4 pulg. Hg) durante un período de 1 minuto, no es aceptable y el frasco no se deberá usar hasta que se haya corregido el problema de filtraciones. La presión en el frasco no debe sobrepasar 75 mm. Hg (3 pulg. Hg) de presión absoluta al comenzar el muestreo. Registrar el

volumen del frasco y de la válvula ( $V_f$ ), la temperatura del frasco ( $T_i$ ) y la presión barométrica. Girar la válvula del frasco en sentido contrario a las manecillas del reloj hasta la posición purga y hacer lo mismo con la válvula de la bomba. Purgar la sonda y el tubo de vacío usando el bulbo (pera) de goma. Si hubiera condensación en la sonda y en el área de la válvula del frasco, entonces se debe calentar la sonda y purgar hasta que desaparezca la condensación. Enseguida, colocar la válvula de la bomba en la posición de venteo. Girar en el sentido de las manecillas del reloj la válvula del frasco a la posición evacuar y registrar la diferencia en los niveles de mercurio en el manómetro. La presión interna absoluta en el frasco ( $P_i$ ) es igual a la presión barométrica menos la lectura del manómetro. Girar inmediatamente la válvula del frasco a la posición de muestra y dejar que el gas entre en el frasco hasta que las presiones en el frasco y en la línea del muestreo (es decir, ducto, chimenea) sean iguales. Generalmente esto requiere unos 15 segundos. Un período mayor indica una obturación en la sonda que se debe corregir antes de proseguir con el muestreo. Después de recoger la muestra, girar la válvula del frasco a la posición purga y desconectar el frasco del tren de muestreo. Agitar el frasco durante al menos 5 minutos.

4.1.2 Si el gas muestreado contiene una cantidad insuficiente de oxígeno para la conversión de NO o NO<sub>2</sub> (por ejemplo, una subparte aplicable del estándar puede exigir tomar una muestra de la mezcla de gas de calibración de NO en N<sub>2</sub>), se debe introducir oxígeno en el frasco para permitir esta conversión. Se puede introducir el oxígeno en el frasco utilizando uno de los 3 métodos siguientes: (1) Antes de evacuar el frasco de muestreo, limpiar con oxígeno puro de un cilindro, luego evacuar el frasco a 75 mm. Hg (3 pulg. Hg) de presión absoluta o interior; o (2) inyectar oxígeno al frasco después del muestreo; o (3) terminar el muestreo con un vacío mínimo de 50 mm. Hg (2 pulg. Hg) en el frasco, registrar la presión final y enseguida desventar (abrir) el frasco a la atmósfera hasta que la presión del frasco sea casi igual a la presión atmosférica.

4.2 Recuperación de muestras.

Dejar el frasco en reposo durante un mínimo de 16 horas y luego agitar el contenido por 2 minutos. Conectar el frasco a un manómetro de tubo U lleno de mercurio. Abrir



la válvula del frasco al manómetro y registrar la temperatura del frasco ( $T_f$ ), la presión barométrica y la diferencia entre los niveles de mercurio en el manómetro. La presión interna absoluta en el frasco ( $P_f$ ) corresponde a la presión barométrica menos la lectura del manómetro. Transferir contenido del frasco a una botella de polietileno libre de filtraciones. Lavado dos veces el frasco con porciones de 5 ml. de agua destilada y desionizada y agregar el agua de enjuague en la botella. Ajustar el pH entre 9 y 12, agregando hidróxido de sodio (1 N), en forma de gotas (unas 25 a 35 gotas). Revisar el pH, introduciendo en la solución una varilla para agitar y luego tocar el papel pH con la varilla. Retirar la menor cantidad posible de material durante este paso. Marcar el nivel del líquido de modo que se pueda revisar el recipiente para detectar filtraciones posteriores a su traslado. Colocar una etiqueta en el recipiente para identificar su contenido. Sellar el contenido para su traslado.

#### 4.3. Análisis.

Indicar el nivel del líquido en el recipiente y confirmar si hubo o no pérdida de muestra durante su traslado. Anotar esto en la hoja de datos analíticos. Si hubo una filtración evidente, se debe rechazar la muestra o emplear métodos, sujetos a la aprobación del Servicio de Salud respectivo, para corregir los resultados finales. Justo antes de efectuar los análisis, se deben transferir los contenidos del recipiente de traslado a un frasco volumétrico de 50 ml. y lavar dos veces el recipiente con porciones de 5 ml. de agua destilada y desionizada. Agregar el agua de lavado al frasco y diluir hasta la marca con el agua destilada y desionizada. Mezclar bien. Con una pipeta colocar una alicuota de 25 ml. en la cápsula de porcelana de evaporación. Vaciar nuevamente toda porción sin uso de la muestra en la botella de polietileno de almacenamiento. Evaporar la alicuota de 25 ml. hasta sequedad en un baño de vapor y dejar que se enfríe. Agregar 2 ml. de solución de ácido fenoldisulfónico a residuo de secado y triturar completamente con una varilla de polietileno. Asegurarse de que la solución se disperse por todo el residuo. Agregar 1 ml. de agua destilada desionizada y 4 gotas de ácido sulfúrico concentrado. Calentar la solución en un baño de vapor durante 3 minutos agitando ocasionalmente.

Dejar que la solución se enfríe y agregar 20 ml. de agua destilada desionizada, mezclar bien al agitar y agregar hidróxido de amonio concentrado, en gotas, agitando constantemente hasta obtener un pH 10 (según lo determine el papel pH). Si la muestra contiene sólidos, éstos se deben separar por filtración (la centrifugación resulta una alternativa aceptable, sujeta a la aprobación del Servicio de Salud respectivo), del siguiente modo : Filtrar con un papel filtro Whatman N° 21 ( o similar), a un frasco volumétrico de 100 ml; lavar la cápsula con 3 lavados de 5 ml. de agua destilada desionizada; filtrar los 3 lavados. Lavar el filtro con un mínimo de 3 porciones de 15 ml. de agua destilada desionizada. Agregar los lavados del filtro a los contenidos del frasco volumétrico y diluir hasta la marca con agua destilada desionizada. Si no existen sólidos, se puede transferir directamente la solución a un frasco volumétrico de 100 ml. y diluir hasta la marca con agua destilada y desionizada. Mezclar totalmente los contenidos del frasco y medir la absorbancia a la longitud de onda óptima para los estándares (sección 5.2.1), usando la solución blanco como referencia cero. Diluir la muestra y el blanco con volúmenes iguales de agua destilada desionizada, si la absorbancia sobrepasa A4, la absorbancia del estándar de 400 ug. de NO<sub>2</sub> (Ver sección 5.2.2).

#### 4.4 Análisis de muestra de auditoría.

Analizar simultáneamente las 2 muestras de auditoría y un set de muestras de fiscalización (sección 4.3) del mismo modo para evaluar la técnica del analista y la preparación de estándares. (NOTA: se recomienda analizar las muestras de control de calidad antes de los test de auditoría y de fiscalización para optimizar la precisión y exactitud del sistema. Una fuente de estas muestras es la indicada en la sección 3.3.9). Se deben usar los mismos analistas, reactivos analíticos y sistema analítico tanto para las muestras de fiscalización como para las muestras de auditoría del laboratorio de referencia del Servicio de Salud respectivo. Si se cumple con esta condición, no es necesaria la auditoría de muestras de fiscalización.

Calcular las concentraciones en mg/dscm, usando el volumen de muestra especificado en las instrucciones de

auditoría. (NOTA: se pueden obtener inmediatamente indicaciones de resultados aceptables al informar los resultados de auditoría en mg/dscm y los resultados de muestras de fiscalización en ug. de NO<sub>2</sub> total/muestra). Incluir los resultados de ambas muestras de auditoría, sus números de identificación y el nombre del analista con los resultados de las muestras para determinar el cumplimiento en informes apropiados al Servicio de Salud respectivo.

Las concentraciones de las muestras de auditoría obtenidas por el analista deben concordar dentro del 10 % de las concentraciones reales de auditoría. Si no se cumple con las especificaciones del 10 %, se debe volver a analizar las muestras de fiscalización y de auditoría e incluir los valores iniciales y de los nuevos análisis en el informe de test (ver NOTA en el primer párrafo de esta sección).

El incumplimiento de la especificación del 10 % puede requerir nuevos tests hasta que se resuelvan los problemas de auditoría. Sin embargo, si los resultados de auditoría no afectan el cumplimiento o incumplimiento de las emisiones de la fuente medida, el Servicio de Salud puede desistir del requerimiento de nuevos análisis, más auditorías o nuevos tests y aceptar los resultados del test de fiscalización.

## **5.0 Calibración.**

### 5.1 Volumen del matraz.

El volumen de la combinación frasco de recolección válvula de frasco debe conocerse antes del muestreo. Montar el frasco y la válvula del frasco y llenar con agua hasta la llave de paso. Medir el volumen de agua a  $\pm$  10 ml. Registrar este volumen en el frasco.

### 5.2 Calibración del espectrofotómetro.

#### 5.2.1 Determinación de la longitud de onda óptima.

Calibrar la escala de longitud de onda del espectrofotómetro cada 6 meses. Se puede realizar esta calibración, usando una fuente de energía con una emisión de línea intensa como la de una lámpara de mercurio o

usando una serie de filtros de vidrio que abarcan el rango de medición del espectrofotómetro. Los materiales de calibración están disponibles en el comercio. Estos materiales deberán contar con trazabilidad de la "National Bureau of Standards" (o similar). Detalles específicos sobre el uso de dichos materiales deben ser proporcionados por el vendedor. Se puede obtener información sobre técnicas de calibración en libros sobre química analítica general. La escala de longitud de ondas del espectrofotómetro debe leer correctamente dentro de  $\pm 5$  nm. de todos los puntos de calibración. De lo contrario, se debe reparar y volver a calibrar el espectrofotómetro. Una vez que la escala de longitud de onda del espectrofotómetro está calibrado adecuadamente, usar 410 nm como longitud de ondas óptimo para medir la absorbancia de los estándares y muestras.

Alternativamente, se puede emplear un procedimiento de barrido para determinar la longitud de ondas adecuada de medición. Si el instrumento es un espectrofotómetro de doble haz, explorar el espectro entre 400 y 415 nm, usando una solución estándar de 200 ug. de  $\text{NO}_2$  en la celda de la muestra y una solución blanco en la celda de referencia. Si no aparece un peak, probablemente el espectrofotómetro está funcionando mal y se debe reparar. Cuando se obtiene un peak dentro del rango de 400 a 415 nm, la longitud de onda en que aparece este peak debe corresponder a la longitud de onda óptima para medir la absorbancia de ambos, estándares y muestras. Para un espectrofotómetro de un solo haz, se debe seguir el mismo procedimiento descrito más arriba, con la diferencia de que las soluciones blanco y estándar se pueden explorar por separado. La longitud de onda óptima debe ser aquella en que ocurre la máxima diferencia en absorbancia entre el estándar y el blanco.

#### 5.2.2 Determinación del factor Kc de la calibración del espectrofotómetro.

Agregar 0 ml, 2 ml, 4 ml, 6 ml y 8 ml de una solución estándar de  $\text{KNO}_3$  utilizada (1 ml = 100 ug  $\text{NO}_2$ ) a una serie de 5 matraces volumétricos de 50 ml. En cada matraz, agregar 25 ml. de solución absorbente, 10 ml. de agua destilada desionizada y gotas de hidróxido de sodio (1N) hasta que el pH se encuentre entre 9 y 12 (unas 25 a 35 gotas en cada uno). Diluir hasta la marca con agua

destilada desionizada. Mezclar bien y con una pipeta tomar una alícuota de 25 ml. de cada solución e introducirla en cápsulas de porcelana separadas para evaporación. Comenzar con los pasos de evaporación, seguir con el procedimiento de análisis indicado en la sección 4.3 hasta que la solución se haya transferido a un matraz volumétrico de 100 ml. y diluido hasta la marca. Medir la absorbancia de cada solución a la longitud de onda óptima, tal como se determinó en la sección 5.2.1. Se debe repetir el procedimiento de calibración todos los días en que se efectúan análisis. Calcular el factor de calibración del espectrofotómetro del siguiente modo:

Ecuación 7-1

$$K_c = 100 \frac{A_1 + 2A_2 + 3A_3 + 4A_4}{A_1^2 + A_2^2 + A_3^2 + A_4^2}$$

Donde:

$K_c$  = Factor de calibración, ug.

$A_1$  = Absorbancia de 100 ug  $\text{NO}_2$  estándar.

$A_2$  = Absorbancia de 200 ug  $\text{NO}_2$  estándar.

$A_3$  = Absorbancia de 300 ug  $\text{NO}_2$  estándar.

$A_4$  = Absorbancia de 400 ug  $\text{NO}_2$  estándar.

### 5.2.3 Control de calidad de la calibración del espectrofotómetro.

Multiplicar el valor de absorbancia obtenido para cada estándar por el factor  $K_c$  (la pendiente menos cuadrada) para determinar la distancia de cada punto de calibración comparado con la línea de calibración teórica. Los valores de concentración calculados no deben diferir de las concentraciones reales (es decir, 100, 200, 300 y 400 ug  $\text{NO}_2$ ) en más de 7 % para 3 de los 4 estándares.

5.3 Barómetro.

Calibrar con un barómetro de mercurio.

5.4 Medidor de la temperatura.

Calibrar los termómetros de dial con termómetros de mercurio.

5.5 Medidor de vacío.

Calibrar los medidores mecánicos, en caso de usar, con un manómetro de mercurio como el especificado en la sección 2.1.6.

5.6 Balanza analítica.

Calibrar con pesos estándares.

**6.0 Cálculos.**

Efectuar los cálculos, reteniendo al menos un decimal extra fuera del obtenido de los datos. Redondear las cifras después de los cálculos finales.

6.1 Nomenclatura.

A = Absorbancia de la muestra.

C = Concentración de NO<sub>x</sub> como NO<sub>2</sub>, base seca, corregida a condiciones estándares, mg/dscm (lb/dscf).

F = Factor de dilución (es decir, 25/5, 25/10, etc, requerido sólo si es necesaria la dilución de la muestra para reducir la absorbancia dentro del rango de calibración).

Kc = Factor de calibración del espectrofotómetro.

m = Masa de NO<sub>x</sub> como NO<sub>2</sub> en la muestra de gas, ug.

- Pf = Presión absoluta final del frasco, mm Hg (pulg. Hg).
- Pi = Presión absoluta inicial del frasco, mm Hg (pulg. Hg).
- Pstd = Presión estándar absoluta, 760 mm Hg (29,92 pulg.Hg).
- Tf = Temperatura absoluta final del frasco, °K (°R).
- Ti = Temperatura absoluta inicial del frasco, °K (°R).
- Tstd = Temperatura absoluta estándar 293 °K (528 °R).
- Vx = Volumen de la muestra en condiciones estándares base seca, ml.
- Vf = Volumen del frasco y de la válvula, ml.
- Va = Volumen de la solución absorbente, 25 ml.
- 2 = 50/25, factor de alicuota. (Si se usa una alicuota distinta de 25 ml. para los análisis, entonces se debe sustituir el factor correspondiente).

## 6.2 Volumen de la muestra.

Base seca, corregido a las condiciones estándares.

Ecuación 7-2

$$V_{st} = \frac{T_{std}}{P_{std}} (V_f - V_a) \left[ \frac{P_f}{T_f} - \frac{P_i}{T_i} \right] = K_1 (V_f - 25 \text{ml}) \left[ \frac{P_f}{T_f} - \frac{P_i}{T_i} \right]$$

Donde:

- $K_1$  = 0,3921 (°K/mm Hg) en unidades métricas  
= 17,95 (°R/pulg. Hg) en unidades inglesas

## 6.3 Total ug NO<sub>2</sub> por muestra.

Ecuación 7-3

$$m = 2Kc \times AF$$

NOTA: Si se emplea una alicuota distinta de 25 ml. para los análisis, se debe reemplazar el factor 2 por el factor correspondiente.

#### 6.4 Concentración de la muestra.

Base seca, corregida a condiciones estándares.

Ecuación 7-4

$$C = K_2 \frac{m}{V_{st}}$$

Donde:

$K_2 = 10^3$  (mg/scm) (ug/ml) en unidades métricas.

$= 6,242 \times 10^{-5}$  (lb/scf) ( g/ml) en unidades inglesas

Para convertir de mg/dscm a g/dscm, dividir a C por 1.000.

#### 6.5 Error relativo (RE) para muestras de auditoría de aseguramiento de calidad, por ciento.

Ecuación 7-5

$$RE = \frac{Cd - Ca}{Ca} \times (100)$$

Donde:

Cd = Concentración determinada de muestra de auditoría, mg/dscm.

Ca = Concentración real de muestra de auditoría, mg/dscm



## 7.0 Bibliografía.

1. Standard Methods of Chemical Analysis 6 th ed. New York, D. Van Nostrand Co., Inc. 1962. Vol. 1, p. 329-330.
2. Standard Method of Test for Oxides of Nitrogen in Gaseous Combustion Products (Phenoldisulfonic Acid Procedure). In; 1968 Book of ASTM Standards, Part 26. Philadelphia, PA. 1968. ASTM Designation D-1608-60, p.725-729.
3. Jacob, M.B. The Chemical Analysis of Air Pollutants. New York Interscience Publisher, Inc. 1960. Vol. 10, p.351-356.
4. Beatty, R.L.L.B. Berger, and H:H: Schrenk. Determination of Oxides of Nitrogen by the Phenoldisulfonic Acid Method. Bureau of Mines, U.S. Dept. of Interior RI. 3687. February 1943.
5. Hamil, H.F. and D.E. Camann. Collaborative Study of method for the Determination of Nitrogen Oxide Emissions From Stationary Sources (Fossil Fuel-Fired Steam Generators). Southwest Research Institute report for Environmental Protection Agency. Research Triangle Park NC. October 5, 1973.
6. Hamil, H.F. and R.E. Thomas Collaborative Study of Method for the Determination of Nitrogen Oxide Emissions from Stationary Sources (Nitric Acid Plants). Southwest Research Institute report for Environmental Protection Agency. Research Triangle Park, NC. May 8, 1974.

## 8.0 Bibliografía utilizada para la proposición del método.

Method 7 "Determination of Nitrogen Oxide Emissions from Stationary Sources". USEPA Code of Federal Regulations 40, pt. 60 app. A. Revised, July 1990.

Libro de Metodologías  
Aprobadas

Código : Método CH-7  
Revisión: 1  
Fecha : Enero 1998  
Pagina : 18 de 18