

**METODO CH-7C: DETERMINACION DE LAS EMISIONES DE OXIDO DE NITROGENO DE FUENTES ESTACIONARIAS - METODO COLORIMETRICO/ALCALINO PERMANGANATO**

**1.0 Aplicabilidad y Principio**

**1.1 Aplicabilidad**

Este método se aplica para determinar las emisiones de NO<sub>x</sub> provenientes de generadores de vapor a combustión con combustibles fósiles, plantas de servicios eléctricos, plantas de ácido nítrico o de otras fuentes especificadas en las reglamentaciones.

El límite inferior detectable es de 13 mg NO<sub>x</sub>/m<sup>3</sup> como NO<sub>2</sub> (7 ppm NO<sub>x</sub>) cuando se muestrea a 500 cc/min. durante una hora. No se ha establecido el límite superior, sin embargo, al usar las condiciones de muestreo recomendadas, se ha comprobado que con el método se pueden recoger cuantitativamente emisiones de NO<sub>x</sub> de hasta 1.782 mg NO<sub>x</sub>/m<sup>3</sup> como NO<sub>2</sub> (932 ppm NO<sub>x</sub>).

**1.2 Principio**

Se extrae desde una chimenea una muestra integrada de gas y se coloca en una solución de permanganato de potasio alcalino; las emisiones de NO<sub>x</sub> (NO + NO<sub>2</sub>) se oxidan a NO<sub>2</sub> y NO<sub>3</sub><sup>-</sup>. El NO<sub>3</sub><sup>-</sup> se reduce a NO<sub>2</sub> con cadmio y el NO<sub>2</sub> se analiza colorimétricamente.

**1.3 Interferencias**

Las posibles interferencias en este método son el SO<sub>2</sub> y NH<sub>3</sub>. Altas concentraciones de SO<sub>2</sub> interfieren, debido a que el SO<sub>2</sub> consume MnO<sub>4</sub> (como NO<sub>x</sub>) y por lo tanto puede reducir la eficiencia en la colección de NO<sub>x</sub>. Sin embargo, la eficiencia en la colección no se reduce cuando en las emisiones muestreadas desde plantas termoeléctricas el 2,1 % del sulfuro de carbono de las emisiones de SO<sub>2</sub> no se controla.

En realidad, cálculos demuestran que al muestrear 3.000 ppm de SO<sub>2</sub> se reduce la concentración de MnO<sub>4</sub> en sólo un 5 % si todo el SO<sub>2</sub> es consumido en el primer impinger.

El  $\text{NH}_3$  es levemente oxidado a  $\text{NO}_3$  por la solución absorbente. Una interferencia de 6 ppm  $\text{NO}_x$  (11 mg  $\text{NO}_2/\text{m}^3$ ), se observa cuando 100 ppm de  $\text{NH}_3$  se encuentran presentes en la corriente de gas y la muestra es analizada 10 días después de la colección. Por lo tanto, el método no es aplicable en plantas que inyectan  $\text{NH}_3$  para el control de las emisiones de  $\text{NO}_x$ , a menos que existan medios para corregir los resultados. Se ha desarrollado una ecuación para permitir la cuantificación de la interferencia y se analiza en la Cita 5 de la Bibliografía.

#### 1.4 Precisión y desviación.

El método no exhibe ninguna desviación relativa al Método CH-7. La desviación estándar relativa dentro del laboratorio para una sola medición corresponde a 2,8 y 2,9 % a 201 y 268 ppm de  $\text{NO}_x$ , respectivamente.

#### 1.5 Estabilidad.

Las muestras recogidas permanecen estables durante al menos 4 semanas.

### 2.0 **Aparatos.**

#### 2.1 Muestreo y recuperación de muestras.

El tren de muestreo se entrega en la Fig. 7C-1 y los componentes se tratan más abajo. Se permiten aparatos y procedimientos alternativos siempre y cuando se pueda demostrar una exactitud y precisión aceptables.

##### 2.1.1 Sonda

Tubería de vidrio de borosilicato, calentado lo suficientemente para evitar condensación del agua y equipado con un filtro dentro o fuera de la chimenea para sacar el material particulado (un tapón de lana de vidrio resulta satisfactorio para este fin). También se puede usar acero inoxidable o teflón para la sonda.

##### 2.1.2 Impingers.

Se requieren tres impingers de vidrio de orificios restringidos, que posean las especificaciones dadas en la fig. 7C-2, para cada tren de muestreo. Los impingers deben estar conectados en series mediante conectores de vidrio libres de fugas. También se puede usar grasa de sellado, en caso de ser necesario, para evitar filtraciones. (Se pueden fabricar los impingers con un soplador de vidrio hasta que se encuentren en el comercio.)

2.1.3 Lana de vidrio, grasa de sellado, tubo secador, válvula, bomba, barómetro, y medidor de vacío y rotámetro.

Igual que en el Método CH-6, secciones 2.1.3, 2.1.4, 2.1.6, 2.1.7, 2.1.8, 2.1.11 y 2.1.12, respectivamente.

2.1.4 Medidor de velocidad.

Rotámetro, o equivalente, con una precisión de 2 % en la velocidad de flujo seleccionada entre 400 y 500 cc/min. Para rotámetros, se recomienda un rango de 0 a 1 litro/min.

2.1.5 Medidor de volumen.

Medidor de gas seco con la capacidad para medir el volumen de la muestra, bajo condiciones de muestreo de 400 a 500 cc/min durante 60 minutos con una precisión de 2 %.

2.1.6 Filtro.

Utilizado para eliminar el NO<sub>x</sub> del aire ambiente, se prepara al agregar 20 g. de un tamiz molecular de 5 Å a un tubo cilíndrico, por ejemplo, tubo secador de polietileno.

2.1.7 Botellas de polietileno.

De 1 litro para recuperar muestras.

2.1.8 Embudos y varillas para agitar.

Para recuperar muestras.

2.2 Preparación de muestras y análisis.

2.2.1 Placa calentadora.

Del tipo para agitar, con barras agitadoras cubiertas de teflón de 10 y 50 mm.

2.2.2 Vasos de precipitados.

De 400, 600 y 1000 ml.

2.2.3 Matraz para filtrar.

De 500 ml. con brazos laterales.

2.2.4 Embudo Buchner.

De 75 mm. de diámetro interno (DI) equipado con un surtidor de 13 mm. de DI con una tubería larga de teflón de 90 mm. para minimizar las posibilidades de aspirar solución de muestra durante la filtración.

2.2.5 Papel filtro.

Papel filtro tipo Whatman GF/C, de 7 cm. de diámetro (o similar).

2.2.6 Varillas para agitar.

2.2.7 Matraces volumétricos.

De 100, 200 ó 250, 500 y 1000 ml.

2.2.8 Vidrio reloj.

Para cubrir vasos precipitados de 600 y 1000 ml.

2.2.9 Probetas.

De 250 ml.

2.2.10 Pipetas.

Clase A.

2.2.11 Medidor de pH.

Para medir el pH de 0,5 a 12.

2.2.12 Bureta.

De 50 ml. con un micrómetro tipo llave de paso. Colocar un tapón de lana de vidrio en el fondo de la bureta. Poner la bureta a una altura de 43 cm. de la parte superior del tapón y colocar un soplador de vidrio al embudo de vidrio con la parte superior de la bureta de modo que el diámetro de esta última permanezca esencialmente sin cambios. Se aceptan otros medios para sujetar el embudo.

2.2.13 Embudo de vidrio.

De DI 75 mm. en la parte superior.

2.2.14 Espectrofotómetro.

Con la capacidad para medir la absorbancia a 540 nm. Se consideran adecuadas las celdas de 1 cm.

2.2.15 Termómetros de metal.

Termómetros bimetalicos, rango de 0 a 150 °C.

2.2.16 Tubos para cultivo.

De 20 por 150 mm, Kimax N° 45048.

2.2.17 Parafilm, tipo M ó equivalente.

2.2.18 Equipo para medir CO<sub>2</sub>.

Igual que para el Método CH-3.

**3.0 Reactivos.**

A menos que se indique de otro modo, todos los reactivos deben cumplir con las especificaciones establecidas por el "Committee on Analytical Reagents" de "American Chemical Society", de donde se pueden

obtener dichas especificaciones. De lo contrario, se debe usar el mejor grado disponible.

3.1 Muestreo.

3.1.1 Agua.

Desionizada destilada para cumplir con la especificación ASTM D 1193-74, Tipo 3.

3.1.2 Permanganato de potasio, al 4 % (p/p), hidróxido de sodio, al 2 % (p/p).

Disolver 40 g. de  $\text{KMnO}_4$  y 20 g de NaOH en 940 ml. de agua.

3.2 Preparación de la muestra y análisis.

3.2.1 Agua.

Igual que en la sección 3.1.1.

3.2.2 Acido sulfúrico.

$\text{H}_2\text{SO}_4$  concentrado.

3.2.3 Solución de ácido oxálico.

Disolver en agua 48 g. de ácido oxálico [ $(\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ] y diluir a 500 ml. No se debe calentar la solución.

3.2.4 Hidróxido de sodio, 0,5 N.

Disolver en agua 20 g. de NaOH y diluir a 1 litro.

3.2.5 Hidróxido de sodio, 10 N.

Disolver en agua 40 g de NaOH y diluir a 100 ml.

3.2.6 Solución de ácido etilendiamin tetraacético (EDTA) y diluir a 100 ml. Se logra una mejor solución, usando un agitador magnético.

3.2.7 Solución para lavar las columnas.

Agregar 20 ml de solución de EDTA al 6,5 % y ajustar el pH entre 11,7 y 12 con NaOH 0,5 N.

3.2.8 Acido clorhídrico (HCl), 2 N.

Agregar 86 ml. de HCl concentrado a un matraz volumétrico de 500 ml. que contiene agua, diluir hasta el volumen y mezclar bien. Almacenar en una botella de vidrio tapada.

3.2.9 Solución de Sulfanilamida.

Agregar 20 g. de sulfanilamida (punto de fusión 165 a 167 °C) en 700 ml. de agua. Agregar, mezclando, 50 ml de ácido fosfórico (85 %) y diluir a 1000 ml. Esta solución se mantiene estable durante al menos 1 mes, si se refrigera.

3.2.10 Solución de N-(1-Natil)- etilendiamin dihidrocloruro (NEDA).

Disolver 0,5 g. de NEDA en 500 ml de agua. Una solución acuosa debe mostrar un peak de absorción a 320 nm. sobre un rango de 260 a 400 nm. La solución NEDA que muestre más de un peak de absorción sobre este rango, es impura y no se debe usar. Esta solución se mantiene estable durante al menos 1 mes si está protegida de la luz y refrigerada.

3.2.11 Cadmio.

Prepararlo lavando con HCl 2N durante 5 minutos hasta obtener un color gris plateado. Enseguida lavar el cadmio con agua hasta que los lavados sean neutros, medidos con papel pH. PRECAUCION: Durante la preparación se libera H<sub>2</sub>. Preparar bajo una campana ventiladora lejos de toda llama.

3.2.12 Solución estándar de NaNO<sub>2</sub>, concentración nominal, 1000 ug NO<sub>2</sub>/ml.

Desecar el NaNO<sub>2</sub> durante toda la noche. Pesar con precisión 1,4 a 1,6 g. de NaNO<sub>2</sub> (pureza 97 % o superior), disolver en agua y diluir a 1 litro. Calcular la concentración exacta de NO<sub>2</sub> por medio de la siguiente relación:

$$\text{ug NO}_2^-/\text{ml} = \text{ug de NaNO}_2 \times \frac{\% \text{ de pureza}}{100} \times 10^3 \times \frac{46,01}{69,01}$$

Esta solución permanece estable durante al menos 6 meses bajo condiciones de laboratorio.

### 3.2.13 Solución estándar de KNO<sub>3</sub>.

Secar KNO<sub>3</sub> a 110 °C durante 2 horas y enfriar en un desecador. Pesar con precisión 9 a 10 g. de KNO<sub>3</sub> dentro de 0,1 mg, disolver en agua y diluir a 1 litro. Calcular la concentración exacta de NO<sub>3</sub><sup>-</sup> mediante la siguiente relación:

$$\text{ug NO}_3^-/\text{ml} = \text{g. de KNO}_3 \times 10^3 \times \frac{62,01}{101,10}$$

Esta solución se mantiene estable durante 2 meses sin preservantes bajo condiciones de laboratorio.

### 3.2.14 Solución estándar diluída.

Con una pipeta colocar 7 ml. de solución estándar de KNO<sub>3</sub> en un matraz volumétrico de 100 ml. y diluir al volúmen.

### 3.2.15 Solución blanco.

Disolver 2,4 g. de KMnO<sub>4</sub> y 1,2 g. de NaOH en 96 ml. de agua. Alternativamente, diluir 60 ml. de KMnO<sub>4</sub>/solución de NaOH, a 100 ml.

### 3.2.16 Muestras de auditoría de aseguramiento de la calidad.

Igual que el Método CH-7, sección 3.3.9. Cuando se pidan muestras de auditoría, se debe especificar que ellas se encuentren dentro del rango de concentración adecuado para el método CH-7C.

## 4.0 Procedimiento

### 4.1 Muestreo

#### 4.1.1 Preparación del tren de recolección.



Agregar 200 ml. de  $\text{KMnO}_4$ /solución de NaOH (3.1.2) en cada uno de los 3 impingers y montar el tren del modo que se muestra en la Fig. 7C-1. Ajustar el calefactor de sonda a una temperatura adecuada para evitar la condensación del agua.

#### 4.1.2 Procedimiento para detectar fugas.

Se debe realizar una revisión para detectar fugas antes de la corrida de muestreo. Es obligatorio efectuar una revisión de fugas después de la corrida de muestreo. Hacer la revisión de acuerdo a lo indicado en el Método CH-6, sección 4.1.2..

#### 4.1.3 Revisar la precisión de la calibración del rotámetro (opcional).

Desconectar la sonda del primer impinger y conectar el filtro (2.1.6). Encender la bomba y ajustar el rotámetro para obtener lecturas entre 400 y 500 cc/min. Después que se ha estabilizado la velocidad de flujo, medir el volúmen muestreado, según lo registrado por el medidor de gas seco (DGM) y el tiempo de muestreo. Recoger el volúmen suficiente para medir con precisión la velocidad de flujo y calcular esta última. La velocidad promedio de flujo debe ser inferior a 500 cc/min. para que la muestra sea válida. Por lo tanto, se recomienda verificar la velocidad de flujo como se indica más arriba en cada muestreo.

#### 4.1.4 Recolección de muestras.

Registrar la lectura inicial del DGM y la presión barométrica. Determinar el punto o puntos de muestreo siguiendo las reglamentaciones apropiadas. Ubicar la punta de la sonda en el punto de muestreo, conectar la sonda al primer impinger y encender la bomba. Ajustar la velocidad de flujo a un valor entre 400 y 500 cc/min.

PRECAUCION: VELOCIDADES DE FLUJO SUPERIORES PRODUCEN BAJOS RESULTADOS. Una vez que se ha ajustado, se debe mantener una velocidad de flujo constante durante toda la corrida de muestreo. Muestrear por 60 minutos. Para pruebas de precisión relativa (RA) de monitores de emisiones continuas, el mínimo tiempo de muestreo

corresponde a 1 hora, se debe muestrear durante 20 minutos en cada punto transversal. [NOTA: Cuando la concentración de SO<sub>2</sub> es superior a 1200 ppm, se puede disminuir el tiempo de muestreo a 30 minutos para evitar que se tapen los orificios del impinger con MnO<sub>2</sub>. Para los muestreos con SO<sub>2</sub> superior a 1200 ppm, se debe muestrear durante 30 minutos (10 minutos por punto). Registrar la temperatura del DGM y revisar la velocidad de flujo por lo menos cada 5 minutos. Al final de cada corrida, apagar la bomba, retirar la sonda de la chimenea y registrar las lecturas finales. Dividir el volumen de la muestra por el tiempo de muestreo para determinar la velocidad promedio de flujo. Efectuar una revisión para detectar fugas según se indica en la sección 4.1.2. En caso de encontrar fugas, se debe rechazar la corrida de muestreo o usar procedimientos aceptados por el Servicio de Salud para ajustar el volumen muestreado.

#### 4.1.5 Medición de CO<sub>2</sub>.

Durante el muestreo, medir el contenido de CO<sub>2</sub> del gas de chimenea cerca del punto de muestreo, utilizando el Método CH-3. Se considera adecuado el procedimiento de muestreo al azar desde un punto único, siempre y cuando se tengan 3 mediciones (casi al principio, en la mitad y antes del fin de una corrida) y se calcula la concentración promedio de CO<sub>2</sub>. Se debe emplear un analizador Orsat para realizar los análisis.

#### 4.2 Recuperación de muestras.

Desconectar los impingers. Vaciar los contenidos de los impingers a una botella de polietileno de 1 litro, usando un embudo y una varilla para agitar (u otro medio) para evitar derrames. Completar la transferencia cuantitativa, lavando con agua los impingers y conectando los tubos hasta obtener lavados transparentes o rosado pálido y agregar los lavados en la botella. Mezclar la muestra y marcar el nivel de la solución. Sellar e identificar el recipiente de la muestra.

#### 4.3 Preparación de la muestra para análisis.

Preparar una columna de reducción de cadmio del siguiente modo: Llenar con agua la bureta (2.2.12). Agregar lentamente cadmio recientemente preparado con un movimiento rotatorio hasta que no se produzca más decantación. La altura de la columna de cadmio debe ser de 39 cm. Cuando no se use, se debe guardar la columna bajo solución de lavado (3.2.7). (NOTA: La columna no debe contener ninguna capa de cadmio fino. Esto puede suceder si se usa una columna regenerada lo cual acortará considerablemente la vida útil de una columna).

Anotar el nivel de líquido en el recipiente de muestras y determinar si hubo pérdidas de muestras durante su traslado. En caso de ocurrir filtraciones considerables, es posible determinar la pérdida de volumen por la diferencia entre los niveles de solución inicial y final y este valor se puede usar para corregir los resultados analíticos. Transferir cuantitativamente los contenidos a un matraz volumétrico de 1 litro y diluir hasta el volumen.

Tomar una alícuota de 100 ml. de muestra y blanco (no expuestas a  $\text{KMnO}_4/\text{NaOH}$ ) y transferir a los vasos de precipitados de 400 ml. que poseen barras agitadoras magnéticas. Con un medidor de pH, agregar  $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentrado, agitando hasta obtener un pH de 0,7. Dejar la solución durante 15 minutos. Cubrir los vasos de precipitados con vidrios reloj y llevar la temperatura de las soluciones a 50 °C. Mantener la temperatura bajo 60 °C. Disolver 4,8 g. de ácido oxálico en un volumen mínimo de agua, aproximadamente 50 ml, a temperatura ambiente. No se debe calentar la solución. Agregar lentamente esta solución, en incrementos, hasta que la solución de  $\text{KMnO}_4$  se vuelva incolora. Si no desaparece todo el color, preparar más solución de ácido oxálico y agregar hasta obtener una solución incolora. Agregar un exceso de ácido oxálico al disolver 1,6 g. de este ácido en 50 ml. de agua y agregar 6 ml. de esta solución en la solución incolora. Si se presenta materia suspendida, agregar  $\text{H}_2\text{SO}_4$  hasta obtener una solución transparente.

Dejar enfriar las muestras casi a temperatura ambiente, asegurándose de que las muestras siguen transparentes. Ajustar el pH entre 11,7 y 12 con NaOH 10 N. Trasladar cuantitativamente la mezcla a un embudo Buchner que contiene un papel filtro Whatman GF/C (o similar) y filtrar el precipitado. Luego filtrar la mezcla en un matraz de filtrado de 500 ml. Lavar con agua 4 veces el material sólido. Cuando se ha completado la filtración, lavar la tubería de teflón, trasladar cuantitativamente el filtrado a un matraz volumétrico de 500 ml. y diluir hasta el volumen. Las muestras están listas para la reducción con cadmio. Con una pipeta tomar una alícuota de 50 ml. de la muestra y transferirla a un vaso de precipitado de 150 ml, agregar una barra agitadora magnética. Agregar 1 ml. de solución EDTA al 6,5 % y mezclar.

Determinar el ajuste correcto de la llave de paso para establecer una velocidad de flujo de 7 a 9 ml/min. de solución de lavado de columna a través de una columna de reducción de cadmio. Usar una probeta de 50 ml. para recoger y medir el volumen de la solución. Después que la solución de lavado ha pasado desde el embudo a la bureta, pero antes de que quede aire atrapado, se debe agregar la muestra y recogerla en una probeta de 250 ml. Completar la transferencia cuantitativa de la muestra a una columna a medida que la muestra pasa por la columna.

Después que ha pasado la muestra por el embudo hasta la bureta, comenzar a agregar 60 ml. de la solución de lavado de columna y recoger la solución de lavado hasta que la solución casi desaparezca del embudo. Transferir cuantitativamente la muestra a un matraz volumétrico de 200 ml. (se puede requerir uno de 250 ml) y diluir al volumen. Las muestras están listas para los análisis de NO<sub>2</sub>. (NOTA: La muestra y el blanco deben pasar este procedimiento. Además, se deben verificar 2 muestras de punta con cada grupo de muestras pasadas por la columna. Para esto, preparar 2 alícuotas adicionales de 50 ml. de muestra que se cree que poseen una concentración más elevada de NO<sub>3</sub>. Agregar 1 ml. de la solución de punta a estas alícuotas. Si la eficiencia de la columna o la recuperación de la solución de punta (ver 6.2.1) se encuentra bajo 95 %, se debe preparar una nueva columna y repetir la reducción de cadmio.)

#### 4.4 Análisis de muestras.

Con una pipeta transferir 10 ml. de muestra a un tubo de cultivo. (NOTA: algunos tubos de ensayo entregan un valor elevado de blanco de  $\text{NO}_2^-$ , pero no así los tubos de cultivo.) Con una pipeta colocar 10 ml. de solución de sulfanilamida y 1,4 ml. de solución NEDA. Cubrir el tubo de cultivo con parafilm y mezclar la solución. Preparar un blanco del mismo modo, usando la muestra del tratamiento de la solución no expuesta de ( $\text{KMnO}_4/\text{NaOH}$  (3.1.2)). También preparar un estándar de calibración para verificar la pendiente de la curva de calibración. Después de un intervalo de 10 minutos para desarrollo del color, medir la absorbancia a 540 nm. contra el agua. Obtener la lectura  $\mu\text{g NO}_2^-/\text{ml}$  de la curva de calibración. Si la absorbancia es superior al estándar de calibración más elevado, con una pipeta colocar menos de 10 ml. de muestra y el agua suficiente para obtener un volumen total de muestra de 10 ml. y repetir los análisis. Determinar la concentración de  $\text{NO}_2$  usando la curva de calibración obtenida de la sección 5.3.

#### 4.5 Análisis de auditoría.

Es igual al indicado en el Método CH-7, sección 4.4.

### 5.0 Calibración

#### 5.1 Sistema de medición de gas seco (DGM).

##### 5.1.1 Calibración inicial.

Igual que en el Método CH-6, sección 5.1.1. Para instrucciones detalladas sobre la realización de la calibración, se sugiere consultar la sección 3.5.2 de la Cita 4 en la Bibliografía.

##### 5.1.2 Revisión de la calibración post-muestreo.

Igual que en el Método CH-6, sección 5.1.2.

5.2 Termómetros para DGM y barómetro.

Igual que en el Método CH-6, secciones 5.2. y 5.4 respectivamente.

5.3 Curva de calibración para el espectrofotómetro.

Diluir 5 ml. de la solución estándar de  $\text{NaNO}_2$  a 200 ml. con agua. Esta solución contiene nominalmente 25  $\mu\text{g NO}_2^-$ /ml. Usar esta solución para preparar los estándares de calibración para cubrir el rango de 0,25 a 3  $\mu\text{g NO}_2^-$ /ml. Preparar un mínimo de 3 estándares para cada rango lineal y ligeramente no lineal (descrito más abajo) de la curva. Usar pipetas para todas las adiciones.

Efectuar estándares y un blanco de agua según las instrucciones de la sección 4.4. Graficar la absorbancia neta vs.  $\mu\text{g NO}_2^-$ /ml. Dibujar una curva suave a través de los puntos. La curva debe ser lineal hasta una absorbancia de aproximadamente 1,2 con una pendiente de aproximadamente 0,53 unidades de absorbancia/ $\mu\text{g NO}_2^-$ /ml. La curva debe pasar por el origen. Y debe ser ligeramente no lineal a partir de la absorbancia 1,2 a 1,6.

6.0 **Cálculos**

Realizar los cálculos, reteniendo al menos un decimal extra fuera de los datos obtenidos. Redondear las cifras después de los cálculos finales.

6.1 Volúmen de la muestra, base seca, corregido a condiciones estándares.

Ecuación 7C-1

$$V_{m(\text{std})} = V_m XY \frac{T_{\text{std}}}{T_m} \frac{P_{\text{bar}}}{P_{\text{std}}} = K_1 XY \frac{V_m P_{\text{bar}}}{T_m}$$

Donde:

$V_{m(\text{std})}$  = Volúmen de gas seco determinado por el medidor de gas seco, corregido a condiciones estándares, dscm.

V <sub>m</sub>	=	Volúmen de gas seco determinado por el medidor de gas seco, dcm.
Y	=	Factor de calibración del medidor de gas seco.
X	=	Factor de corrección para la recolección de CO <sub>2</sub> .
P <sub>bar</sub>	=	Presión barométrica, mm Hg.
P <sub>std</sub>	=	Presión absoluta estándar, 760 mm Hg.
T <sub>m</sub>	=	Temperatura absoluta promedio del medidor de gas seco, °K.
T <sub>std</sub>	=	Temperatura estándar absoluta, 293 °K.
K <sub>1</sub>	=	0,3858 °K/mm Hg.

6.2 Total de ug NO<sub>2</sub> por muestra.

6.2.1 Eficiencia de la columna de reducción de cadmio.

Calcular este valor del siguiente modo:

Ecuación 7C-2

$$E = \frac{(x - y) 200}{S \times 1 \times \frac{46,01}{62,01}} = \frac{269,6(x - y)}{S}$$

Donde:

E	=	Eficiencia de la columna, sin unidades.
X	=	Análisis de muestra de punta, ug NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> /ml.
Y	=	Análisis de muestra distinta a la muestra de punta, ug NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> /ml.
200	=	Volúmen final de muestra y blanco después de pasar por la columna, ml.

S = Concentración de solución de punta, ug NO<sub>3</sub><sup>-</sup>  
/ml.  
1,0 = Volúmen de solución de punta agregada, ml.  
46,01= ug NO<sub>2</sub><sup>-</sup>/mol.  
62,01= ug NO<sub>3</sub><sup>-</sup>/mol.

6.2.2 Total ug NO<sub>2</sub>.

Ecuación 7C-3

$$m = \frac{(S - B)}{E} \times 200 \times \frac{500}{50} \times \frac{1000}{100} = \frac{(2 \times 10^4)(S - B)}{E}$$

Donde:

m = Masa de NO<sub>x</sub>, como NO<sub>2</sub> en la muestra, ug.  
S = Análisis de muestra, ug NO<sub>2</sub><sup>-</sup>/ml.  
B = Análisis de blanco, ug NO<sub>2</sub><sup>-</sup>/ml.  
500 = Volúmen total de muestra preparada, ml.  
50 = Alicuota de muestra preparada procesada mediante una columna de cadmio, ml.  
100 = Alicuota de solución de KMnO<sub>4</sub>/NaOH, ml.  
1000 = Volúmen total de solución de KMnO<sub>4</sub>/NaOH, ml.

6.3 Concentración de muestra.

$$C = K_2 \frac{m}{V_{m(\text{std})}}$$

Donde:

C = Concentración de NO<sub>x</sub> como NO<sub>2</sub>, base seca, mg/dscm.



$$K_2 = 10^{-3} \text{ mg/ug.}$$

#### 6.4 Factores de conversión.

$$1 \text{ ppm NO} = 1,247 \text{ mg NO/m}^3 \text{ a STP.}$$

$$1 \text{ ppm NO}_2 = 1,9212 \text{ mg NO}_2/\text{m}^3 \text{ a STP.}$$

$$1 \text{ pie}^3 = 2,832 \times 10^{-2} \text{ m}^3.$$

$$1000 \text{ mg} = 1 \text{ g.}$$

#### 7.0 Control de calidad.

Se especifican los procedimientos de control de calidad en las secciones 4.1.3 (precisión de la velocidad de flujo); 4.3 (eficiencia de la columna de cadmio); 4.4 (precisión de la curva de calibración) y 4.5 (precisión de análisis de auditoría).

#### 8.0 Bibliografía.

1. Margeson, J.H., W.J. Mitchell, J.C. Suggs, and M.R. Midgett. Integrated Sampling and Analysis Methods for Determining NOx Emissions at Electric Utility Plants. U.S. Environmental Protection Agency, Research Triangle Park, NC. Journal of the Air Pollution Control Association. 32:1210-1215. 1982.
2. Memorandum and attachment from J.H. Margeson, Source Branch, Quality Assurance Division Environmental Monitoring Systems Laboratory, to The Record. EPA. March 30, 1983. MH3 Interference in Methods 7C and 7D.
3. Margeson, J.H., J.C. Suggs, and M.R. Midgett Reduction of Nitrate to Nitrite with Cadmium Anal Chem 52:1955-57. 1980.
4. Quality Assurance Handbook for Air Pollution Measurement Systems. Volume III-Stationary Source Specific Methods. August 1977. U.S. Environmental Protection Agency. Research Triangle Park, NC. Publication No. EPA-600/4-77-027b. August 1977.
5. Margeson, J.H., et al. An Integrated Method for Determining NOx, Emissions at Nitric Acid Plants.

Libro de Metodologías  
Aprobadas

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

Manuscript submitted to Analytical Chemistry. April 1984.

**9.0 Bibliografía utilizada para la proposición del método.**

Method 7C. "Determination of Nitrogen Oxide Emissions from Stationary Sources - Alkoline Permouganate / Colorimetric Method". USEPA Code of Federal Regulations 40, pt. 60, app. A. Revised, july 1990.

Libro de Metodologías  
Aprobadas

Código : Método CH-7C  
Revisión: 1  
Fecha : Enero 1998  
Pagina : 19 de 18