



**INSTITUTO DE HIDROLOGIA, METEOROLOGIA Y ESTUDIOS
AMBIENTALES**
Subdirección de Estudios Ambientales

**MÉTODOS PARA LA EVALUACIÓN DE EMISIONES CONTAMINANTES EN
FUENTES FIJAS**

**METODO 12 - DETERMINACIÓN DE EMISIONES DE PLOMO INORGÁNICO DE FUENTES
ESTACIONARIAS.**

VERSIÓN No. 1.0

Fecha: Febrero de 2011

CORRESPONDENCIA: Este método es equivalente al Código Federal de Regulación (Code Federal of Regulations) CFR 40 parte 60 ANEXO A de los Estados Unidos de América.

Preparó: Mario F. Guerrero- IDEAM
Revisó: Carlos Rodríguez - MAVDT
Aprobó: Margarita Gutiérrez - IDEAM

CONTENIDO

1. ALCANCE Y APLICACIÓN	3
2. RESUMEN DEL MÉTODO	3
3. DEFINICIONES [RESERVADO]	3
4. INTERFERENCIAS	3
5. SEGURIDAD	3
6. EQUIPOS Y SUMINISTROS	4
7. REACTIVOS Y ESTÁNDARES	5
8. COLECCIÓN DE LA MUESTREA, PRESERVACIÓN, ALMACENAMIENTO Y TRANSPORTE.....	6
9. CONTROL DE CALIDAD	8
10. CALIBRACIÓN Y NORMALIZACIÓN	8
11. PROCEDIMIENTO ANALÍTICO	9
12. CÁLCULOS Y ANÁLISIS DE DATOS	10
13. DESEMPEÑO DEL MÉTODO.	12
14. PREVENCIÓN DE LA CONTAMINACIÓN [RESERVADO]	12
15. MANEJO DE RESIDUOS [RESERVADO]	12
16. PROCEDIMIENTOS ALTERNATIVOS.....	12
17. REFERENCIAS	13
18. TABLAS, DIAGRAMAS, CARTAS DE FLUJO, Y VALIDACIÓN DE DATOS.	14

Nota: Este método no incluye la totalidad de las especificaciones (por ejemplo, equipo y suministros) y procedimientos (por ejemplo, muestreo) esenciales para su desempeño. Algunos materiales son incorporados por referencia de otros métodos en este documento. Por lo tanto, para obtener resultados confiables, las personas que utilizan este método deben tener un amplio conocimiento de al menos los siguientes métodos de ensayo adicionales: Método 1, Método 2, Método 3 y Método 5.

1. ALCANCE Y APLICACIÓN

1.1 Analitos

<i>Analitos</i>	<i>Cas No.</i>	<i>sensibilidad</i>
Compuestos de plomo inorgánico como plomo (Pb)	7439-92-1	Ver sección 13.3

1.2 **Aplicabilidad.** Este método se aplica para determinar la emisión de plomo inorgánico (Pb) generado por fuentes fijas, solo como se especifica en la subparte de la regulación.

1.3 **Objetivos de la calidad de los datos.** El cumplimiento de los requisitos de este método mejora la calidad de los datos obtenidos de los métodos de muestreo de contaminantes atmosféricos.

2. RESUMEN DEL MÉTODO

2.1 Emisiones gaseosas y de partículas de Pb son retiradas isocinéticamente de la fuente y recogidas en un filtro y en ácido nítrico diluido. Las muestras recogidas son digeridas en una solución ácida y analizadas por medio de espectrofotometría de absorción atómica utilizando una llama de aire de acetileno.

3. DEFINICIONES [RESERVADO]

4. INTERFERENCIAS

4.1 Cobre. Altas concentraciones de cobre pueden interferir con el análisis de Pb en 217.0 nm. Esta interferencia puede ser evitada analizando las muestras en 283.3 nm.

4.2 Efectos de la matriz. El análisis de Pb por espectrofotometría de absorción atómica de llama es sensible a la composición química y las propiedades físicas (por ejemplo, la viscosidad, el pH) de la muestra. . El procedimiento de análisis requiere el uso del método estándar de adiciones para chequear estos efectos de la matriz, y requiere un análisis de la muestra utilizando el método estándar de adiciones si se encuentran significativos los efectos de matriz, para ser presentados presentes.

5. SEGURIDAD

5.1 **Cláusula de exención de responsabilidad.** Este método puede involucrar materiales peligrosos, operaciones y equipo. Este método de ensayo no aborda todos los problemas de seguridad asociados con su uso. Es responsabilidad del usuario establecer apropiadas prácticas de seguridad y salud y determinar la aplicabilidad de las limitaciones reglamentarias antes de realizar este método de ensayo.

5.2 **Reactivos corrosivos.** Los siguientes reactivos son peligrosos. Equipo de protección personal y procedimientos de seguridad son útiles en la prevención de las salpicaduras de productos químicos. Si

entra en contacto, lavar inmediatamente con abundante agua durante por lo menos 15 minutos. Quitar la ropa bajo la ducha y descontaminar. quemaduras con químicos residuales se deben tratar como quemaduras térmicas.

5.2.1 **Peróxido de Hidrógeno (H₂O₂).** Irritación de nariz, piel y pulmones.

5.2.2 **Ácido Nítrico (HNO₃).** Altamente corrosivo para los ojos, la piel, la nariz y los pulmones. Los vapores causan bronquitis, neumonía o edema de los pulmones. Reacción a la inhalación puede retrasarse hasta 30 horas y aún continuaría siendo fatal. Proporcione ventilación para limitar la exposición. Oxidante fuerte. Reacción peligrosa puede ocurrir con materiales orgánicos tales como solventes.

6. EQUIPOS Y SUMINISTROS

6.1 **Toma de Muestra.** Un esquema del tren de muestreo usado en el desempeño de este método es mostrado en la figura 12-1 en la sección 18.0; el cual es similar al sistema del Método 5. El sistema de muestreo consta de los siguientes componentes:

6.1.1 Boquilla de la sonda borosilicato o cuarzo, probeta borosilicato o cuarzo, tubo de pitot, manómetro de presión diferencial, porta filtro, sistema de calentamiento del filtro, sensor de temperatura, Barómetro, y equipo para determinar la densidad del gas. Igual al Método 5, Secciones 6.1.1.1 a 6.1.1.7, 6.1.1.9, 6.1.2 y 6.1.3, respectivamente.

6.1.2 Burbujeadores. Cuatro burbujeadores conectados en serie con empates a prueba de fugas ya sea de vidrio esmerilado o de otro material no contaminante. Para el primero, tercero y cuarto burbujeador, utilice el diseño Greenburg-Smith, modificándolo, reemplazando la punta con un tubo de vidrio de diámetro interior de 1.3 cm (1/2 pulg), extendiéndolo hasta aproximadamente 1.3 cm (1/2 pulg) del fondo del frasco. Para el segundo burbujeador utilice el diseño Greenburg-Smith con la punta estándar.

6.1.3 **Sensor de temperatura.** Emplee un sensor de temperatura capaz de medir temperaturas dentro de 1°C (2°F) en la salida del cuarto burbujeador para efectos del monitoreo.

6.2 **Recuperación de Muestras.** Los siguientes ítems son necesarios para recuperar la muestra:

6.2.1 Cepillos para probeta y la boquilla de la sonda, caja de Petri, probetas graduadas tipo (B) y/o balanza, recipientes plásticos para almacenamiento, embudo y guardia de caucho. Igual que el Método 5, Secciones 6.2.1 y 6.2.4 a 6.2.7, respectivamente.

6.2.2 **Frasco de lavado.** De polipropileno (2)

6.2.3 **Recipientes para almacenamiento de muestras.** Químicamente resistentes, botellas de vidrio de borosilicato, para el burbujeador de 0.1 N ácido nítrico (HNO₃) y las soluciones de lavado de sonda, 1000 ml. Utilice tapas de rosca que tengan un revestimiento ya sea de Teflón con caucho en la parte posterior o libre de fugas y resistente al ataque químico del 0.1 N HNO₃. (Se ha encontrado que los frascos de boca estrecha son menos propensos a presentar fugas).

6.2.4 **Embudo.** De vidrio, para ayudar en la recuperación de las muestras.

6.3 **Análisis de muestra.** Los siguientes ítems son necesarios para el análisis de la muestra:

6.3.1 **Espectrofotómetro** de absorción atómica. Con lámpara catódica de plomo y mechero para llama de aire/acetileno.

6.3.2 **Hornilla**

6.3.3 **Matraces Erlenmeyer.** De 125 ml, conicidad estándar 24/40.

6.3.4 **Filtros de membrana.** De mil poros SCWPO 4700 o equivalente.

6.3.5 **Aparato de filtración.** Unidad de filtración al vacío de mil poros, o equivalente, para ser utilizada con el filtro de membrana mencionado anteriormente.

6.3.6 **Matraces aforados.** 100 ml, 250 ml, y 1000 ml tipo A.

7. REACTIVOS Y ESTÁNDARES

Nota: A menos que se indique lo contrario todos los reactivos deben cumplir con las especificaciones establecidas por el Comité de Reactivos Analíticos de la Sociedad Química American (ACS grado reactivo) a menos que se indique lo contrario por parte de la autoridad ambiental. Si estas especificaciones no se encuentran disponibles se debe utilizar el mejor grado obtenible en el mercado.

7.1 **Colección de la muestra.** Los siguientes reactivos son necesarios para la colección de la muestra:

7.1.1 **Filtro.** Grado de espectro Gelman, Reeve Angel 934 AH, MSA 1106 BH, todos con porción de ensayo para Pb, u otros filtros de fibra de vidrio de alta pureza, sin sustancia aglutinante orgánica, mostrando una eficiencia de por lo menos 99.95 por ciento (permeabilización de <0.05 por ciento) en partículas de humo de 0.3 micrones de ftalato de dioctilo. Lleve a cabo la prueba de eficiencia del filtro utilizando el Método ASTM Normal D2986-71 o utilice datos de prueba del programa de control de calidad del proveedor.

7.1.2 Silica gel, Hielo Triturado, y Grasa para Llave de Cierre. Igual que el Método 5, Secciones 7.1.2, 7.1.4 y 7.1.5 respectivamente.

7.1.3 Agua, Destilada Desionizada, conforme a la especificación ASTM D1192-77 Tipo 3. Si no se espera que haya altas concentraciones de materia orgánica, el analista puede suprimir la prueba de permanganato de potasio para materia orgánica oxidable.

7.1.4 Ácido Nítrico, 0.1 N. Diluya 6.5 ml de HNO₃ a 1 litro de agua destilada desionizada. (Puede ser deseable dejar correr blancos antes de usar en campo para eliminar así un blanco alto en las muestras de evaluación.).

7.2 **Recuperación de la muestra.** 0.1 N HNO₃ (igual que en la sección 7.1.4 más arriba)

7.3 **Análisis de la muestra.** Los siguientes reactivos y estándares se necesitan para el análisis de la muestra:

7.3.1 **Agua.** Igual como en la sección 7.1.3

7.3.2 **Ácido Nítrico.** Concentrado

7.3.3 Ácido Nítrico, 50 por ciento (V/V). Diluya 500 ml de HNO₃ concentrado a 1 litro con agua

7.3.4 Solución stock estándar de plomo, 1000 µg Pb/ml. Disuelva 0.1598 g de nitrato de plomo [Pb(NO₃)₂] en aproximadamente 60 ml de agua, añada 2 ml de HNO₃ concentrado, y dilúyalo a 100 ml con agua.

7.3.5 **Estándares de trabajo de Plomo.** Pipetas con 0.0, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 y 5.0 ml de la solución stock estándar de plomo (sección 7.3.4) en Matraces aforados de 250 ml. Añada 5 ml de HNO₃ concentrado a cada matraz y diluya al volumen con agua. Estos estándares de trabajo contienen 0.0, 4.0, 8.0, 12.0, 16.0, y 20.0 µg Pb/ml, respectivamente. Preparar, cuando sea necesario, estándares adicionales a otras concentraciones de una manera similar.

7.3.6 **Aire.** De calidad adecuada para espectrofotometría de absorción atómica

- 7.3.7 **Acetileno.** De calidad adecuada para espectrofotometría de absorción atómica
- 7.3.8 **Peróxido de Hidrógeno, 3 % (V/V).** Diluya 10 ml de 30 por ciento de H₂O₂ a 100 ml con agua.

8. **COLECCIÓN DE LA MUESTREA, PRESERVACIÓN, ALMACENAMIENTO Y TRANSPORTE.**

- 8.1 **Preparación preliminar.** Siga el mismo procedimiento general dado en el Método 5, Sección 8.1, excepto que el filtro no tiene que ser pesado.
- 8.2 **Determinaciones Preliminares.** Siga el mismo procedimiento general dado en el Método 5, Sección 8.2.
- 8.3 **Preparación del tren de muestreo.** Siga el mismo procedimiento general dado en el Método 5, Sección 8.3, excepto que en este caso se debe poner 100 ml de solución 0.1 N HNO₃ (en lugar de agua) en cada uno de los dos primeros burbujeadores. Como en el Método 5, deje el tercer burbujeador vacío y transfiera aproximadamente 200 a 300 gr de sílice gel sílice previamente pesado, de su recipiente al cuarto burbujeador. Armar el tren como se muestra en la Figura 12-1
- 8.4 **Procedimiento para Chequeo de Fugas.** Igual como en el método 5, sección 8.4.
- 8.5 **Operación el tren de muestreo.** . Igual como en el método 5, sección 8.5.
- 8.6 **Cálculo del porcentaje del isocinéticos.** Igual como en el método 5, sección 8.6.
- 8.7 **Recuperación de Muestras.** Igual que el método 5, secciones 8.7.1 a 8.7.6.1., con adición de lo siguiente:
- 8.7.1 Contenedor No. 2 (sonda)
- 8.7.1.1 Teniendo cuidado que el polvo en la parte exterior de la sonda o de las otras superficies exteriores no entre en la muestra, cuantitativamente recupere la sustancia de muestra o cualquier condensado de la boquilla de la sonda, del empate de la sonda, probeta de la sonda, y mitad frontal del portafiltro, lavando estos componentes con 0.1 N HNO₃ y poniendo el enjuague utilizado en un recipiente de vidrio para almacenamiento de muestras. Mida y registre (al 2-ml más cercano) la cantidad total de 0.1 N HNO₃ utilizada para cada enjuague. Realice los enjuagues con 0.1 N HNO₃ de la siguiente manera:
- 8.7.1.2 Cuidadosamente retire la boquilla de la sonda y enjuague las superficies interiores con un frasco lavador que contiene 0.1 N HNO₃ mientras cepilla con un cepillo de acero inoxidable con cerdas de nylon. Cepille hasta que el enjuague de 0.1 N HNO₃ no muestre partículas visibles, luego haga un enjuague final a la superficie interior.
- 8.7.1.3 Cepille y enjuague con 0.1 N HNO₃ las partes internas del empate de una manera similar, hasta que no queden partículas visibles.
- 8.7.1.4 Enjuague la probeta de la sonda con 0.1 N HNO₃. Mientras rota la sonda de manera que todas las partes interiores sean enjuagadas con 0.1 N HNO₃, incliné la sonda y rocíe 0.1 N HNO₃ en el extremo superior. Permita que el 0.1 N HNO₃ drene del extremo inferior al recipiente de muestras. La persona que lleva a cabo la prueba puede utilizar un embudo de vidrio para ayudar a trasladar los líquidos de enjuague al recipiente. Siga el enjuague con un cepillo de sonda. Sostenga la sonda en una posición inclinada, rocíe 0.1 N HNO₃ en el extremo superior de la sonda al tiempo en que el cepillo de sonda está siendo empujado con una acción circular a través de la sonda; sostenga el recipiente de muestras debajo del extremo inferior de la sonda para capturar la sustancia de prueba o el enjuague de 0.1 N HNO₃ que vaya saliendo de la sonda. Pase el cepillo por la sonda tres veces o más, hasta que no haya rastro de sustancia de prueba siendo arrastrada por el 0.1 N HNO₃ o en el probeta de la sonda. Con sondas de acero

inoxidable u otros materiales metálicos, pase el cepillo por lo menos seis veces en la manera descrita anteriormente, ya que las sondas metálicas tienen ranuras pequeñas donde pueden quedar atrapados residuos de la sustancia de prueba. Enjuague el cepillo con 0.1 N HNO₃ y cuantitativamente recoja estos enjuagues en el recipiente de las muestras. Después del cepillado, lleve a cabo un enjuague final a la sonda de la manera descrita anteriormente.

8.7.1.5 Se recomienda que dos personas limpien la sonda para minimizar la pérdida de muestra. Entre corrida y corrida de muestras, mantenga los cepillos limpios y protegidos de contaminación.

8.7.1.6 Después de asegurarse que todas las uniones estén limpias de grasa de silicona, cepille y enjuague con 0.1 N HNO₃ el interior de la parte frontal del porta filtro. Cepille y enjuague cada superficie tres veces o más, si es necesario, para remover residuos de la sustancia de muestra. Haga un enjuague final al cepillo y al porta filtro. Después que todos los lavados con 0.1 N HNO₃ y la sustancia de muestra sean recogidos en el recipiente de muestras, apriete la tapa del recipiente para que el líquido no se filtre cuando sea transportado al laboratorio. Marque el nivel de altura del líquido para determinar si se presentó alguna filtración durante el transporte. Ponga una etiqueta en el recipiente para identificar claramente su contenido.

8.7.2 **Recipiente No. 3 (Silica Gel).** Verifique el color de la silica gel indicado para determinar si ha sido consumido en su totalidad y haga una anotación acerca de su condición. Traslade la silica gel del cuarto burbujeador al recipiente original y séllelo. La persona que lleve a cabo la prueba puede utilizar un embudo y un guardia de caucho para remover la silica gel del burbujeador. No es necesario remover la pequeña cantidad de partículas que se pueden adherir a las paredes y que son difíciles de remover. Debido a que la ganancia en peso se va a utilizar en los cálculos de humedad, no utilice agua u otra sustancia líquida para transferir la silica gel. Si tiene disponible una balanza en el campo, se puede seguir el procedimiento para recipiente No. 3 en la Sección 11.4.2.

8.7.3 **Recipiente No. 4 (burbujeadores).** Debido a la gran cantidad de líquido involucrado, la persona que esta llevando a cabo la prueba puede poner las soluciones de los burbujeadores en varios recipientes. Limpie cada uno de los tres primeros burbujeadores y cristalería que los conecta de la siguiente manera:

8.7.3.1 Limpie la grasa de silicona de las articulaciones de rótula de los burbujeadores y tape las articulaciones.

8.7.3.2 Rote y agite cada burbujeador, para que su contenido pueda servir como solución de enjuague.

8.7.3.3 Trasfiera el contenido de los burbujeadores a una probeta graduada de 500 ml (clase B). Quite el tapón de la rotula del brazo de salida y drene los contenidos por esa abertura. No separe las partes del burbujeador (tubos internos y externos) cuando esté trasladando sus contenidos a la probeta. Mida el volumen del líquido hasta dentro de ± 2 ml. Alternativamente determine el peso del líquido hasta dentro de 0.5 g. Registre en el formato de campo el volumen o peso del líquido presente, así mismo haga anotaciones referentes a color o película observada en la recuperación de la sustancia del burbujeador. El volumen del líquido se necesita, al igual que los datos sobre la silica gel para calcular el contenido de humedad de gas en la chimenea. (ver Método 5, Figura 5-6).

8.7.3.4 Trasfiera el contenido al recipiente No. 4.

Nota: En la secciones 8.7.3.5 y 8.7.3.6, mida y registre la cantidad total de 0.1 N HNO₃ empleada para el lavado

8.7.3.5 Vierta aproximadamente 30 ml de 0.1 N HNO₃ en cada uno de los primeros tres burbujeadores y agítelos. Drene el 0.1 N HNO₃ por el brazo de salida de cada burbujeador y desocúpelo en el recipiente No. 4. Repita esta operación una segunda vez; inspeccione los burbujeadores para detectar cualquier condición fuera de lo normal.

8.7.3.6 Limpie las articulaciones de rótula de la cristalería que conecta los burbujeadores dejándolas libres de grasa de silicona, y enjuague cada pieza de cristal dos veces con 0.1 N HNO₃; transfiera el enjuague al recipiente No. 4. (No enjuague ni cepille el soporte del filtro de vidrio). Marque la altura del nivel del líquido para determinar si se presentó alguna fuga durante el transporte. Marque el recipiente para identificar claramente su contenido.

8.8 Blancos.

8.8.1 **Ácido Nítrico.** Guarde 200 ml 0.1 N HNO₃ del utilizado para el muestreo y limpieza y utilice como blanco. Tome la solución directamente de la botella que se está utilizando y deposítelo en un recipiente de vidrio para muestras marcado "blanco de 0.1 N HNO₃".

8.8.2 Filtro. Guarde dos (2) filtros de cada lote de filtros usados en el muestreo. Coloque estos filtros en el contenedor marcado "blanco filtro".

9. CONTROL DE CALIDAD

9.1 Varias Medidas de Control de Calidad.

Sección	Mediciones de control de calidad	Efecto
8.4, 10.1	Chequeo de fugas del equipo de muestreo y calibración.	Asegurar la exactitud y presión de las mediciones de muestreo
10.2	Calibración del Espectrofotómetro.	Asegurar la linealidad de la respuesta del espectrofotómetro para los estándares
11.5	Cheque los efectos de matriz	Elimine los efectos de matriz

9.2 Chequeos del sistema de medición de volumen. Igual que el Método 5, Sección 9.2.

10. CALIBRACIÓN Y NORMALIZACIÓN

10.1 **NOTA:** Mantener un formato de todas las calibraciones.

10.2 **Equipo de muestro.** Igual que el Método 5 sección 10.

10.3 Espectrofotómetro.

10.3.1 Mida la absorbancia de las soluciones estándar usando la configuración del instrumento recomendado por el fabricante del espectrofotómetro. Repita hasta que los resultados de dos pruebas consecutivas concuerden en (± 3 por ciento). Trace la absorbancia (eje y) versus la concentración en $\mu\text{g Pb/ml}$ (eje x). Dibujar o calcular una línea recta a través de la parte lineal de la curva. No force la curva de calibración para que pase por cero, pero si la curva no atraviesa el origen o se acerca a él por lo menos en ± 0.003 unidades de absorción, verifique la correcta preparación de los estándares y la curvatura de la curva de calibración.

10.3.2 Para determinar la estabilidad de la curva de calibración, realice un blanco y uno estándar después de cada cinco muestras y vuelva a calibrar si es necesario.

11. PROCEDIMIENTO ANALÍTICO

11.1 **Chequeo de pérdida de muestra.** Antes del análisis, cheque el nivel del líquido en los contenedores 2 y N4. Registre en la hoja de datos analíticos fugas ocurridas durante el transporte. Si se produjo fuga de una cantidad notable, invalide la muestra o bien adopte medidas, sujetas a la aprobación de la Autoridad Ambiental, para ajustar los resultados finales.

11.2 Preparación de la muestras

11.2.1 Recipiente No. 1 (Filtro). Corte el filtro en tiras y transfiera todas las tiras y pérdidas de partículas a un Erlenmeyer de 125 ml. Para asegurar un traslado cuantitativo, enjuague la caja de Petri con 10 ml de 50 por ciento de HNO_3 y viértalo en el matraz.

Nota: Si se espera que el volumen total requerido en la Sección 11.2.3 exceda 80 ml. use un Erlenmeyer de 250 ml en lugar de un matraz de 125 ml.

11.2.2 Recipientes. 2 y 4 (Sonda y burbujeadores). Combine el contenido de los recipientes No. 2 y No. 4 y evapore para secarlos en una hornilla.

11.2.3 Extracción de muestras para el plomo

11.2.3.1 Basado en la concentración aproximada de partículas de gas de chimenea y el volumen total muestreado de gas de la chimenea, calcule el peso total de la muestra de partículas recogidas. Luego, transfiera el residuo de los recipientes No. 2 y No. 4 al Erlenmeyer de 125 ml que contiene el filtro usado en el muestreo, con un guardián de caucho y 10 ml de HNO_3 al 50 por ciento por cada 100 mg de muestra recogido en el tren, o un mínimo de 30 ml de HNO_3 al 50 por ciento, cualquiera que sea mayor.

11.2.3.2 Coloque el matraz Erlenmeyer en una hornilla y agitando periódicamente, caliente durante 30 minutos a una temperatura por debajo de la de ebullición. Si el volumen de la muestra disminuye por debajo de 15 ml, añada más HNO_3 al 50 por ciento. Agregue 10 ml de H_2O_2 al 3 por ciento y continúe calentando durante 10 minutos. Agregue 50 ml de agua destilada desionizada caliente (80°C , 176°F) y caliente durante 20 minutos. Retire el matraz de la hornilla y deje enfriar. Filtre la muestra con un filtro de membrana Millipore o su equivalente y transfiera el filtrado a un matraz volumétrico de 250 ml. Diluya a volumen con agua

11.2.4 Blanco de Filtro. Corte cada filtro en tiras y póngalos por separado en un matraz Erlenmeyer de 125 ml. Agregue 15 ml de HNO_3 al 50 por ciento y trátelo como se describe en la Sección 11.2.3 utilizando 10 ml de H_2O_2 al 3 por ciento y 50 ml de agua caliente. Filtre y diluya con agua hasta tener un volumen total de 100 ml.

11.2.5 Blanco de Ácido Nítrico, 0.1 N HNO_3 . Tome la totalidad de los 200 ml de 0.1 N de HNO_3 y proceda a secarlos en un baño al vapor, agregue 15 ml de HNO_3 al 50 por ciento y trátelo como se describe en la sección 11.2.3 utilizando 10 ml de H_2O_2 al 3 por ciento y 50 ml de agua caliente. Diluya con agua hasta obtener un volumen total de 100 ml.

11.3 **Preparación del espectrofotómetro.** Encienda, establezca la longitud de onda, ancho de la ranura, y corriente de la lámpara; y ajuste el corrector de fondo tal como se indica en el manual del fabricante para el espectrofotómetro de absorción atómica en particular. Ajuste las características del quemador y la llama en caso necesario.

11.4 Análisis

11.4.1 Determinación del Plomo. Calibre el espectrofotómetro como se describe en la Sección 10.2 y determine la absorbancia para cada muestra de la fuente, el blanco de filtro y el blanco de 0.1 N HNO_3 . Analice tres veces cada muestra de la siguiente manera: realizar diluciones apropiadas, según sea necesario, para que todas las concentraciones de Pb de todas las muestras lleguen al rango lineal de absorbancia del espectrofotómetro. No se dan aquí instrucciones detalladas de operación, debido a que los instrumentos varían entre los fabricantes. En cambio, las instrucciones suministradas con el instrumento en particular se deben seguir. Si la concentración de Pb en una muestra está en el extremo inferior de la curva

de calibración y se requiere de alta confiabilidad, la muestra se puede secar utilizando una hornilla y el residuo se puede entonces diluir en un volumen de agua adecuado para que entre en un rango óptimo de la curva de calibración.

11.4.2 Recipiente No. 3 (silica gel). Este paso puede llevarse a cabo en el campo. Pesar la silica gel gastada (o silica gel más burbujeador) hasta el 0.5 g más cercano; registre este peso.

11.5 **Chequee los efectos de matriz en los resultados de Plomo.** Use el método de adiciones estándar de la siguiente manera para ver al menos una muestra de cada fuente para efectos de la matriz en los resultados de Pb.

11.5.1 Adicione un pico igual al volumen de solución estándar a una alícuota de la solución de la muestra.

11.5.2 Medir la absorbancia de la solución resultante y la absorción de una parte alícuota de la muestra no cargada.

11.5.3 Calcular la concentración de Pb, C_m en $\mu\text{g/ml}$ de la solución de la muestra utilizando la ecuación 12-1 en la Sección 12.5.

11.5.4 Correcciones de volumen no serán necesarias si las soluciones, según el análisis se han hecho con el mismo volumen final. Por lo tanto, C_m y C_a representan la concentración de plomo antes de diluciones.

Los procedimientos del Método de Adición de Estándares se describen las páginas 9-4 y 9-5 de la sección titulada "Información General" del Manual de Espectrofotometría de Absorción Atómica Perkin Elmer Corporation, el número 303-0152 (referencia 1 en la sección 17.0) también pueden ser usado. En cualquier caso, si los resultados del procedimiento del Método de Adición de Estándares usados en el muestreo de una fuente simple no está de acuerdo con una tolerancia de ± 5 por ciento del valor obtenido por el análisis de absorción atómica de rutina, a continuación, volver a analizar todas las muestras de la fuente utilizando el procedimiento del Método de Adiciones de Estándares.

12. CÁLCULOS Y ANÁLISIS DE DATOS

12.1 Nomenclatura:

A_m : Absorbancia de la solución de la muestra

A_n : Área transversal de la boquilla, m^2

A_t : Absorbancia de la solución de la muestra enriquecida

B_{ws} : Vapor de agua en la corriente de gas, proporción por volumen

C_a : concentración de plomo en la solución estándar $\mu\text{g/ml}$.

C_m : concentración de plomo en la solución de la muestra analizada para chequear los efectos de matriz

C_s : concentración de plomo en el gas de chimenea, en base seca, convertido a condiciones estándar mg/dscm (gr/dscf).

I : Porcentaje de muestra isocinética

L_i : Tasa de fugas individual observada durante el chequeo de fugas realizado antes del cambio de componentes, m^3/min (ft^3/min)

L_a : Tasa máxima de fuga aceptable, ya sea para un pre-test de chequeo de fugas o por un chequeo de fuga después de un cambio de componentes, igual a $0,00057 \text{ m}^3/\text{min}$ ($0,020 \text{ cfm}$) o un 4 por ciento del promedio de la tasa de muestreo lo que sea menor.

L_i : Tasa de fugas individual observada durante el chequeo de fugas realizado antes del cambio componentes "ith" ($i = 1, 2, 3 \dots n$), m^3/min (ft^3/min)

- L_p : Tasa de fuga observada durante chuequeo de fugas posterior a la prueba, m^3/min (ft^3/min)
- M_t : masa total de plomo colectada en la muestra, μg
- M_w : Peso molecular del agua, 18,0 g/g-mol (18,0 lb/ lb-mol).
- P_{bar} : presión barométrica del sitio de muestreo, mm Hg (pulg Hg).
- P_s : Presión absoluta del gas en chimenea, mm Hg (pulg Hg).
- P_{std} : Presión absoluta estándar, 760 mm Hg. (29,92 pulg Hg).
- R: Constante del gas ideal, 0.06236 (mm Hg)(m^3) / (g-mol) ($^{\circ}K$) para unidades métricas y 21,85 (pulg Hg) (ft^3) / (lb-mol) ($^{\circ}R$) para unidades inglesas.
- T_m : Temperatura absoluta promedio del medidor de gas seco (ver figura 5-3 del Método 5), $^{\circ}K$ ($^{\circ}R$).
- T_{std} : Temperatura absoluta estándar. 293 $^{\circ}K$ (528 $^{\circ}R$).
- V_s : velocidad del gas en chimenea, m/sec (ft/sec)
- V_m : Volumen de gas seco medido por el medidor de gas seco, en base seca, dcm (dcf).
- $V_{m(std)}$: Volumen de gas seco medido por el medidor de gas seco, corregido a condiciones estándar, dscm (dscf).
- $V_{w(std)}$: Volumen del vapor de agua colectado en el tren muestreo, corregido a condiciones estándar. scm (scf)
- Y: Factor de calibración del medidor de gas seco.
- ΔH : Promedio de presión diferencial a través del medidor de orificio (ver Figura 5.3 del método 5), mm H₂O (pul.H₂O)
- θ : Tiempo total de muestreo, min
- θ_i : Intervalo de tiempo de muestreo, desde el principio de una prueba hasta el primer cambio de componentes, min
- θ_j : Intervalo de tiempo de muestreo, entre dos cambios de componentes sucesivos, comenzando con el intervalo entre el primer y el segundo cambio, min
- θ_p : Intervalo de tiempo de muestreo, desde el cambio final de componente (n^{th} hasta el final de la prueba de muestreo, min
- ρ_w : Densidad del agua, 0.9982 g/ml (0.002201 lb/ml).
- 12.2 Promedio de temperaturas del medidor de gas seco (T_m) y promedio de caída de presión del orificio (ΔH) ver hoja de datos (figura 5.3 del método 5).
- 12.3 Volumen de gas seco, volumen de vapor de agua, y contenido de humedad. Usando los datos obtenidos de la evaluación, calcule $V_{m(std)}$, $V_{w(std)}$, y B_{ws} de acuerdo con los procedimientos descritos en el método 5, secciones 12.3 a 12.5.
- 12.4 Total de Plomo en la muestra de la fuente. Corrija el promedio de absorbancia de la muestra de cada fuente para la contribución del blanco de filtro y el de la solución 0.1 N HNO₃. Utilice la curva de calibración y esta absorbancia corregida para determinar la concentración de Pb en esta muestra aspirada en el espectrofotómetro. Calcule el contenido total de Pb m_t (en μg) en la muestra original de la fuente; haga las correcciones necesarias de acuerdo al número de veces

que se diluyó para llevar la concentración de Pb de la muestra hasta el rango lineal del espectrofotómetro.

- 12.5 Concentración de Plomo de la muestra. Calcule la concentración de Pb en la muestra de la usando la siguiente ecuación:

$$C_m = C_a \frac{A_m}{A_t - A_m} \quad \text{Ecuación 12-1.}$$

- 12.6 Concentración de Plomo. Calcule la concentración de Pb en el gas de la chimenea C_s usando la ecuación 12-2:

$$C_s = K_3 \frac{m_t}{V_{m(\text{std})}} \quad \text{Ecuación 12-2..}$$

En donde:

- K_3 = 0.001 mg/ μ g para unidades métricas
= 1.54×10^{-5} gr/ μ g para unidades Inglesas

- 12.7 La velocidad del gas en chimenea y la tasa de flujo volumétrica. Para calcular la velocidad promedio del gas de la chimenea y la tasa de flujo volumétrica, utilice los datos obtenidos en este método y la ecuación en la sección 12.2 y 12.3 del Método 2.
- 12.8 Variación Isocinética. Igual al Método 5, Sección 12.11.

13. DESEMPEÑO DEL MÉTODO.

13.1 **Precisión.** La precisión dentro del laboratorio, medida por el coeficiente de rangos de variación del 0.2 al 9.5 por ciento relativo a la concentración promedio de cada corrida. Estos valores se basaron en pruebas llevadas a cabo en una fundición de acero, una fábrica de baterías a base de plomo, una fundición secundaria de plomo, y un horno recuperador de plomo en una planta productora de plomo alcalino. La concentración encontrada durante estas pruebas fluctuó entre 0.61 y 123.3 mg Pb/m³.

13.2 **Rango analítico.** Para una precisión analítica mínima de ± 10 por ciento, el límite inferior del rango es 100 μ g. El límite superior puede ser extendido considerablemente por medio de dilución.

13.3 **Sensibilidad Analítica.** Sensibilidades típicas para un cambio en absorción del 1 por ciento (0.0044 unidades de absorbancia) son de 0.2 y 0.5 μ g Pb/ml para las líneas nm 217.0 y 283.3 respectivamente.

14. PREVENCIÓN DE LA CONTAMINACIÓN [RESERVADO]

15. MANEJO DE RESIDUOS [RESERVADO]

16. PROCEDIMIENTOS ALTERNATIVOS

16.1 Determinación Simultánea de partículas y emisiones de Plomo. Se puede utilizar el Método 5 para determinar el Pb simultáneamente, siempre y cuando (1) se utilice acetona para remover las

partículas que se encuentren en la sonda y en el interior del portafiltro, tal y como lo especifica el Método 5. (2) Se utilice 0.1 N HNO₃ en los burbujeadores, (3) se utilice un filtro de fibra de vidrio con una cantidad baja de plomo, y (4) se maneje y analice el Pb del sistema de muestreo en su totalidad, incluyendo los burbujeadores, tal y como lo describe la Sección 8.0 y 11.0 de este método.

16.2 Ubicación del Filtro. Se puede utilizar un filtro entre los burbujeadores tres y cuatro, siempre y cuando sea incluido en el análisis de Pb.

16.3 Filtro en la Chimenea. Se puede utilizar un filtro en la chimenea, siempre y cuando (1) se utilice una probeta en vidrio y por lo menos dos burbujeadores que contengan 100 ml de 0.1 N HNO₃ después del filtro de la chimenea y (2) se recupere y se analice el contenido de Pb en el material de la sonda y los burbujeadores. Recuperar la muestra de la boquilla con acetona si se va a realizar un análisis partículas.

17. REFERENCIAS

Igual que el método 5, sección 17.0. Referencias 2, 3, 4, 5, y 7, con adición de lo siguiente:

1. Perkin Elmer Corporation. Analytical Methods for Atomic Absorption Spectrophotometry. Norwalk, Connecticut. September 1976.
2. American Society for Testing and Materials. Annual Book of ASTM Standards, Part 31: Water, Atmospheric Analysis. Philadelphia, PA 1974. p. 40-42.
3. Kelin, R., and C. Hach. Standard Additions—Uses and Limitations in Spectrophotometric Analysis. Amer. Lab. 9:21-27. 1977.
4. Mitchell, W.J., and M.R. Midgett. Determining Inorganic and Alkyl Lead Emissions from Stationary Sources. U.S. Environmental Protection Agency. Emission Monitoring and Support Laboratory. Research Triangle Park, NC. (Presented at National APCA Meeting, Houston. June 26, 1978).

18. TABLAS, DIAGRAMAS, CARTAS DE FLUJO, Y VALIDACIÓN DE DATOS.

Figura 12-1. Tren de muestreo plomo inorgánico.

