



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

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

**MÉTODO 3 - ANÁLISIS DE GASES PARA LA DETERMINACIÓN DEL PESO MOLECULAR
BASE SECA**

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 METODO	3
3. DEFINICIONES. [RESERVADO]	3
4. INTERFERENCIAS	4
5. SEGURIDAD	4
6. EQUIPOS Y SUMINISTROS	4
7. REACTIVOS Y ESTÁNDARES	5
8. RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN, ALMACENAMIENTO Y TRANSPORTE.....	5
9. CONTROL DE CALIDAD.	6
10. CALIBRACIÓN Y ESTANDARIZACIÓN.	7
11. PROCEDIMIENTO.....	7
12. ANÁLISIS Y CÁLCULOS.....	8
13. MÉTODO DE EJECUCIÓN. [RESERVADO].....	8
14. PREVENCIÓN DE LA CONTAMINACIÓN [RESERVADO]	9
15. MANEJO DE RESIDUOS [RESERVADO]	9
16. REFERENCIAS	9
17. TABLAS, DIAGRAMAS, CARTAS DE FLUJO, Y VALIDACIÓN DE DATOS.	9

Nota: Este método no incluye la totalidad de las especificaciones (por ejemplo, equipo y suministros) y los procedimientos (por ejemplo, muestreo y análisis) esenciales para su desempeño. Algunos materiales son incorporados por referencia de otros métodos en este código. 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.

1. ALCANCE Y APLICACIÓN

1.1. Analitos

<i>Analitos</i>	<i>Cas No.</i>	<i>Sensibilidad</i>
Oxígeno (O ₂)	7782-44-7	2.000 ppmv
Nitrógeno (N ₂)	7727-37-9	N/A
Dióxido de Carbono (CO ₂)	124-38-9	2.000 ppmv
Monóxido de Carbono (CO)	630-08-0	N/A

1.2. Aplicabilidad. Este método es aplicable para la determinación de concentraciones de CO₂ y O₂ y el peso molecular base seca de una muestra de una corriente de gas proveniente de la combustión de combustibles fósiles u otros procesos.

1.3. Otros métodos, así como modificaciones al procedimiento descrito, son también aplicables para todas las determinaciones anteriores. Ejemplos de métodos específicos y modificaciones incluyen: (1) un método de muestreo multipunto usando un analizador Orsat para analizar las muestras obtenidas en cada punto; (2) un método para medir O₂ o CO₂ y usar cálculos estequiométricos para determinar el peso molecular con base seca; y (3) asignar un valor de 30 al peso molecular base seca, en lugar de mediciones reales, para procesos que quemen gas natural, carbón o aceite. Estos métodos y modificaciones pueden ser utilizados, pero están sujetos a la aprobación de la autoridad ambiental. El método puede ser aplicable también a otros procesos donde se haya determinado que los compuestos diferentes a CO₂, O₂, CO y N₂ no se presentan en concentraciones suficientes para afectar los resultados.

1.4. **Objetivos de Calidad de datos.** El cumplimiento de los requerimientos de este método aumentará la calidad de los datos obtenidos en los métodos de medición de contaminantes atmosféricos.

2. RESUMEN DEL METODO

2.1. Una muestra es extraída de la chimenea, por medio de uno de los siguientes métodos: (1) Un solo punto, muestreo puntual, (2) Un solo punto, muestreo Integrado ó (3) Multipunto, Muestro Integrado. La muestra del gas es analizada para determinar porcentaje de CO₂ y de O₂. Para la determinación del peso molecular seco, se pueden utilizar los equipos Orsat ó Fyrite.

3. DEFINICIONES. [RESERVADO]

4. INTERFERENCIAS

4.1. Existen algunos compuestos que pueden generar interferencia, variando los resultados, cuando se utilizan los analizadores Orsat ó Fyrite. Los compuestos que interfieren con la medición de CO₂ incluye algunos gases ácidos (por ejemplo., Dióxido de Azufre y Cloruro de Hidrógeno). Para el caso del O₂ los compuestos que interfieren incluyen Hidrocarburos no Saturados como Acetona, Acetileno, Oxido Nitroso y Amonio. El amonio reacciona químicamente con la solución absorbente de O₂, y cuando está presente en la corriente de gas efluente debe ser removido antes del análisis.

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 primero para realizar este método de ensayo.

5.2. Agentes Corrosivos.

5.3. Un analizador Orsat requiere cuatro reactivos: Una solución de confinación del gas, Absorbente de CO₂, absorbente de O₂, y absorbente de CO. Estos reactivos pueden contener Hidróxido de Potasio, Hidróxido de Sodio, Cloruro de Cobre, Sulfato de Cobre, Acido Pirogalico Alcalino y / ó Cloruro de Cromo.

5.4. El analizador Fyrite contiene cloruro de zinc, ácido clorhídrico, hidróxido de potasio y cloruro de cromo. Es necesario observar las instrucciones de uso y riesgos asociados con cada una de las sustancias utilizadas.

6. EQUIPOS Y SUMINISTROS

Nota: Como alternativa para los aparatos de muestreo y los sistemas descritos en este método, se pueden utilizar otros equipos (por ejemplo., desplazamiento de líquido) siempre y cuando estos garanticen que se mantiene un flujo de muestreo constante y que son capaces de arrojar resultados confiables y aceptables. Estos sistemas estarán sujetos a la aprobación por parte de la autoridad ambiental.

6.1. Muestreo simple. (ver figura 3-1)

6.1.1. Sonda de muestreo. Material en acero inoxidable o vidrio borosilicato equipado con un filtro dentro o fuera de la chimenea para remover el material particulado (un tapón de lana de vidrio es suficiente para este propósito). Se pueden usar otros materiales en la sonda, pero que sean inertes al O₂, CO₂, CO y N₂ y resistentes a la temperatura en las condiciones de muestreo. Los ejemplos de estos materiales son aluminio, cobre, vidrio de cuarzo y teflón.

6.1.2. Bomba. Una pera de extracción de una vía, o equivalente para transportar la muestra de gas al analizador.

6.2. Muestreo integrado. (Figura 3-2)

6.2.1. Sonda de muestreo. La misma de la sección 6.1.1

6.2.2. Condensador. Un condensador enfriado con agua o aire, u otro condensador que no sea superior a 250 ml que no remueva el O₂, CO₂, CO o N₂, para retirar el exceso de humedad que pudiera interferir con el funcionamiento de la bomba y el medidor de flujo.

- 6.2.3. Válvula. Una válvula de aguja para ajustar la tasa de flujo del gas
- 6.2.4. Bomba. Libre de fugas, bomba de diafragma, o equivalente para transportar la muestra de gas a una bolsa flexible. Se debe instalar un pequeño tanque de alivio entre la bomba y el medidor de flujo para eliminar el efecto de pulsación de la bomba de diafragma sobre el rotámetro
- 6.2.5. Medidor de Flujo. Un rotámetro o medidor de flujo equivalente, capaz de medir tasas de flujo dentro del 2 por ciento de la tasa de flujo seleccionada. Se sugiere un rango de succión entre 500 a 1000 cc/min.
- 6.2.6. Bolsa Flexible. Cualquier bolsa de plástico libre de fugas (ejemplo, Tedlar, Mylar, Teflón) o plástico cubierto de aluminio (ejemplo Mylar aluminizado) o equivalente, que tenga una capacidad consistente con la tasa de flujo seleccionada y el tiempo de duración de la corrida del análisis. Se sugiere una capacidad en el rango de 55 a 90 litros (1.9 a 3.2 ft³). Para probar que la bolsa no tenga fugas conéctela a un manómetro de agua y presurice la bolsa entre 5 a 10 cm de H₂O (2 a 4 pulgadas de H₂O). Deje reposar por 10 minutos. Cualquier desplazamiento en el manómetro de agua indicará una fuga. Un método alternativo de verificación de fugas es de presurizar la bolsa de 5 a 10 cm H₂O (2 a 4 pulg de H₂O) y dejar reposar una noche. Una bolsa desinflada indica una fuga.
- 6.2.7. Medidor de Presión. Un manómetro de agua en U, u otro equivalente, de alrededor de 30 cm (12 pulgadas.), para el chequeo de fugas de la bolsa flexible
- 6.2.8. Medidor de Vacío. Un manómetro de mercurio, u otro equivalente de al menos 760 mm (30 pulgadas) Hg, para el chequeo de fugas del tren de muestreo
- 6.2.9. Análisis. Un analizador de gases de combustión tipo Orsat o. Fyrite.

7. REACTIVOS Y ESTÁNDARES

- 7.1. Reactivos. Según lo especificado por el fabricante del analizador combustión tipo Orsat o Fyrite.
- 7.2. Estándares: Dos mezclas de gases estándar, trazables al National Institute of Standards and Technology (NIST) standards, que se utilizará en la auditoría de la exactitud del analizador y la técnica del operador del analizador:
- 7.2.1. Un cilindro que contenga de 2 a 4 % de O₂ y 14 a 18 % de CO₂
- 7.2.2. Un cilindro que contenga de 2 a 4 % de O₂ y alrededor de 15 % de CO₂.

8. RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN, ALMACENAMIENTO Y TRANSPORTE.

- 8.1. Único punto, procedimiento de muestreo puntual.
- 8.1.1. El punto de muestreo en el ducto debe estar o en el centroide del área transversal o en un punto a no menos de 1.0 m (3.3 ft) de las paredes, a menos que se especifique otra cosa por parte de la autoridad ambiental.
- 8.1.2. Se debe configurar el tren de muestreo como lo indica la Figura 3.1, asegurándose que todas las conexiones delante del analizador estén ajustadas. Si se utiliza un analizador Orsat, se recomienda realizar una prueba de fugas siguiendo el procedimiento de la sección 11.5; sin embargo, esta prueba es opcional.
- 8.1.3. Se debe ubicar la sonda en la chimenea, con la punta de la sonda posicionada en el punto de muestreo. Se debe purgar la línea de muestreo lo suficiente como para permitir cinco intercambios. Se debe tomar una muestra y llevarla al analizador y analizarla inmediatamente para determinar el porcentaje de CO₂ y el porcentaje de O₂ de acuerdo con la sección 11.2.
- 8.2. Único punto, procedimiento de muestreo integrado.

8.2.1. El punto de muestreo en el ducto debe estar localizado como en el procedimiento anterior sección

8.2.2. Se debe realizar prueba de fugas (opcional) a la bolsa flexible como en la sección 6.2.6. Se debe configurar el tren de muestreo como lo indica la Figura 3-2. Justo antes de realizar el muestreo, realice una prueba de fugas (opcional) al tren de muestreo, colocando un manómetro de vacío en la entrada del condensador, generando un vacío de al menos 250 mm Hg (10 pulgadas de Hg), taponando la salida al desconectar rápidamente y apagando la bomba posteriormente. El vacío debe permanecer estable por al menos medio (0.5) minuto. Luego se debe evacuar la bolsa flexible. Se debe conectar la sonda y ubicar en la chimenea, con la punta de la sonda posicionada en el punto de muestreo. Se debe purgar la línea de muestreo, posteriormente, se debe conectar la bolsa y asegurarse que todas las conexiones estén ajustadas.

8.2.3. Recolección de la muestra: Se debe muestrear a flujo constante ($\pm 10\%$). El muestreo debe ser simultáneo y durante el mismo tiempo que la determinación del flujo de la emisión del contaminante. Se recomienda una recolección de al menos 28 litros (1 ft³) de gas de muestra; sin embargo, volúmenes inferiores se pueden recolectar, si desea.

8.2.4. Se debe obtener una muestra de gas integrado durante cada determinación del flujo de la emisión del contaminante. Dentro de las ocho horas posteriores a la toma de la muestra, se debe analizar para encontrar el porcentaje de CO₂ y O₂ usando un analizador Orsat o un analizador de gas de combustión tipo Fyrite de acuerdo a la sección 11.3.

Nota Se debe tener en cuenta que cuando se use un analizador Orsat, se deben tomar lecturas periódicas de Fyrite para verificar y confirmar los resultados obtenidos con el Orsat.

8.3. Múltiples puntos, procedimiento de muestreo integrado.

8.3.1. A menos que se especifique lo contrario por parte de la autoridad ambiental, un mínimo de ocho puntos transversales debe ser usado para chimeneas circulares con diámetros menores a 61 cm (24 pulgadas), un mínimo de nueve puntos debe ser usado para chimeneas rectangulares con diámetros equivalentes menores a 61 cm (24 pulgadas), y un mínimo de 12 puntos transversales deben ser usados en otros casos. Los puntos transversales se deben localizar de acuerdo al Método 1.

8.3.2. Siga los procedimientos delineados en las secciones 8.2.2 a 8.2.4, excepto por lo siguiente: se debe ubicar la sonda en todos los puntos transversales, y muestrear en cada punto por un tiempo igual de duración. Registre la información del muestreo como se muestra en la figura 3.3

9. CONTROL DE CALIDAD.

<i>sección</i>	<i>Mediciones de calidad y control</i>	<i>Efecto</i>
8.2	Use el Fyrite para confirmar los resultados del Orsat	Asegura la medida exacta de CO ₂ y O ₂ .
10.1	Periódicas auditorías de la técnica del operador y del analizador.	Asegura que el analizador está funcionando correctamente y que el operador realiza el procedimiento de toma de forma correcta y precisa
11.3	Replicas de análisis de muestreos integrados	Minimiza el error experimental

10. CALIBRACIÓN Y ESTANDARIZACIÓN.

10.1. Analizador: El analizador y la técnica de operación del mismo debería ser auditada periódicamente como se muestra a continuación: se debe tomar una muestra de la mezcla conocida de CO₂ y CO y se analiza de acuerdo al procedimiento de la sección 11.3. Se debe repetir este procedimiento hasta que la concentración medida de tres muestras consecutivas concuerde en $\pm 5\%$. Si es necesario se debe tomar acciones correctivas que estén especificadas en el Manual del Usuario del analizador.

10.2. Rotámetro: El rotámetro no necesita ser calibrado, pero se le debe realizar mantenimiento y limpieza de acuerdo con las instrucciones del fabricante.

11. PROCEDIMIENTO

11.1. Mantenimiento: Los analizadores de tipo Orsat y Fyrite deben mantenerse y operarse de acuerdo con las especificaciones del fabricante.

11.2. Análisis de Muestreo Simple: Si se utiliza ya sea el analizador Orsat ó el analizador tipo combustión Fyrite para hallar la concentración de O₂ y CO₂ por medio de la determinación del peso molecular seco, se debe repetir el procedimiento de muestreo, análisis y cálculo hasta que los pesos moleculares secos para tres muestras simples no difieran del valor promedio por más de 0,30 g/g-mol (0,3 lb/lb-mol). Se deben promediar estos pesos moleculares y reportar el resultado aproximando al decimal más cercano $\pm 0,1$ g/g-mol (0,1 lb/lb-mol).

11.3. Análisis de Muestreo Integrado: Si se utiliza ya sea el analizador Orsat ó el analizador tipo combustión Fyrite para hallar la concentración de O₂ y CO₂ por medio de la determinación del peso molecular seco, utilizando procedimientos como se especifica en el manual del usuario del analizador. Si un analizador Orsat se utiliza, se recomienda que la prueba de fugas del Orsat, que se describe en la sección 11.5, se realiza antes de esta determinación, sin embargo, el control es opcional. Calcular el peso molecular seco, como se indica en la sección 12.0. Repetir el procedimiento de muestreo, análisis y cálculo hasta que los pesos moleculares secos individuales para tres análisis difiera del valor promedio por no más de 0,30 g/g-mol (0,3 lb/lb-mol). Se deben promediar estos pesos moleculares y reportar el resultado aproximando al decimal más cercano $\pm 0,1$ g/g-mol (0,1 lb/lb-mol).

11.4. Estandarización. Es recomendable realizar una revisión de los reactivos y de las técnicas de operación como mínimo una vez cada tres corridas ó series de evaluación como se describe en la sección

11.5. Procedimiento para la verificación del analizador Orsat: El movimiento al que es sometido un analizador Orsat podría ser la causa de la presencia de fugas, por consiguiente el analizador debería ser sometido a verificación de fugas en el sitio de muestreo, antes de que la muestra de gas sea introducida en él. El procedimiento que se debe seguir para la verificación de fugas es el siguiente:

11.5.1. Haga que el nivel del líquido en cada pipeta llegue hasta la marca de referencia en el tubo capilar y luego cierre la llave de paso de la pipeta.

11.5.2. Eleve el nivel de la vaso lo suficiente para que el menisco del líquido confinado sea llevado hasta la porción graduada de la bureta, y luego cierre la llave de paso del tubo múltiple (manifold).

11.5.3. Registre la posición del menisco

11.5.4. Observar el menisco en la bureta y el nivel de líquido en la pipeta para el movimiento en los próximos 4 minutos.

11.5.5. Para que el analizador Orsat pase la revisión de fugas, dos condiciones deben cumplirse:

11.5.5.1. El nivel del líquido en cada pipeta no debe caer por debajo de la parte inferior de la tubería capilar durante de este intervalo de 4 minutos.

11.5.5.2. El menisco en la bureta no debe cambiar por más de 0.2 ml durante este intervalo de 4 minutos.

11.5.6. Si el analizador no pasa la prueba de fugas, se debe verificar el estado de todas las conexiones y llaves de paso, para poder determinar las causas de la fuga. Se recomienda desmontar, limpiar y volver a instalar las llaves de paso, cambiando los conectores del caucho. Luego de que el analizador sea nuevamente ensamblado se debe repetir el procedimiento de verificación de fugas.

12. ANÁLISIS Y CÁLCULOS

12.1. Nomenclatura

M_d : Peso Molécula seco (g/g-mol) (lb/lb-mol)

%CO₂: Porcentaje de Volumen de CO₂, en base seca.

% O: Porcentaje de Volumen de O, en base seca.

%CO: Porcentaje de Volumen de CO, en base seca.

%N₂: Porcentaje de Volumen de N₂, en base seca.

0,280: Peso molecular de N₂ ó CO, dividido por 100

0,320: Peso molecular de O₂, dividido por 100.

0,440: Peso molecular de CO₂, dividido por 100.

12.2. Se debe determinar el porcentaje de N₂ y O₂ en el gas y la sustracción de CO₂ del 100%. Posteriormente se utiliza la siguiente ecuación para la determinación del peso molecular del gas en la chimenea:

Ecuación 3-1.

$$M_d = 0,440(\%CO_2) + 0,320(\%O_2) + 0,280(\%N_2 + \%CO)$$

Nota: La anterior ecuación 3.1 no tiene en cuenta el efecto sobre el peso molecular seco calculado del argón en el gas efluente. La concentración de argón, con un peso molecular de 39,9, en el aire ambiente es de aproximadamente 0,9 por ciento. Un error negativo de aproximadamente 0,4 por ciento, se introduce. El analista puede optar por incluir en el análisis de argón mediante procedimientos sometidos a la aprobación del Autoridad Ambiental.

13. MÉTODO DE EJECUCIÓN. [RESERVADO]

14. PREVENCIÓN DE LA CONTAMINACIÓN [RESERVADO]

15. MANEJO DE RESIDUOS [RESERVADO]

16. REFERENCIAS

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*. 25:291-297. 1964.
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.

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

Figura 3. 1. Esquema del tren de muestreo

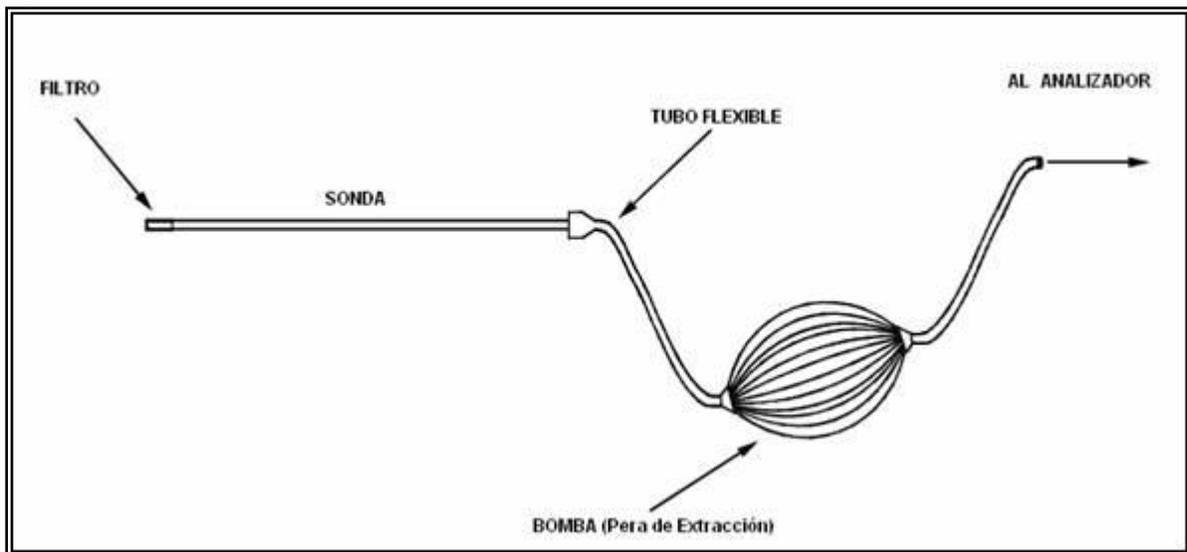


Figura 3. 2. Diagrama del tren de muestreo del gas integrado.

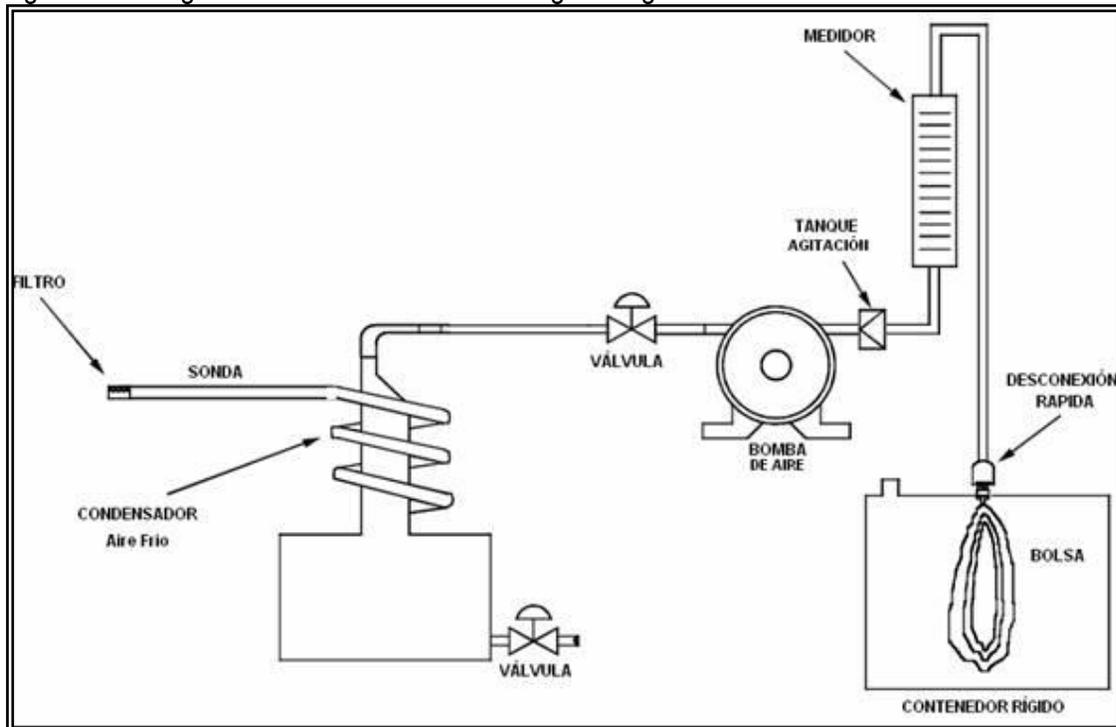


Figura 3. 3. Formato para el registro del flujo de muestreo

Tiempo	Punto de Muestreo	Caudal (Q) (l/min)	% de Desviación ^a
Promedio			

$${}^a \text{ \%Desviación} = \left(\frac{Q - Q_{\text{Promedio}}}{Q_{\text{Promedio}}} \right) \times 100 \quad (\text{Debe ser } \leq \pm 10\%)$$