



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-AA-090-1986

**PROTECCION AL AMBIENTE-CONTAMINACION ATMOSFERICA-
DETERMINACION DE NEBLINA DE ACIDO FOSFORICO EN LOS
GASES QUE FLUYEN POR UN CONDUCTO.**

*ENVIRONMENTAL PROTECTION-ATMOSPHERIC POLLUTION-
DETERMINATION OF PHOSPHORIC ACID-MIST IN GASES FLOWING
THROUGH A DUCT*

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

PREFACIO

En la elaboración de la presente norma participaron las siguientes instituciones:

- SECRETARIA DE DESARROLLO URBANO Y ECOLOGIA
Subsecretaria de Ecología.
- DEPARTAMENTO DEL DISTRITO FEDERAL
Comisión de Ecología.
- FERTILIZANTES MEXICANOS, S.A.
Departamento de Protección Ambiental.
- CAMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE
TRANSFORMACION.

PROTECCION AL AMBIENTE-CONTAMINACION ATMOSFERICA-
DETERMINACION DE NEBLINA DE ACIDO FOSFORICO EN LOS GASES QUE
FLUYEN POR UN CONDUCTO.

ENVIRONMENTAL PROTECTION-ATMOSPHERIC POLLUTION-
DETERMINATION OF PHOSPHORIC ACID-MIST IN GASES FLOWING THROUGH
A DUCT

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma Oficial Mexicana establece el método para determinar la emisión de neblina de ácido fosfórico en los gases que fluyen por un conducto.

2 REFERENCIAS

Esta Norma se complementa con las siguientes Normas Oficiales Mexicanas Vigentes:

NOM-AA-009	Determinación del flujo de gases en un conducto por medio del tubo Pitot.
NOM-AA-010	Determinación de la emisión de partículas sólidas contenidas en los gases que se descargan por un conducto.

3 FUNDAMENTO

Este método se basa en la determinación espectrofotométrica del fosfomolibdovanadato de amonio, que es un complejo de color amarillo que se forma cuando el orto-fosfato reacciona con el molibdovanadato de amonio en un medio ácido.

4 APARATOS Y EQUIPO

Aparatos y Equipo común de laboratorio además de

4.1 Sonda de tubo de vidrio

Con diámetro interno de 15.8 mm, provista de sistema de calentamiento capaz de mantener la temperatura del gas a 10 K (10 C) por arriba de la temperatura del conducto.

4.2 Ciclón de vidrio

Diseñado para coleccionar partículas mayores de 5 micras.

4.3 Portafiltro de vidrio

4.4 Cuatro impactores

Con capacidad de 500 cm³, uno de ellos provisto de difusor y los tres restantes de diseño normal.

4.5 Juntas esmeriladas

De cuenca y bola para unir los impactores.

4.6 Fuente de succión

Con capacidad suficiente para vencer la resistencia del tren de muestreo y mantener un gasto superior de 28 dm³/min.

4.7 Gasómetro seco

Con sensibilidad de ± 560 cm³, provisto de termómetro, vacuómetro y válvula reguladora de flujo.

4.8 Termómetro

Capaz de medir la temperatura en el conducto.

4.9 Manómetro diferencial inclinado

Con ámbito de operación de 0.0 a 24.8 Pa (0.0 a 2.54 cm de H₂O) y con sensibilidad de ± 0.244 Pa (± 0.025 cm de H₂O).

4.10 Medidor de orificio calibrado

4.11 Caja metálica (opcional)

Para contener la bomba, el gasómetro, el manómetro y el medidor de orificio calibrado.

4.12 Válvula de flujo unidireccional

4.13 Reóstato

Para controlar el valor suministrado a la sonda.

4.14 Cronómetro

Con una precisión de 0.2 segundos.

4.15 Conexiones flexibles

A prueba de fugas tales como mangueras de hule o plástico para unir los elementos del tren de muestreo.

4.16 Equipo de seguridad

Adecuado para proteger al personal contra los riesgos potenciales existentes en los alrededores del sitio de muestreo.

4.17 Espectrofotómetro

Capaz de medir la absorbancia a 400 nm, con celdas de espesor conocido.

4.18 Baño de agua

Capaz de mantener la temperatura a 293 ± 2 K (20 ± 2 C).

5 REACTIVOS

Los reactivos que se mencionan a continuación deben ser grado analítico a menos que se indique otra cosa. Cuando se hable de agua, debe entenderse agua destilada o desmineralizada.

5.1 Acido nítrico concentrado (HNO_3)

5.2 Acido perclórico al 70% (HClO_4)

5.3 Solución de molibdato de amonio 0.2 M

Disolver 35.3 g de molibdato de amonio tetrahidrato $(\text{NH}_4)_6 \text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ en agua, en un matraz volumétrico de 1000 cm^3 ; aforar con agua y homogeneizar. El reactivo es estable a temperatura ambiente y puede almacenarse en frascos ámbar durante 3 meses.

5.4 Meta-vanadato de amonio

5.5 Solución de metavanadato de amonio 0.02 M, ácido perclórico 4M (NH_4VO_3 ; HClO_4)

Disolver 1.17 g de meta-vanadato de amonio en 200 cm^3 de agua: transferir a un matraz volumétrico de 500 cm^3 ; acidificar con 172 cm^3 de ácido perclórico al 70% y aforar con agua. Esta solución puede almacenarse a temperatura ambiente durante varios meses.

5.6 Fosfato dihidrogenado de potasio (KH_2PO_4).

5.7 Solución patrón de fosfato

Disolver 1.917 g de fosfato dihidrogenado de potasio, secado previamente en estufa a una temperatura de 378 K (10°C), en un matraz volumétrico de 1000 cm^3 ; aforar con agua y homogeneizar, 1 cm^3 de esta solución equivale a 1 mg de pentóxido de fósforo (P_2O_5).

6 CURVA DE CALIBRACION

Medir exactamente alícuotas de 0, 0.5, 1, 1.5 y 2 cm^3 de solución patrón de pentóxido de fósforo (1 $\text{cm}^3 = 1 \text{ mg de } \text{P}_2\text{O}_5$), en matraces volumétricos de 100 cm^3 ; agregar 10 cm^3 de solución de molibdato de amonio-ácido perclórico y 20 cm^3 de solución de molibdato de amonio en un matraz volumétrico de 100 cm^3 y aforar con agua ; colocar las muestras en baño de agua a $293 \pm 2 \text{ K}$ ($20 \pm 2 \text{ C}$) y dejar reposar durante 15 minutos para que se desarrolle el color; medir las absorbencias; trazar la curva de calibración con las concentraciones de P_2O_5 en las ordenadas y las absorbencias abscisas.

NOTA 1 La curva sigue la ley de Beer hasta una concentración de 2 mg de $\text{P}_2\text{O}_5/100 \text{ cm}^3$ de solución.

7 MUESTREO Y PREPARACION DE LA MUESTRA

7.1 Colección de la muestra.

7.1.1 Selección de la boquilla muestreadora

La selección del diámetro de la boquilla muestreadora se basa, en que el gasto de muestreo ideal para asegurar la separación de las partículas de niebla mayores de 5 micras en el ciclón, es de 28 dm^3/min a 294 K (21 C); por lo tanto, para determinar el área de la boquilla, se divide el gasto de muestreo a las condiciones del conducto entre la velocidad promedio del gas en éste, determinada de acuerdo con NOM-AA-009 con la siguiente formula:

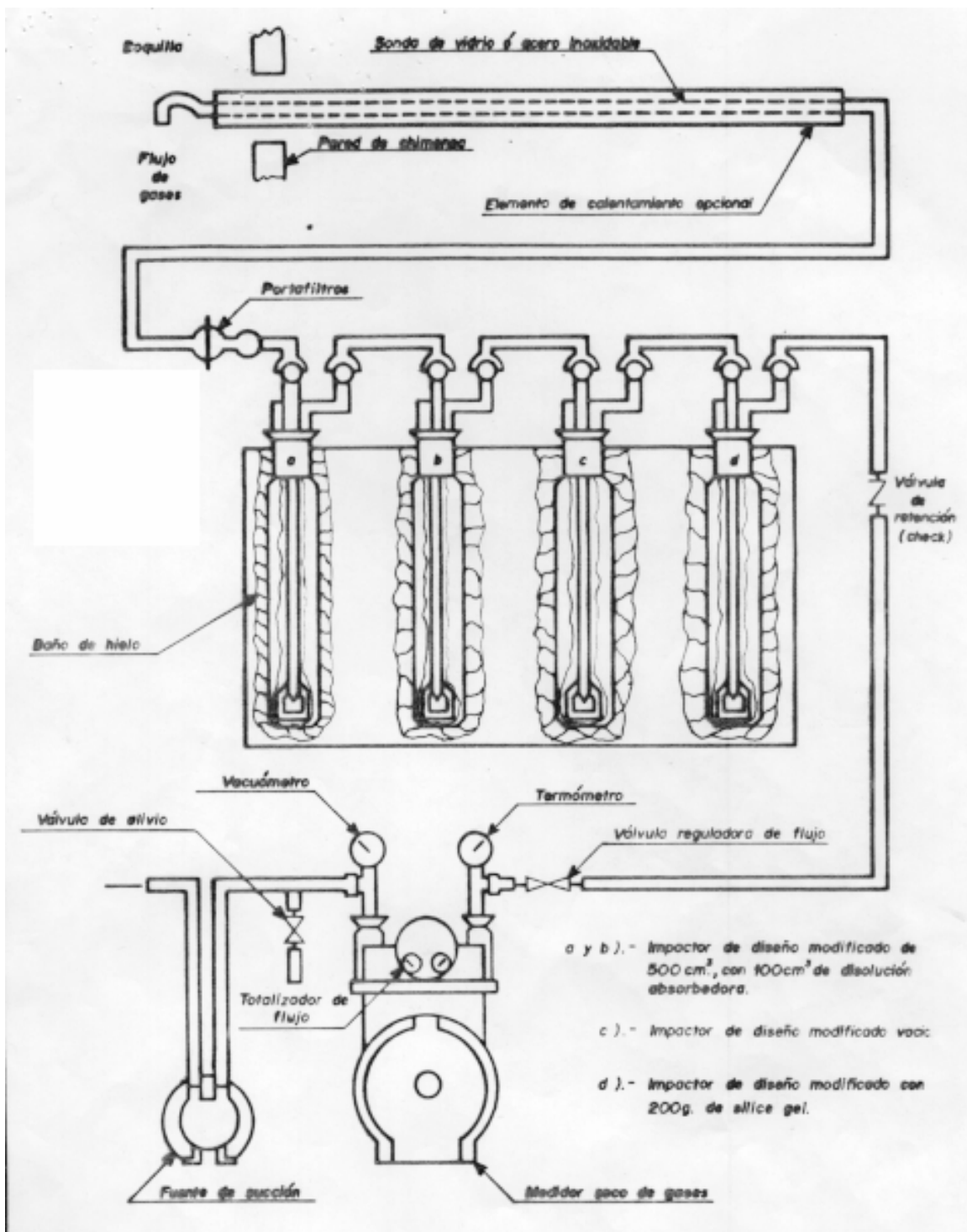
$$A_b = \frac{G_{im}}{V_c}$$

En donde:

A_b = Área transversal de la boquilla.

V_c = Velocidad promedio del gas en el conducto.

Gim = Gasto ideal de muestreo a condiciones del conducto.



GURA 1 TREN DE MUESTREO

NOTA 2 Si la velocidad del gas en la chimenea varía considerablemente, puede modificarse el gasto de muestreo, sacrificando la eficiencia de colección del ciclón o el isocinetismo del muestreo.

NOTA 3 Si durante el muestreo preliminar se determina que el 90% o más de las partículas de neblina de ácido se colectan en los impactores, no es necesario el muestreo isocinético.

7.1.2 Medición de flujo.

Establecer el número de puntos de prueba, su distribución y determinar el flujo de gases de acuerdo con la NOM-AA-009.

7.1.3 Preparación del tren de muestreo.

Montar el tren de muestreo de acuerdo a la figura 1.

Colocar 250 cm³ de agua en el primer impactor, 150 cm³ de agua en el segundo impactor, dejar vacío el tercer impactor, colocar 175 g de gel de sílice en el cuarto impactor y colocarlos dentro de un baño de hielo.

7.1.4 Tiempo total de muestreo.

El tiempo total de muestreo óptimo es de una hora; sin embargo, está limitado por la concentración de ácido fosfórico y el contenido de humedad en los gases del conducto. El muestreo debe suspenderse poco antes de que empiece a entrar agua al tercer impactor (de acuerdo con el muestreo preliminar).

NOTA 4 Antes de iniciar el muestreo, deben calcularse los gastos y sus caídas de presión correspondiente en el orificio o su equivalente para cada punto de muestreo y registrar sus valores.

7.1.5 Suministro de calor a la sonda.

Una vez montado el tren de muestreo, se le suministra calor a la sonda y a la caja que contiene el ciclón; se dejan transcurrir 10 minutos para que se establezca la temperatura a unos 5 ó 6 K (5 ó 6 C) arriba de la temperatura de los gases del conducto.

7.1.6 Verificación de la hermeticidad.

Colocar un tapón en la entrada de la sonda de muestreo; hacer funcionar la fuente de succión hasta alcanzar un vacío de 67.7 KPa (692.2 cm de H₂O); cerrar la válvula de regulación de flujo y detener la fuente de succión, después de lo cual, la lectura del manómetro no debe variar por lo menos durante 30 segundos, de lo contrario, será indicativo de que existen infiltraciones, las que se deben localizar y eliminar al máximo.

7.2 Colección de la muestra.

Efectuar el muestreo siguiendo el procedimiento señalado en la NOM-AA-010. Una vez terminado el muestreo, dejar enfriar el tren; extraer la muestra ;lavar con agua la sonda , los ciclones y los conductos que los unen; recoger el agua de lavado en un recipiente adecuado. Transferir la niebla ácida que colecta en los impactores a otro recipiente al que se le agrega el agua de lavado de éstos.

8 PROCEDIMIENTO

8.1 Completar cada muestra a un volumen determinado con agua.

8.2 Transferir una alícuota de la muestra a un matraz Erlenmeyer de 250 cm³. Simultáneamente preparar un testigo con agua y tratarlo en la misma forma que la muestra ;digerir tanto la muestra como el testigo con 30 cm³ de ácido nítrico y 5 cm³ de ácido clorhídrico; evaporar casi a sequedad hasta que se produzcan vapores de ácido clorhídrico; enfriar en un matraz volumétrico de 100 cm³ para eliminar cualquier material insoluble presente. Lavar el filtro y el matraz varias veces con 5 a 10 cm³ de agua y diluir a 100 cm³.

8.3 Transferir una alícuota de 10 cm³ del filtrado a un matraz volumétrico de 100 cm³, agregar 10 cm³ de solución de metavanadato de amonio-ácido perclórico y 20 cm³ de solución de molibdato de amonio; aforar con agua y homogeneizar.

8.4 Colocar las muestras en un baño de agua a 293 K (20 C) y dejar que se desarrolle el calor durante 15 minutos.

8.5 Medir la absorbancia contra el testigo preparado simultáneamente, a una longitud de onda de 400 nm, usando el espectrofotómetro.

8.6 Mediante la curva de calibración previamente preparada, determinar la cantidad de miligramos de P₂O₅. Si la cantidad de P₂O₅ contenida en la alícuota de muestra resulta mayor de 2 miligramos, estimar la concentración por extrapolación en la curva de calibración y con ella calcular la cantidad de alícuota apropiada.

8.7 Tomar una alícuota del filtrado remanente (90 cm³) que contenga de 0.5 a 2 mg de P₂O₅ (determinado por cálculo) y efectuar el análisis en la forma indicada.

9 CALCULOS Y EXPRESIONES DE RESULTADOS

9.1 Calcular la concentración de ácido fosfórico expresada como pentóxido de fósforo, con la siguiente formula:.

$$C = \frac{M_a \cdot 100}{V_a \cdot V_m}$$

En donde:

- C = Concentración de ácido fosfórico en el conducto expresada como pentóxido de fósforo en mg/cm³.
- M_a = Cantidad de pentóxido de fósforo (P₂O₅) en la alícuota, en mg .
- V_a = Volumen de la alícuota tomada, en cm³.
- V_m = Volumen del gas muestreado, en cm³.
- 9.2 Calcular la emisión de ácido fosfórico con la siguiente fórmula:

$$E = G_v \cdot C$$

En donde:

- E = Emisión de ácido fosfórico, en mg de P₂O₅/hora.
- G_v = Gasto volumétrico de la corriente gaseosa a condiciones normales, determinado de acuerdo con la NOM-AA-009.
- C = Concentración de ácido fosfórico a condiciones normales, en mg/cm³ de pentóxido de fósforo.

10 BIBLIOGRAFIA

NOM-Z-013 Guía para redacción, estructuración y presentación de las Normas Oficiales Mexicanas.

APENDICE B

1 El desarrollo y la estabilidad del color depende de la concentración y de la temperatura, por lo que es indispensable utilizar el baño de agua a 293 ± 2 K (20 ± 2 C). El desarrollo máximo de color se alcanza después de 15 minutos y la absorbancia permanece constante por lo menos durante 2 horas.

Para cada muestra y blanco correspondiente, la concentración final de ácido perclórico (HClO_4) será constante a 0.4 M. Cuando la molaridad del ácido disminuye de 0.4 a 0.2 M se producen ligeros aumentos en la absorbancia.

2 Interferencia.

Algunas sustancias interfieren con el color de la reacción del fosfomolibdovanadato de amonio.

Algunos iones, tales como los ferrosos, los estañosos, los de yodo etc., reducen el color del complejo azul del molibdeno, por lo que debe evitarse su presencia en las muestras.

Los oxalatos, los tartratos y los citratos forman complejos con el molibdeno y tienden a decolorar.

Las concentraciones altas de fierro en las muestras, originan valores altos en las concentraciones de ácido fosfórico; sin embargo, las sales de fierro se pueden convertir a los iones complejos del perclorato que absorben menos luz.

Los dicromatos pueden interferir debido al parecido del color amarillo de sus iones con el amarillo de los iones del complejo fosfomolibdato de amonio; para eliminarlos, el método más conocido es volatilizarlos del ácido perclórico caliente como cloruro crómico. Se puede utilizar como oxidante del ácido perclórico, siempre que se cuente con ventilación mecánica local (caseta con ventilación mecánica).

México D.F., Noviembre 14, 1986
EL DIRECTOR GENERAL DE NORMAS.



LIC. CONSUELO SAEZ PUEYO.
Fecha de aprobación y publicación: Agosto 14, 1986.

10 BIBLIOGRAFIA

- 1) Standard Methods for Examination of Water and Waste Water 13th ed; p.404.
- 2) Epstein, J; "Estimation of Microquantities of Cyanide, Analytical Chemistry, 19, 272.

México D.F., Noviembre 14, 1986
EL DIRECTOR GENERAL DE NORMAS.

A handwritten signature in black ink, appearing to be 'C. Saez Pueyo', written in a cursive style.

LIC. CONSUELO SAEZ PUEYO.
Fecha de aprobación y publicación: Agosto 14, 1986.