



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-AA-070-1980

**“CONTAMINACION ATMOSFERICA-FUENTES FIJAS.-
DETERMINACION DE CLORO Y/O CLORUROS EN LOS GASES
QUE FLUYEN POR UN CONDUCTO”**

*“ATMOSPHERIC POLLUTION-FIXED SOURCES-DETERMINATION
OF CHLORINE AND / OR CHLORIDES IN GASES FLOWING
THROUGH A DUCT”*

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

PREFACIO

En la elaboración de la presente Norma participaron las Instituciones y Organismos siguientes:

- INDUSTRIAS RESISTOL, S.A.
- ASOCIACION NACIONAL DE LA INDUSTRIA QUIMICA.
- COMISION FEDERAL DE ELECTRICIDAD.
- FERTIMEX, S.A.
- CAMARA NACIONAL DEL CEMENTO.
- CEMENTOS TOLTECA, S.A.
- SECRETARIA DE SALUBRIDAD Y ASISTENCIA. SUBSECRETARIA DE
- MEJORAMIENTO DEL AMBIENTE.
- CAMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE TRANSFORMACION.-
DEPARTAMENTO DE NORMAS.

“CONTAMINACION ATMOSFERICA-FUENTES FIJAS.-DETERMINACION DE CLORO Y/O CLORUROS EN LOS GASES QUE FLUYEN POR UN CONDUCTO”

“ATMOSPHERIC POLLUTION-FIXED SOURCES-DETERMINATION OF CHLORINE AND / OR CHLORIDES IN GASES FLOWING THROUGH A DUCT”

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma establece el procedimiento para la determinación de cloro y/o cloruros en los gases que fluyen por un conducto. Es aplicable en toda fuente fija emisora de estos compuestos.

2 REFERENCIAS

Esta Norma se complementa con la siguiente Norma mexicana en vigor:

NMX-AA-009 “Determinación del flujo de gases en un conducto por medio del tubo de pitot”.

3 RESUMEN

Para determinar únicamente cloruros, se utiliza un impactor que contiene agua, después de atrapar los cloruros se toma una alícuota de ésta y se le agrega disolución de nitrato de plata (AgNO_3).

Para la determinación de cloro libre se utilizan dos impactores en serie, el primero contiene agua para atrapar cloruros y el segundo arsenita (NaAsO_2) para atrapar el cloro libre. Se toman alícuotas de las disoluciones que contienen los impactores y se les agrega disolución de nitrato de plata (AgNO_3).

Para ambos, la turbiedad resultante de la formación de cloruro de plata insoluble (AgCl), se determina por medio de un espectrofotómetro a una longitud de onda de 360 nm.

El límite inferior para la determinación de cloruros es de $0.12 \text{ g Cl}^-/\text{cm}^3$ de disolución absorbadora.

Interfieren en la determinación el yodo, el bromo y los fosfatos, ya que forman sales insolubles de plata.

Los cloruros se determinan como HCl y el cloro libre como Cl_2 .

4 REACTIVOS

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

4.1 Disolución de nitrato de plata (AgNO_3) 0.5 N

Disolver 8.5 g de nitrato de plata, con agua, en un matraz volumétrico de 100 cm^3 , llevar a la marca con agua y homogeneizar. Almacenar esta disolución en recipiente ámbar.

4.2 Disolución de ácido nítrico (HNO_3) 2.5 N

Medir 16 cm^3 de ácido nítrico concentrado. Transferirlos a un matraz volumétrico de 100 cm^3 , diluir con agua, llevar a la marca y homogeneizar.

4.3 Etanol ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$)

NOTA.- Puede usarse alcohol isopropílico ($\text{CH}_3\text{CHOHCH}_3$), siempre y cuando se utilice el mismo reactivo durante todo el procedimiento.

4.4 Disolución patrón de cloruros

Determinar la masa de 0.1648 g de cloruro de sodio (NaCl) con aproximación de 0.0001 g, previamente secado a 383 K (110 °C) durante una hora, disolver con agua en un matraz volumétrico de 100 cm^3 , llevar a la marca y homogeneizar. Esta disolución contiene 1000 $\mu\text{g Cl}^-/\text{cm}^3$.

4.5 Disolución de cloruros

Medir con pipeta 0.5, 1, 2, 3 y 4 cm^3 de la disolución patrón de cloruros (véase inciso 4.4), transferir a matraces volumétricos de 100 cm^3 , diluir cada uno con agua, llevar a la marca y homogeneizar. Estas disoluciones contienen respectivamente 5, 10, 20, 30 y 40 $\mu\text{g Cl}^-/\text{cm}^3$.

4.6 Disolución absorbedora para cloro

Pesar 4.0 g de hidróxido de sodio (NaOH) y 0.65 g de arsenita (NaAsO_2), diluir con agua en un matraz volumétrico de 1000 cm^3 , llevar a la marca y homogeneizar.

5 APARATOS

5.1 Sonda de vidrio o de acero inoxidable

5.2 Elemento calefactor

Con capacidad para calentar la sonda de muestreo para evitar condensación de la humedad contenida en los gases por muestrear.

5.3 Termómetro

De carátula y tallo de 15 cm de largo o su equivalente, con ámbito de operación de 273 K a 373 K (0.0°C a 100 °C), capaz de medir con aproximación de un grado.

5.4 Fuente de succión

5.5 Cronómetro

Con precisión de 0.2 s.

5.6 Dos impactores de 50 cm miniatura

NOTA.- En caso de no contar con los impactores que se indican pueden emplearse otros con funciones equivalentes, efectuando las modificaciones necesarias.

5.7 Juntas esmeriladas de cuenca y bola para unir los impactores

NOTA.- Las juntas de cuenca y bola son las recomendables para armar el tren de impactores. Pueden usarse juntas de material flexible inertes a la corriente gaseosa por muestrear.

5.8 Manómetro diferencial inclinado

Con ámbito de operación de 0.0 a 249.02 Pa (0.00 a 2.54 cm de H₂O) y con sensibilidad de ± 2.49 Pa (± 0.0254 cm de H₂O).

5.9 Espectrofotómetro

Capaz de operar a 360 nm.

5.10 Medidor seco de gases

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

5.11 Equipo y material de laboratorio

6 PROCEDIMIENTO

6.1 Preparación del tren de muestreo

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

6.1.2 Colocar 20 cm³ de agua en el primer impactor para atrapar los cloruros (HCl) y 20 cm³ de disolución absorbadora para cloro (véase inciso 4.6) en el segundo impactor,

para atrapar el cloro (Cl_2). Si se utiliza solo el segundo impactor se absorbe el cloro total (HCl y Cl_2).

6.1.3 Verificar la hermeticidad del tren de muestreo colocando un tapón en la entrada de la sonda de muestreo; hacer funcionar la fuente de succión hasta que la lectura del manómetro llegue a su valor máximo estable, cerrar la válvula de regulación de flujo, detener la fuente de succión, después de lo cual la lectura del manómetro no debe variar durante por lo menos 30 s, de lo contrario será indicativo de que existen infiltraciones, mismas que se deben localizar y eliminar hasta que se logre lo indicado anteriormente.

6.2 Colección de la muestra.

6.2.1 Colocar la sonda en el punto donde se va a tomar la muestra en dirección normal al conducto y con la boquilla apuntando en la dirección del flujo de gases.

6.2.2 Girar la sonda 3.1416 rad (180°) y simultáneamente poner a funcionar la fuente de succión y el cronómetro.

6.2.3 La corriente gaseosa se debe burbujear a través de los impactores a un gasto volumétrico de $2.0 \text{ dm}^3/\text{min}$ durante 30 minutos.

6.2.4 Una vez tomada la muestra, se debe burbujear un volumen conocido de aire a razón de 1.5 a $2 \text{ dm}^3/\text{min}$ durante 30 minutos.

6.2.5 Si se observa condensación antes de que la corriente gaseosa llegue al tren de impactores se debe evitar proporcionando calentamiento a la sonda.

7 PREPARACION DE LA CURVA DE CALIBRACION

7.1 Colocar 15 cm^3 de etanol o alcohol isopropílico y 1.0 cm^3 de disolución de ácido nítrico 2.5 N (véase inciso 4.2) en seis tubos de ensayo, a uno de los cuales se le adicionan 8 cm^3 de agua (testigo) y a los restantes 5 cm^3 de las disoluciones de cloruro respectivamente (véase inciso 4.5) mezclar por medio de agitación y adicionarles 1 cm^3 de disolución de nitrato de plata 0.5N (véase inciso 4.1) y 3 cm^3 de agua, excepto al testigo. Mezclar y almacenar en la obscuridad durante una hora. Leer la absorbancia de cada uno contra la muestra testigo en un espectrofotómetro a una longitud de onda de 360 nm.

7.1.2 Trazar una curva de absorbancia contra $\mu\text{g Cl}^-/\text{cm}^3$. Puede usarse un nefelómetro si se desea una mayor precisión.

7.1.3 Los reactivos utilizados para la preparación de esta curva no deben mezclarse por anticipado ni almacenarse por tiempo mayor al indicado, antes de leer la absorbancia.

8 CUANTIFICACION DE LA MUESTRA

Si hay evaporación del reactivo absorbedor durante el muestreo, debe reponerse el volumen original con agua: tomar una alícuota de 5 cm³ (puede ser mayor de 5 cm³ pero menor de 8 cm³) y proceder al análisis como se describe en la preparación de la curva de calibración (véase inciso 7). La suma de volúmenes de la alícuota de muestra y el agua adicionada en el tubo debe ser de 8 cm³.

9 CALCULOS

9.1 La concentración de cloruros (como HCl) retenidos en el primer impactor se obtiene con la siguiente fórmula:

$$C_1 = \frac{c \frac{V_1}{V_2} V_a}{V_m} \cdot 1.0232$$

En donde:

C_1 = Concentración de cloruros (HCl) en la corriente gaseosa, en µg HCl/m³

c = Concentración de cloruros (Cl⁻) en la alícuota, en µg Cl⁻/cm³

V_1 = Volumen de la disolución de cloruros tomado para la preparación de la curva de calibración, igual a 5 cm³.

V_2 = Volumen de alícuota tomada del primer impactor para la cuantificación de la muestra (mayor de 5 cm³ pero menor de 8 cm³), en cm³.

V_m = Volumen de la corriente gaseosa muestreada, en m³

V_a = Volumen de la disolución absorbidora (agua), colocada en el primer impactor, en cm³.

1.0282 = Relación entre el peso molecular del HCl y el peso atómico del Cl₂.

9.2 La concentración de cloro (Cl₂) retenida en el segundo impactor, se obtiene con la siguiente fórmula:

$$C_2 = \frac{c \frac{V_1}{V_2} V_{ar}}{V_m}$$

En donde:

C_2 = Concentración del cloro (Cl₂) en la corriente gaseosa, en g Cl₂/m³.

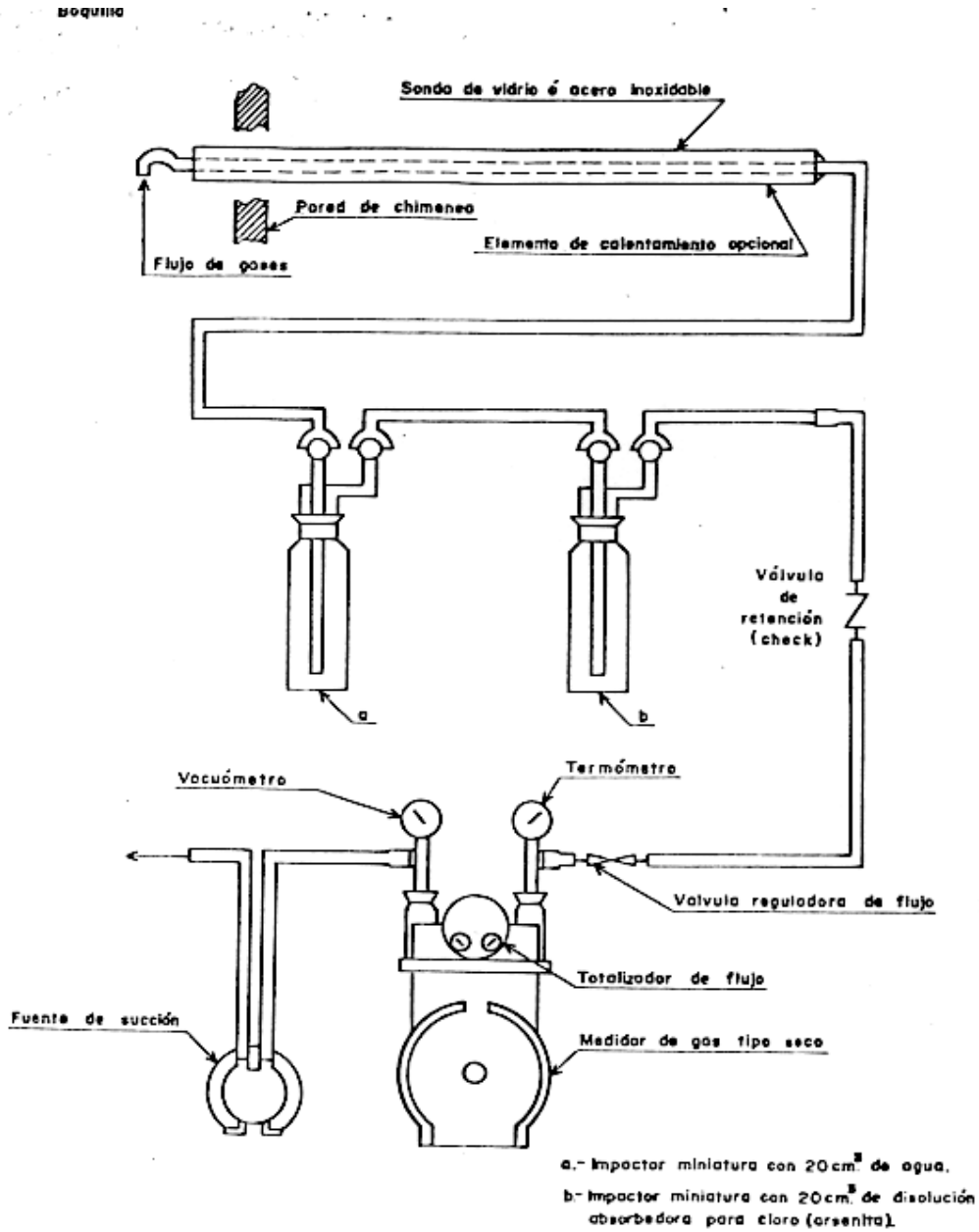
$c =$ Concentración de cloruros (Cl^-) en la alícuota, en g Cl

$V_1 =$ Volumen de la disolución de cloruros tomado para la preparación de la curva de calibración, igual a 5 cm^3 .

$V_2 =$ Volumen de alícuota tomada del segundo impactor para la cuantificación de la muestra (mayor de 5 cm^3 pero menor de 8 cm^3), en cm^3 .

$V_{ar} =$ Volumen de la disolución absorbadora para cloro (arsenita), colocada en el segundo impactor, en cm^3 .

$V_m =$ Volumen de la corriente gaseosa muestreada, en m^3 .



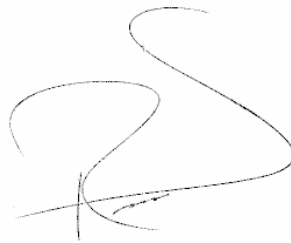
10 BIBLIOGRAFIA

10.1 Standard Methods of Chemical Analysis, 6th Edition, Volumen 1., D. Van Nostrand, Co., 1962, pp 333-334.

10.2 "Atmospheric Emissions From Hydrochloric Acid and Manufacturing Processes". AP-54, US. Department of Health, Education, and Welfare, Public Health Service, September 1969, p.p. 34-41.

México D.F., Julio 23, 1980

EL DIRECTOR GENERAL DE NORMAS

A handwritten signature in dark ink, consisting of a large, stylized 'R' followed by a long, sweeping horizontal stroke that curves upwards at the end.

DR.ROMAN SERRRA CASTAÑOS

Fecha de aprobación y publicación: Septiembre 8, 1980