

Instrucción técnica

IT-ATM-08.5

Métodos de medida no normalizados
Medida de carbono orgánico total -

COT



ÍNDICE

1. OBJETO.
2. ALCANCE Y ÁMBITO DE APLICACIÓN.
3. DEFINICIONES.
4. EQUIPOS.
5. DESARROLLO.
6. CÁLCULOS Y EXPRESIÓN DE RESULTADOS.
7. RESPONSABILIDADES.
8. REFERENCIAS.

1. OBJETO

El objeto de esta instrucción técnica es definir la sistemática para la realización de medidas de la concentración másica de carbono orgánico total (COT) en gases efluentes mediante un instrumento que use detección por ionización de llama (FID).

Para ello, esta instrucción técnica especifica un conjunto de requisitos mínimos de funcionamiento de dicho instrumento, junto con los procedimientos para su calibración y operación.

2. ALCANCE Y ÁMBITO DE APLICACIÓN

El alcance incluye todos los focos de emisión de las instalaciones en las que se desarrollan actividades potencialmente contaminadoras de la atmósfera.

El ámbito de aplicación es la Comunidad Autónoma de Andalucía. Aplica a las instalaciones sujetas a inspecciones o tomas de muestras y ensayos realizados por Entidad Colaboradora en el desempeño de sus funciones, a los titulares de las instalaciones en la realización de los controles internos y a la Consejería de Medio Ambiente en su labor inspectora.

3. DEFINICIONES

A efectos de esta instrucción técnica, se entenderá como:

Emisión: Descarga continua o discontinua a la atmósfera de sustancias procedentes, directa o indirectamente, de cualquier fuente o foco susceptible de producir contaminación atmosférica

Foco de emisión: elemento o dispositivo a través del cual tiene lugar una descarga a la atmósfera de contaminantes atmosféricos, ya se produzca ésta de forma continua, discontinua o puntual y con origen en un único equipo o diversos equipos, procesos y o actividades y que puedan ser colectados para su emisión continua a la atmósfera.

Sitio de medida: Lugar en la chimenea o conducto de gas residual en el área del(los) plano(s) de medida, que consta de estructuras y equipo técnico, por ejemplo plataformas de trabajo, bocas de medidas, suministro de energía.

Medida: Conjunto de operaciones que tiene por objeto determinar el valor de un parámetro o mensurando. A efectos de esta instrucción técnica, la medida es realizada en un periodo de tiempo definido.

Parámetro o mensurando: magnitud particular sometida a medida. Es una propiedad cuantificable del gas residual sometido a medida

Serie de medidas: Grupo de medidas tomadas en un intervalo determinado de tiempo.

Muestra o medida: Conjunto de operaciones que tienen por finalidad determinar un valor de una magnitud. Pueden realizarse automáticamente (ensayo in situ). El valor de cada muestra se expresa como su valor medio, bien por ser un valor integrado o como la media de una serie de valores puntuales.

Aire de combustión: Aire suministrado usado para la combustión del gas combustible en un instrumento que usa detección por ionización de llama.

Gas complementario: Componente de una mezcla de gas para calibración que completa una mezcla de gas para calibración.

Gas combustible: Gas de composición conocida usado para mantener la llama del FID.

Factor de respuesta: Cociente adimensional entre la respuesta del FID al compuesto detectado y la respuesta al propano, en cada caso referido al número de átomos de carbono de la molécula.

Gas de rango o span: Gas usado para ajustar y comprobar un punto en la curva de calibración.

Carbono orgánico total (COT): Por convenio, el carbono orgánico gaseoso total que se mide mediante el FID y se expresa como mgC/Nm³ se define como todo compuesto orgánico que tenga a 293,15 K una presión de vapor de 0,01 kPa o más, a temperatura ambiente (20 °C), o que tenga una volatilidad equivalente en las condiciones particulares de uso. Se incluye en esta definición la fracción de creosota que sobrepase este valor de presión a la temperatura indicada de 293,15 K.

Gas cero: Gas usado para ajustar y comprobar el punto cero en una curva de calibración.

4. EQUIPOS

Analizador portátil de COT

Compuesto de:

- Línea de toma de muestra: se debe utilizar una sonda calefactada para evitar la condensación; la temperatura de la sonda deberá ser unos 20 °C superior a la temperatura del gas efluente, que deberá ser inferior a 200 °C
- Filtro de partículas para evitar que entren partículas dentro del analizador.
- Unidad de análisis.
- Adquisidor de datos.

Dispositivo de muestreo. El dispositivo de muestreo debe diseñarse de manera que tenga en cuenta las características del gas efluente:

-
- ✓ debe estar fabricado de un material química y físicamente inerte a los constituyentes del gas efluente objeto de análisis;
 - ✓ debe diseñarse de forma que asegure un tiempo de residencia de la muestra inferior a 1 min;
 - ✓ debe construirse de manera que evite la condensación en la línea de muestreo; son adecuados varios métodos alternativos:
 - línea de muestreo calentada. La línea debe calentarse fuertemente y en mediciones en gases calientes, la temperatura del punto más frío debe ser al menos 20 °C por encima de la temperatura del gas efluente y no debe exceder los 200 °C.
 - dilución dinámica.
 - ✓ la línea de muestreo debe incluir un dispositivo de filtración (aguas arriba) para retener todas las partículas responsables de dañar el funcionamiento del aparato.

El analizador FID es un analizador cuyo principio de medida es la determinación de una corriente de ionización resultante de la combustión de compuestos orgánicos en una llama de hidrógeno. Esta corriente depende del número de átomos de C de compuestos orgánicos quemados en la llama del combustible, la forma del enlace (cadena lineal o ramificada) y los átomos que se enlazan.

Este analizador debe ser capaz de proporcionar una señal de salida continua de la concentración de COT medida. Debe realizarse un registro continuo de las lecturas negativas (señal inferior a cero) a fin de detectar y si es necesario, corregir la deriva. Deben registrarse los ajustes de cero y rango para fines de control de calidad.

Se debe comprobar anualmente que el equipo cumple con los requisitos mínimos de funcionamiento definidos en la tabla 1 para las características:

- Tiempo de respuesta
- Linealidad
- Límite de cuantificación
- Efecto del oxígeno.

El resto de características deben demostrarse en el modelo.

Tabla 1. Requisitos mínimos de funcionamiento de FID sin sonda de muestreo

Características de funcionamiento (ver la nota 1)	Requisitos mínimos de funcionamiento
Rango mínimo de medida	0 a 50 mgC/Nm ³ 0 a 150 mgC/Nm ³ 0 a 500 mgC/Nm ³
Límite de cuantificación	5% del valor límite de emisión
Tiempo de respuesta (0% a 90%)	Inferior a 1 min
Desviación de linealidad	Desviación permitida 5% del límite de emisión
Rango de factores de respuesta (ver la nota 2)	Rango permitido
Metano	0,9 a 1,2
Hidrocarburos alifáticos (ver la nota 3)	0,9 a 1,1
Hidrocarburos aromáticos (ver la nota 4)	0,8 a 1,1
Alcoholes alifáticos (ver la nota 5)	0,7 a 1,0
Esteres (ver la nota 6)	0,7 a 1,0
Cetonas (ver la nota 7)	0,7 a 1,0

Ácidos orgánicos (ver la nota 8)	0,5 a 1,0
Efectos del oxígeno (ver la nota 9)	Interferencia permitida: 5% del límite de emisión
<p>NOTAS</p> <p>1 En el anexo B de la norma UNE EN 13526:2002 se indican los métodos para la determinación de las características del instrumento. Los rangos de los factores de respuesta deben ser demostrados en el modelo, mientras que el resto en el equipo.</p> <p>2 En el anexo C de la norma UNE EN 13526:2002 se dan ejemplos de factores habituales de respuesta.</p> <p>3 Para el propósito de esta IT, los hidrocarburos alifáticos pueden representarse por etano, butano, hexano, heptano, octano o ciclohexano.</p> <p>4 Para el propósito de esta IT, los hidrocarburos aromáticos pueden representarse por benceno y tolueno.</p> <p>5 Para el propósito de esta IT, los alcoholes alifáticos pueden representarse por metanol, etanol o propano!.</p> <p>6 Para el propósito de esta IT, los esterres pueden representarse por acetato de etilo o acetato de isobutilo.</p> <p>7 Para el propósito de esta IT, las cetonas pueden representarse por acetona.</p> <p>8 Para el propósito de esta IT, los ácidos orgánicos pueden representarse por ácido acético.</p> <p>9 Para gases efluentes con un contenido de oxígeno inferior al 18%, el efecto del oxígeno debe determinarse como se muestra en el anexo B de la norma UNE EN 13526:2002.</p>	

Gases.

Los gases que se utilizan para el muestreo en campo son los siguientes:

- Aire de combustión: la concentración de COT del aire de combustión no debe exceder el 1% del valor límite de emisión.
- Gas combustible: La concentración de COT en el gas combustible no debe exceder el 1% del valor límite de emisión. Puede ser:
 - o Hidrógeno
 - o Mezcla Hidrógeno / Helio
 - o Mezcla Hidrógeno / Nitrógeno
- Gas cero: debe usarse aire limpio o sintético cuya concentración de COT no exceda del 1% del valor límite de emisión

- Gas de rango o de span: debe ser propano en un aire sintético cuya concentración de COT no exceda del 1% del valor límite de emisión o del rango en el que se calibre el equipo. La concentración de propano debe ser del 80% del valor del rango de acuerdo a lo definido en la tabla 1. La incertidumbre máxima permitida de la concentración de propano no debe de superar el 2%.

Los gases deben ser trazables.

5. DESARROLLO

5.1. GENERALIDADES

El sitio de medida debe cumplir con los requisitos recogidos en las instrucciones técnicas IT-ATM-01 y 03, y debe realizarse en un momento adecuado de acuerdo a lo definido en la IT-ATM-02; por tanto, se podrá muestrear en un punto o en rejilla en función del resultado de la determinación de la homogeneidad.

5.2. AJUSTES Y COMPROBACIONES

Ajuste del instrumento:

Se pone el analizador en funcionamiento según las indicaciones del fabricante.

Se introduce gas cero y de rango, teniendo en cuenta que deben ser introducidos al mismo caudal y presión, usando la entrada de muestra o los puertos de entrada habilitados según las instrucciones del fabricante, siguiendo la siguiente secuencia de operaciones:

- a) se introduce el gas cero en el analizador y se ajusta el cero;
- b) se introduce el gas de rango y se ajusta el instrumento convenientemente;
- c) se introduce el gas cero en el analizador una vez más y se comprueba que la lectura vuelve a cero; en caso contrario, se repiten los pasos de a) a c).

Comprobaciones del instrumento y dispositivo de muestreo:

Deben repetirse los pasos de a) a c) del apartado anterior introduciendo los gases de cero y rango mediante la sonda de muestreo. Si existe una diferencia mayor del 5% entre las lecturas de rango entre la comprobación del equipo y el equipo más el dispositivo de muestreo, el equipo debe revisarse.

Esta operación debe realizarse antes y después del muestreo.

5.3. MEDIDAS

Se mide en los puntos seleccionados de acuerdo en la IT-ATM-03, teniendo en cuenta que se deben registrar los datos de manera continua mediante registrador, y que los registros generados deberán ser almacenados dado su carácter de registro primario, y se deben controlar los datos auxiliares necesarios en función de las condiciones en que se deba expresar la concentración. Estos registros deben ser incorporados al informe.

Para la realización de las medidas se seguirá lo descrito en la IT-ATM-02.

6. CÁLCULOS Y EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

6.1. Conversión de ppm de propano a mg C/Nm³.

$$(C_{\text{mg}})_h = C_{\text{GAS}} \times 1,607$$

Donde:

$(C_{\text{mg}})_h$ = Concentración del gas húmedo corregida (mg C/Nm³)

6.2. Conversión de mg C/Nm³ gas húmedo a mg C/Nm³ gas seco.

$$(C_{\text{mg}})_s = (C_{\text{mg}})_h \frac{100}{100 - H}$$

Donde:

$(C_{\text{mg}})_s$ Concentración del gas seco corregida (mg C/Nm³)

H: Porcentaje de humedad.

6.3. Conversión de mg C/Nm³ (O₂ de chimenea) a mg C/Nm³ (O₂ de referencia).

$$(C_{\text{mg}})_{\text{sref}} = (C_{\text{mg}})_s \frac{21 - \%O_{2\text{ref}}}{21 - \%O_{2\text{med}}}$$

Donde:

$(C_{\text{mg}})_{\text{sref}}$ Concentración del gas seco corregida y referida al oxígeno de referencia (mg C/Nm³)

%O₂ref: porcentaje de oxígeno en las condiciones de referencia.

%O₂med: porcentaje medido en volumen de oxígeno.

7. RESPONSABILIDADES

Es responsabilidad del titular de la instalación adaptar sus sitios y secciones de muestreo para posibilitar la realización de las medidas de acuerdo a lo recogido en la presente instrucción técnica, así como las instrucciones técnicas a que se hace referencia.

8. REFERENCIAS

NORMA UNE-EN 13526. Emisiones de fuentes estacionarias. Determinación de la concentración másica de carbono orgánico gaseoso total en gases efluentes de procesos que emplean disolventes. Método continuo por detector de ionización por llama.