



Universidad
Continental



Guía de Laboratorio

Contaminación del aire

Guía de Laboratorio
Contaminación del aire
Elaborada por Dante Manuel García Jiménez

Primera edición digital
Huancayo, abril de 2017

De esta edición

© Universidad Continental, Oficina de Gestión Curricular
Av. San Carlos 1795, Huancayo-Perú
Teléfono: (51 64) 481-430 anexo 7361
Correo electrónico: recursosucvirtual@continental.edu.pe
<http://www.continental.edu.pe/>

Versión en PDF disponible en <http://repositorio.continental.edu.pe/>

Cuidado de edición

Jullisa Falla Aguirre, Fondo Editorial

Diseño y diagramación

Yesenia Mandujano, Fondo Editorial

Todos los derechos reservados.
Cada autor es responsable del contenido de su propio texto.

La Guía de Laboratorio, recurso educativo editado por la Oficina de Gestión Curricular, puede ser impresa para fines de estudio.

Índice

Guía de práctica 1. Contaminantes sólidos sedimentables	4
Guía de práctica 2. Determinación de nitritos en contaminantes sólidos sedimentables	8
Guía de práctica 3. Introducción al análisis por espectrofotometría	12
Guía de práctica 4. Muestreo pasivo de NO ₂	15
Guía de práctica 5. Muestreo activo de NO ₂	19
Guía de práctica 6. Muestreo activo de NO ₂	23

GUÍA DE PRÁCTICA 1

CONTAMINANTES SÓLIDOS SEDIMENTABLES

Docente: Dante Manuel García Jiménez

Sección:

Fecha: / / 2017

Duración: 180 minutos

Instrucciones

Utilizar los implementos de seguridad y realizar la práctica de laboratorio. Elaborar el reporte con el contenido mínimo y entregarlo en la fecha.

1. Objetivo

Determinar la concentración de contaminantes sólidos sedimentables (CSS).

2. Fundamento teórico

En el monitoreo pasivo de contaminantes sólidos sedimentables se emplea el principio de gravimetría, es decir, la velocidad de sedimentación por la gravedad para la colección de polvo en un colector. Se le denomina Método Bergerhoff y sirve para determinar la concentración de la fracción sedimentable de material particulado.

3. Equipos y materiales

3.1. Equipos

Equipo	Características	Cantidad
Balanza	Analítica	1
Muestreador Bergerhoff		1
Mufla		1

3.2. Materiales

Materiales	Características	Cantidad
Cápsula de porcelana	50 ml	2
Vasos de precipitación	250 ml	2
Piseta		1
Pinzas		1
Desecador		1

4. Indicaciones

Usar implementos de seguridad. Tener cuidado con objetos punzocortantes.

5. Procedimientos

a. Manejo del colector

- Después del período de muestreo, tapar los recipientes y llevarlos al Laboratorio.
- Los recipientes con las muestras de precipitación de polvo no se deberían guardar más de 14 días en el Laboratorio. Deben de estar cerrados y almacenados en la refrigeradora y protegidos contra la luz para impedir el crecimiento de microorganismos.

b. Análisis de la masa de contaminantes sólidos sedimentables

Método 1. Muestra directa

- Para determinar el peso inicial del recipiente ($W_{\text{INICIAL RECIPIENTE}}$) de medición, tomar una cápsula de porcelana, secarla durante 1 hora a 105 °C, luego dejarla enfriar durante 30 minutos hasta alcanzar 20 °C y pesarla con la balanza analítica.
- Abrir el colector y sacar con una pinza elementos grandes como hojas, insectos, etc.
- Arrastrar con una piseta el polvo sedimentable del colector a un vaso de precipitación de 250 ml.
- Transferir el líquido a la cápsula de porcelana de 50 ml.
- Poner la cápsula de porcelana en la mufla de laboratorio y evaporar el agua.
- Programar la mufla a 115 °C por 2 h aproximadamente. Esto dependerá del contenido en la cápsula. Si el contenido es mayor a la mitad es posible que necesite más tiempo (8 h aprox.).
- Luego de finalizada la evaporación, sacar la cápsula de la mufla y pesarla en la balanza para obtener el peso final del recipiente ($W_{\text{FINAL RECIPIENTE}}$).

$$W_{\text{CSS}} = W_{\text{INICIAL RECIPIENTE}} - W_{\text{FINAL RECIPIENTE}}$$

Método 2. Alicuota de la muestra

- Para determinar el peso inicial de los recipientes ($W_{\text{INICIAL RECIPIENTE}}$) de medición, tomar una cápsula de porcelana, secarla durante 1 hora a 105 °C, luego dejarla enfriar durante 30 minutos hasta alcanzar 20 °C y pesarla en la balanza analítica.

- Abrir el colector y sacar con una pinza elementos grandes, como hojas, insectos, etc.
- Arrastrar con una piseta el polvo sedimentable del colector a un vaso de precipitación de 250 ml. Si el volumen del líquido que contiene los CSS es mayor, deberá usar un recipiente de mayor capacidad. Medir el volumen total de la muestra (VMUESTRA)
- Tomar una alícuota (muestra representativa, VALICUOTA) de 50 ml y transferir el líquido a la cápsula de porcelana.
- Poner la cápsula de porcelana en la mufla de laboratorio y evaporar el agua.
- Programar la mufla a 115 °C por 2 h aproximadamente.
- Luego de finalizada la evaporación, sacar la cápsula de la mufla y pesarla en la balanza para obtener el peso final del recipiente ($W_{\text{FINAL RECIPIENTE}}$).

$$W_{\text{CSS ALICUOTA}} = W_{\text{INICIAL RECIPIENTE}} - W_{\text{INICIAL RECIPIENTE}}$$

$$W_{\text{CSS}} = (W_{\text{CSS ALICUOTA}}) \frac{V_{\text{MUESTRA}}}{V_{\text{ALICUOTA}}}$$

c. Cálculo del área de colección

Hallar el área de colección del colector de contaminantes sólidos sedimentables.

6. Resultados

6.1. Reporte de laboratorio

El reporte tendrá el siguiente contenido:

- Título, sección, fecha y los integrantes del equipo de trabajo
- Objetivo(s)
- Resultados y discusión. Considere que el reporte deberá considerar cada detalle de las mediciones y los procedimientos de cálculos.

- Aplicación ambiental
- Conclusiones
- Anexos

7. Conclusiones

7.1.
.....
.....
.....

7.2.....
.....
.....
.....

7.3.....
.....
.....
.....

8. Sugerencias y/o recomendaciones

El análisis debe hacerse con mucho cuidado porque los resultados dependen de la sensibilidad con la que se realiza el procedimiento.

Referencias bibliográficas consultadas

ARAGÓN REVUELTA, Pilar y CATALÁ ICARDO, Mónica (2014). *Prácticas de contaminación atmosférica*. España: Editorial Universitat Politècnica de València.

SWISSCONTACT Y COSUDE (2001). *Manual de Laboratorio. Programa Aire Puro. Monitoreo del Aire*. Agencia Suiza para el Desarrollo y la Cooperación y Fundación Suiza de Cooperación para el Desarrollo Técnico.

GUÍA DE PRÁCTICA 2

DETERMINACIÓN DE NITRITOS EN CONTAMINANTES SÓLIDOS SEDIMENTABLES

Docente: Dante Manuel García Jiménez

Sección:

Fecha: / / 2017

Duración: 180 minutos

Instrucciones

Utilizar los implementos de seguridad y realizar la práctica de laboratorio. Elaborar el reporte con el contenido mínimo y entregarlo en la fecha.

1. Objetivos

Determinar la concentración de nitritos en contaminantes sólidos sedimentables.

2. Fundamento teórico

En el monitoreo pasivo de contaminantes sólidos sedimentables se emplea el principio de gravimetría, es decir, la velocidad de sedimentación por la gravedad para la colección de polvo en un colector. A este método se le llama Bergerhoff y sirve para determinar la concentración de la fracción sedimentable de material particulado.

Mediante métodos de análisis instrumental es posible la determinación de nitritos en los contaminantes sólidos sedimentables, ya que al ser un contaminante secundario se podría identificar que en el área de monitoreo el dióxido de nitrógeno por reacción química se generan iones nitritos.

3. Equipos, materiales y reactivos

3.1. Equipos

Equipo	Características	Cantidad
Balanza	Analítica	1
Muestreador Bergerhoff		1
Mufla		1
Espectrofotómetro	UV	1

3.2. Materiales

Materiales	Características	Cantidad
Cápsula de porcelana	50 ml	2
Vasos de precipitación	250 ml	3
Piseta		1
Pinzas		1
Desecador		1
Papel filtro	Watman	40
Embudo		1
Fiola	50 ml	5
Fiola	100 ml	2
Vasos de precipitación	100 ml	6

3.3. Reactivos

Reactivo	Características	Cantidad
Nitrito de sodio	Cristales	50 g
Sulfanilamida	Cristales	50 g
NEDA	Cristales	10 g

4. Indicaciones

Usar implementos de seguridad. Tener cuidado con objetos punzocortantes.

5. Procedimientos

a. Manejo del colector

- Después del período de muestreo, tapar los recipientes y llevarlos al laboratorio.
- Los recipientes con las muestras de precipitación de polvo no se deberían guardar más de 14 días en el laboratorio. Deben de estar cerrados y almacenados en la refrigeradora, y protegidos contra la luz para impedir el crecimiento de microorganismos.

b. Preparación de muestra y reactivos

Preparación de la muestra

- Abrir el colector y sacar con una pinza elementos grandes como hojas, insectos, etc.

- Arrastrar con una piseta el polvo sedimentable del colector a un vaso de precipitación de 250 ml. Agitar por 15 min hasta que se genere la fracción soluble.
- Filtrar la solución para trabajar solo con el líquido filtrado. Esta será la muestra.

Solución patrón de nitrito

- Preparar una solución de nitrito 100 mg/L. Antes de la preparación, secar la sal a 110 °C durante 1 h.

Solución de trabajo

- Preparar 100 ml de una solución de nitrito 5 mg/L a partir de la solución patrón. Es conveniente prepararla inmediatamente antes de ser utilizada.

Solución de sulfanilamida

- Disolver 5 g de sulfanilamida en 50 ml de HCl y aforar a 500 ml con agua destilada. Se debe desechar cuando adquiera color, normalmente es tras varios meses de almacenamiento.

Solución de NEDA

- Disolver 0.5 g de NEDA en 500 ml de agua destilada. Este reactivo se debe conservar en la nevera y reemplazarlo cuando cambie de color.

c. Procedimiento

Curva de calibración

- A partir de la solución de trabajo, se toman cantidades necesarias para preparar 5 soluciones de concentraciones comprendidas entre 0.1 y 0.7 mg/l de nitrito de sodio en fioles de 50 ml.

Reacción química

- Trasvasar la muestra de las soluciones de calibrado a vasos de precipitación (identificarlos previamente). Añadir 1 ml de solución de sulfanilamida, agitar y dejar reaccionar un tiempo de 2 a 8 min. Agregar después 1 ml de soluciones NEDA, luego homogenizar y dejar reaccionar durante 10 min, finalmente medir la absorbancia a 543 nm en el espectrofotómetro UV. El color permanece estable hasta las 2 horas.

6. Resultados

Reporte de laboratorio

El reporte tendrá el siguiente contenido:

- Título, sección, fecha y los integrantes del equipo de trabajo
- Objetivo(s)
- Resultados y discusión. Considere que el reporte deberá considerar cada detalle de las mediciones y los procedimientos de cálculos.
- Aplicación ambiental
- Conclusiones
- Anexos

7. Conclusiones

7.1.
.....
.....
.....

7.2.....
.....
.....
.....

7.3.....
.....
.....
.....

8. Sugerencias y/o recomendaciones

El análisis debe hacerse con mucho cuidado porque los resultados dependen de la sensibilidad con la que se realiza el procedimiento.

Referencias bibliográficas consultadas

ARAGÓN REVUELTA, Pilar y CATALÁ ICARDO, Mónica (2014). *Prácticas de contaminación atmosférica*. España: Editorial Universitat Politècnica de Valencia.

SWISSCONTACT y COSUDE (2001). *Manual de Laboratorio. Programa Aire Puro. Monitoreo del Aire*. Agencia Suiza para el Desarrollo y la Cooperación y Fundación Suiza de Cooperación para el Desarrollo Técnico.

GUÍA DE PRÁCTICA 3

INTRODUCCIÓN AL ANÁLISIS POR ESPECTROFOTOMETRÍA

Docente: Dante Manuel García Jiménez

Sección:

Fecha: / / 2017

Duración: 180 minutos

Instrucciones

Utilizar los implementos de seguridad y realizar la práctica de laboratorio. Elaborar el reporte con el contenido mínimo y entregarlo en la fecha.

1. Objetivos

Construir una curva de calibración y calcular la concentración desconocida de una muestra.

2. Fundamento teórico

El análisis instrumental mediante la espectrofotometría UV permite determinar la concentración de una sustancia ya que esta es directamente proporcional a la cantidad de energía que absorbe cuando dicha sustancia se somete a cierta radiación de una determinada longitud de onda.

Si una sustancia se somete a determinada potencia de radiación electromagnética (I_0) la muestra absorbe cierta cantidad de energía, donde la cantidad que pasa (I) es posible detectarla electrónicamente. A esta relación se le conoce como transmitancia.

$$T = \frac{I}{I_0}$$

Si generamos el logaritmo decimal a la relación anterior queda

$$\log\left(\frac{I}{I_0}\right) = -\log T$$

A esto se le conoce como absorbancia, es decir un proceso inverso a la transmitancia.

$$A = -\log T$$

Si una muestra no absorbe energía ($A = 0$) tiene 100 % de transmitancia porque I e I_0 serían iguales y su cociente es 1.

La absorbancia (A) es directamente proporcional con la concentración (C) de

una sustancia, a esto se le conoce como Ley de Lambert Beer, donde a es una constante de proporcionalidad llamada absorptividad que se puede determinar experimentalmente, b corresponde a la longitud que recorre la radiación a través de la sustancia.

$$A = a \cdot b \cdot C$$

3. Equipos, materiales y reactivos

3.1. Equipos

Equipo	Características	Cantidad
Balanza	analítica	1
Espectrofotómetro	UV	1

3.2. Materiales

Materiales	Características	Cantidad
Pipeta	10 ml	2
Fiola	100 ml	1
Fiola	25 ml	6

3.3. Reactivos

Reactivo	Características	Cantidad
Permanganato de potasio	cristales	200 g

4. Indicaciones

Usar implementos de seguridad. Tener cuidado con objetos punzocortantes.

5. Procedimientos

Preparación de la solución madre

- Preparar una solución madre de 80 ppm de KMnO_4 .

Preparación de las soluciones estándar

- Preparar cuatro soluciones estándar de 4, 8, 16 y 40 ppm a partir de la solución madre.

Lectura de la absorbancia

- Poner el espectrofotómetro a 525 nm.
- Realizar la lectura del blanco.
- Realizar la lectura de cada solución estándar.

Construcción de la curva de calibración

- Con los datos obtenidos de absorbancia construya una curva de concentración vs absorbancia.
- Ajuste la curva a una ecuación lineal.

Cálculo de la concentración desconocida

- Mida la absorbancia de la muestra de concentración desconocida.
- Con la absorbancia de la muestra desconocida determine la concentración de la muestra empleando la curva de calibración.

6. Resultados

Reporte de laboratorio

El reporte tendrá el siguiente contenido:

- Título, sección, fecha y los integrantes del equipo de trabajo
- Objetivo(s)
- Resultados y discusión. Considere que el reporte deberá considerar cada detalle de las mediciones y los procedimientos de cálculos.
- Aplicación ambiental
- Conclusiones
- Anexos

7. Conclusiones

7.1.
.....
.....
.....

7.2.....
.....
.....
.....

7.3.....
.....
.....
.....

Referencia bibliográfica consultada

Skoog, Douglas A. (2008). *Principios de análisis instrumental*. 6.ª ed. México: Cengage Learning Editores.

GUÍA DE PRÁCTICA 4

MUESTREO PASIVO DE NO₂

Docente: Dante Manuel García Jiménez

Sección:

Fecha: / / 2017

Duración: 180 minutos

Instrucciones

Utilizar los implementos de seguridad y realizar la práctica de laboratorio. Elaborar el reporte con el contenido mínimo y entregarlo en la fecha.

1. Objetivos

Estimar la concentración de NO₂ mediante difusores radiello.

2. Fundamento teórico

El monitoreo pasivo de contaminantes gaseosos tiene su fundamento en la Ley de Fick de la difusión. La Ley de Fick considera que en determinado medio el fenómeno de transporte de una sustancia se da desde una concentración mayor a una concentración menor. En función a ello un contaminante a determinada concentración puede fluir por convección natural hacia un punto de menor concentración de manera que este pueda entrar en contacto con una sustancia que la pueda absorber y luego por análisis químico determinar la concentración que existía del contaminante debido a que todo fenómeno de transporte siempre llega al estado estacionario.

La elección de la sustancia absorbente depende de la afinidad que tiene cada contaminante y esto permite identificar determinadas sustancias para determinados contaminantes.

La trietanolamina como sustancia absorbente en un soporte (tubo soporte) es capaz de absorber dióxido de nitrógeno y realizar con este método la determinación de concentraciones de dióxido de nitrógeno por análisis químico instrumental.

3. Equipos, materiales y reactivos

3.1. Equipos

Equipo	Características	Cantidad
Espectrofotómetro	UV	1

3.2. Reactivos

Reactivo	Cantidad
Trietanolamina	50 ml
Agua desionizada	1000 ml
Etilenglicol	25 ml
Acetona	50 ml
Ácido clorhídrico	250 ml
Ácido clorhídrico	200 ml
Nitrito de sodio	20 g
Sulfanilamida	50 g
NEDA	100 g

4. Indicaciones

- Usar implementos de seguridad completa (guardapolvo, guantes, lentes, mascarilla, cofia).
- Tener cuidado con el aserrín y el cemento ya que tienen partículas muy pequeñas.

5. Procedimientos

a. Preparación de sustancia absorbente de impregnación

- Medir 11 ml de trietanolamina (TEA), 3.5 ml de etilenglicol y 25 ml de acetona.
- Enrasar a 100 ml con agua desionizada.

b. Preparación de cartucho absorbente

- Lave el cartucho con agua destilada dos o tres veces, luego lávelo con HCl y enjuague con agua destilada.
- Tome con una jeringa la solución absorbente e impregne el cartucho.

c. Preparación de los estándares de calibración

- Solución madre: disolver 0.15 g de NaNO_2 previamente desecado y enrasar a 100 ml. Esta solución corresponde a 1000 mg/l NO_2 .
- Soluciones estándar: preparar soluciones estándar de NO_2 a partir de la solución madre.

Estándar 1 (1 mg/l)

Estándar 2 (5 mg/l)

Estándar 3 (10 mg/l)

Estándar 4 (15 mg/l)

d. Reactivos de colorimetría

- Sulfanilamida: disolver 10 g de sulfanilamida en 100 ml de HCl concentrado y diluir a 1 l con agua destilada.
- NEDA: disolver 250 mg de NEDA en 250 ml de agua destilada (descartar la solución si tiene coloración marrón).

e. Curva de calibración (absorbancia 537 nm)

- Punto 0. Leer la absorbancia con una muestra en blanco.
- Punto 1. Tomar 0.5 ml del estándar 1 y añadir 0.5 ml de la solución de sulfanilamida, agitar y esperar 5 min. Luego agregar 1 ml de NEDA, agitar y esperar 10 min. Leer la absorbancia en el espectrofotómetro. La absorbancia de esta medición corresponde a 500 ng NO₂.
- Punto 2. Tomar 0.5 ml del estándar 2 y añadir 0.5 ml de la solución de sulfanilamida, agitar y esperar 5 min. Luego agregar 1 ml de NEDA, agitar y esperar 10 min. Leer la absorbancia en el espectrofotómetro. La absorbancia de esta medición corresponde a 2500 ng NO₂.
- Punto 3. Tomar 0.5 ml del estándar 3 y añadir 0.5 mL de la solución de sulfanilamida. Agitar y esperar 5 min. Añadir 1 mL de NEDA. Agitar y esperar 10 min. Leer la absorbancia en el espectrofotómetro. La absorbancia de esta medición corresponde a 5000 ng NO₂.
- Punto 1. Tomar 0.5 ml del estándar 1 y añadir 0.5 ml de la solución de sulfanilamida, agitar y esperar 5 min. Luego agregar 1 ml de NEDA, agitar y esperar 10 min. Leer la absorbancia en el espectrofotómetro. La absorbancia de esta medición corresponde a 7500 ng NO₂.
- Construir la curva de calibración entre la concentración (eje X) y la absorbancia (eje Y).

f. Análisis del cartucho del muestreador pasivo

- Desmontar el dispositivo de muestreo pasivo
- Tomar el cartucho y ponerlo sobre un tubo de ensayo limpio.
- Añadir 5 ml de agua destilada y agitar vigorosamente durante 1 min.
- Transferir 0.5 ml de la solución de extracción del cartucho a un tubo de ensayo y añadir 0.5 ml de solución de sulfanilamida, agitar y esperar 5 min.
- Añadir 1 ml de NEDA, agitar y esperar 10 min.
- Leer la absorbancia en el espectrofotómetro a 537 nm.
- Es necesario que este mismo procedimiento lo realice también con una muestra en blanco (cartucho sin exponer).

g. Calculo de la concentración desconocida

- Coeficiente de captación estándar a 298K:

$$S_{298} = 0.141 \text{ ng / ppb.min}$$

coeficiente de captación ambiental a temperatura promedio de muestreo

$$S_a = S_{298} \left(\frac{T_a}{298} \right)^{7.0}$$

concentración de NO₂

$$C_{NO2} = \frac{Q_{NO2}}{S_a t}$$

C_{NO2}: ppb NO₂

Q_{NO2}: ng de NO₂ (hallado en la curva de calibración)

S_a: Coeficiente de captación ambiental, ng/ppb.min

t: tiempo de exposición, min.

6. Resultados

Reporte de laboratorio

El reporte tendrá el siguiente contenido:

- Título, sección, fecha y los integrantes del equipo de trabajo
- Objetivo(s)
- Resultados y discusión. Considere que el reporte deberá considerar cada detalle de las mediciones y los procedimientos de cálculos.
- Aplicación ambiental
- Conclusiones
- Anexos

7. Conclusiones

7.1.

7.2.

7.3.

Referencia bibliográfica consultada

Fondazione Salvatore Maugeri (2016). *Radiello's manual*.

GUÍA DE PRÁCTICA 5

MUESTREO ACTIVO DE NO₂

Docente: Dante Manuel García Jiménez

Sección:

Fecha: / / 2017

Duración: 180 minutos

Instrucciones

Utilizar los implementos de seguridad y realizar la práctica de laboratorio. Elaborar el reporte con el contenido mínimo y entregarlo en la fecha.

1. Objetivos

Analizar NO₂ en una muestra de aire.

2. Fundamento teórico

Empleando un dispositivo que genera vacío es posible succionar una muestra de aire ambiente que contiene NO₂ a través de un recipiente que contiene una solución de trietanolamina. El producto de la reacción es un compuesto llamado azocolorante que luego puede ser medido por espectrofotometría UV a 540 nm.

3. Equipos, materiales y reactivos

3.1. Equipos

Equipo	Características	Cantidad
Balanza	Analítica	1
Espectrofotómetro	UV	1
Tren de muestreo		1

3.2. Materiales

Materiales	Características	Cantidad
Fiola	1000 ml	5
Fiola	500 ml	1
Fiola	50 ml	9
pipeta	10 ml	1

3.3. Reactivos

Reactivo	Cantidad
Trietanolamina	50 g
n-butanol	20 ml
Acetona	200 ml
Fosfato diamónico	100 g
Nitrito sódico	50 g
Ácido sulfanílico	50 g
Dicloruro de NEDA	300 mg

4. Indicaciones

Usar implementos de seguridad completa (guardapolvo, guantes, lentes, mascarilla, cofia).

5. Procedimientos

5.1. Preparación de reactivos

a) Solución captadora

Añadir 15 g de trietanolamina a 500 ml de agua destilada, luego adicione 3 ml de N-Butanol; mezclar bien y diluir hasta un litro. El reactivo es estable por dos (2) meses si se mantiene en una botella oscura en el refrigerador.

b) Solución tampón fosfato

En una fiola con 500 ml de agua destilada añadir 200 ml de ácido fosfórico y disolver 230 mg de fosfato diamónico. Completar con agua destilada hasta 1 l.

c) Solución de diazotación

En una fiola con 500 ml de agua destilada añadir 90 ml de acetona y disolver 9.1 g de ácido sulfanílico, aforar a 1 l con agua destilada.

d) Solución de copulación (NEDA)

En una fiola con 500 ml de agua destilada añadir 200 ml de tampón fosfato y disolver 160 mg de NEDA. Transferir a un aforado y enrasar a 1 l.

e) Reactivo colorimétrico

En el momento de análisis mezclar por partes iguales las disoluciones de diazotación y copulación.

f) Solución patrón de NO₂

Disolver exactamente 3.75 g de nitrito de sodio previamente desecado y enrasar a 1l. La solución corresponde a 2.5 mg/l de NO₂. Valorar con permanganato de potasio. Esta solución es estable durante 3 meses.

g) Solución patrón de trabajo

La disolución patrón de trabajo de 5 mg/l de NO₂ se prepara por dilución a partir de la solución patrón. Preparar diariamente.

5.2. Toma de muestra

Colocar 100 ml de la solución captadora en el tren de muestreo. Hacer pasar por el frasco absorbedor 0.4-1 l/min de aire por un tiempo de 1 h. Finalizada la toma de muestra, transferir la solución a una fiola de 50 ml. Se sugiere lavar dos veces la fiola con 5 ml de solución captadora.

5.3. Curva de calibración

Preparar disoluciones de trabajo de NO₂ tomando 0.0, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0 y 2.5 ml de la solución patrón de trabajo que se completan con 5 ml de solución captadora en fiolas de 50 ml. No se debe aforar aún.

5.4. Muestra

Tomar 5 ml de la muestra y verter en una fiola de 50 ml. No aforar. Realizar tres réplicas.

5.5. Reacción colorimétrica y análisis

Una vez preparadas las soluciones de la curva de calibración y la muestra, aforar cada una con el reactivo colorimétrico. Mezclar bien y esperar una hora, agitar periódicamente. Leer la absorbancia a 550 nm.

6. Resultados**Reporte de laboratorio**

El reporte tendrá el siguiente contenido:

- Título, sección, fecha y los integrantes del equipo de trabajo
- Objetivo(s)
- Resultados y discusión. Considere que el reporte deberá considerar cada detalle de las mediciones y los procedimientos de cálculos.
- Aplicación ambiental
- Conclusiones
- Anexos

7. Conclusiones

7.1.
.....
.....

7.2.
.....
.....

7.3.
.....
.....

Referencia bibliográfica

ARAGÓN REVUELTA, Pilar y CATALÁ ICARDO, Mónica (2014). *Prácticas de contaminación atmosférica*. España: Editorial Universitat Politecnica de Valencia.

GUÍA DE PRÁCTICA 6

MUESTREO ACTIVO DE NO₂

Docente: Dante Manuel García Jiménez

Sección:

Fecha: / / 2017

Duración: 180 minutos

Instrucciones

Utilizar los implementos de seguridad y realizar la práctica de laboratorio. Elaborar el reporte con el contenido mínimo y entregarlo en la fecha.

1. Objetivos

Analizar NO₂ en una muestra de aire.

2. Fundamento teórico

Empleando un dispositivo que genera vacío es posible succionar una muestra de aire ambiente que contiene NO₂ a través de un recipiente que contiene una solución de trietanolamina. El producto de la reacción es un compuesto llamado azocolorante que luego puede ser medido por espectrofotometría UV a 540 nm.

3. Equipos, materiales y reactivos

3.1. Equipos

Equipo	Características	Cantidad
Balanza	Analítica	1
Espectrofotómetro	UV	1
Tren de muestreo		1

3.2. Materiales

Materiales	Características	Cantidad
Fiola	1000 ml	5
Fiola	500 ml	1
Fiola	50 ml	9
Pipeta	10 ml	1

3.2. Reactivos

Reactivo	Cantidad
Trietanolamina	50 g
n-butanol	20 ml
Acetona	200 ml
Fosfato diamónico	100 g
Nitrito sódico	50 g
Ácido sulfanílico	50 g
Dicloruro de NEDA	300 mg

4. Indicaciones

Usar implementos de seguridad completa (guardapolvo, guantes, lentes, mascarilla, cofia).

5. Procedimientos

5.1. Preparación de reactivos

a) Solución captadora

Añadir 15 g de trietanolamina a 500 ml de agua destilada, luego adicione 3 ml de N-Butanol; mezclar bien y diluir hasta un litro. El reactivo es estable por dos (2) meses si se mantiene en una botella oscura en el refrigerador.

b) Solución tampón fosfato

En una fiola con 500 ml de agua destilada añadir 200 ml de ácido fosfórico y disolver 230 mg de fosfato diamónico. Completar con agua destilada hasta 1 l.

c) Solución de diazotación

En una fiola con 500 ml de agua destilada añadir 90 ml de acetona y disolver 9.1 g de ácido sulfanílico, aforar a 1 l con agua destilada.

d) Solución de copulación (NEDA)

En una fiola con 500 ml de agua destilada añadir 200 ml de tampón fosfato y disolver 160 mg de NEDA. Transferir a un aforado y enrasar a 1 l.

e) Reactivo colorimétrico

En el momento de análisis mezclar por partes iguales las disoluciones de diazotación y copulación.

f) Solución patrón de NO₂

Disolver exactamente 3.75 g de nitrito de sodio previamente desecado y enrasar a 1l. La solución corresponde a 2.5 mg/l de NO₂. Valorar con permanganato de potasio. Esta solución es estable durante 3 meses.

g) Solución patrón de trabajo

La disolución patrón de trabajo de 5 mg/l de NO₂ se prepara por dilución a partir de la solución patrón. Preparar diariamente.

5.2. Toma de muestra

Colocar 100 ml de la solución captadora en el tren de muestreo. Hacer pasar por el frasco absorbedor 0.4-1 l/min de aire por un tiempo de 1 h. Finalizada la toma de muestra, transferir la solución a una fiola de 50 ml. Se sugiere lavar dos veces la fiola con 5 ml de solución captadora.

5.3. Curva de calibración

Preparar disoluciones de trabajo de NO₂ tomando 0.0, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0 y 2.5 ml de la solución patrón de trabajo que se completan con 5 ml de solución captadora en folias de 50 ml. No se debe aforar aún.

5.4. Muestra

Tomar 5 ml de la muestra y verter en una fiola de 50 ml. No aforar. Realizar tres réplicas.

5.5. Reacción colorimétrica y análisis

Una vez preparadas las soluciones de la curva de calibración y la muestra, aforar cada una con el reactivo colorimétrico. Mezclar bien y esperar una hora, agitar periódicamente. Leer la absorbancia a 550 nm.

6. Resultados

Reporte de laboratorio

El reporte tendrá el siguiente contenido:

- Título, sección, fecha y los integrantes del equipo de trabajo
- Objetivo(s)
- Resultados y discusión. Considere que el reporte deberá considerar cada detalle de las mediciones y los procedimientos de cálculos.
- Aplicación ambiental
- Conclusiones
- Anexos

7. Conclusiones

7.1.
.....
.....

7.2.
.....
.....

7.3.
.....
.....

Referencia bibliográfica

ARAGÓN REVUELTA, Pilar y CATALÁ ICARDO, Mónica (2014). *Prácticas de contaminación atmosférica*. España: Editorial Universitat Politècnica de València.

