



Universidad Nacional Autónoma de
México

Facultad de Química

Guion experimental de Protección Ambiental I

Determinación de amoniaco en la atmósfera

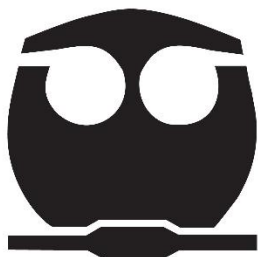
T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:

INGENIERA QUÍMICA

PRESENTA:

KAREN LIZETH VEGA CASTILLO.



Ciudad de México, 2018



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

Jurado asignado

PRESIDENTE.	Profesor: José Agustín García Reynoso
VOCAL.	Profesor: Sergio Adrián García González
SECRETARIO.	Profesor: Gema Luz Andraca Ayala
1er. SUPLENTE.	Profesor: Alejandra Mendoza Campos
2do. SUPLENTE.	Profesor: Claudia Inés Rivera Cárdenas

Sitio donde se desarrolló el tema:

Centro de Ciencias de la Atmósfera

ASESOR DEL TEMA:

Dra. Gema Luz Andraca Ayala

ASESOR TÉCNICO:

M. en C. Lida Andrea Solórzano García

SUSTENTANTE:

Karen Lizeth Vega Castillo

Agradecimientos

A la **Universidad Nacional Autónoma de México** por ser mi Alma Máter, inspirándome siempre a ser humilde y a siempre hacer más y mejores cosas en retribución a la comunidad.

A la **Facultad de Química** por ser guía en la construcción de mi conocimiento para desarrollarme íntegramente en mi profesión.

Al **Centro de Ciencias de la Atmósfera** por permitirme desarrollar el proyecto de tesis en sus instalaciones.

Al proyecto **PAPIME PE200317** por los fondos y el apoyo económico que se me brindó, el cual me sirvió para la realización del proyecto “Guion experimental de Protección Ambiental I. Determinación de amoniaco en la atmósfera”

A la **Doctora Gema Luz Andraca Ayala** por brindarme su apoyo incondicional y sus consejos en este y otros propósitos, gracias por hacerme crecer personal y profesionalmente.

A **Lida A. Solórzano García** por el apoyo, las lecciones y la ayuda en el proyecto.

Al **Dr. Ricardo Torres Jardón** y al **Dr. Agustín García Reynoso** por todo el apoyo y los consejos brindados a lo largo de este propósito.

Al **Ing. Alfredo Rodríguez Manjarrez** del taller del Centro de Ciencias de la Atmósfera por el apoyo en la elaboración de los materiales de soporte.

Dedicatoria

A mis padres **Patricia Castillo Ojeda y Mario Vega Meza**, que con tanto esfuerzo, sacrificio y ejemplo, me guiaron para llegar hasta donde estoy ahora. Sin su apoyo, nada de esto hubiese sido posible. ¡Lo logramos!

A mi hermana **Cynthia A. Vega Castillo**, por ser el ejemplo de que no importa a lo que te dediques mientras lo hagas con pasión.

A mi abuelita **Esperanza**, que hoy me cuida desde el cielo y sé que está orgullosa de mí y de los logros que he ido cosechando.

A mis amigos, incondicionales compañeros de vida y consejeros, que me han brindado su apoyo en todo momento. Sin ustedes mi estancia en la Universidad y en las distintas áreas de mi formación personal y profesional, no hubiera sido la misma. Saben que son una extensión de mi familia, y que no hace falta decir cuánto es que aprecio que hayamos coincidido en esta vida.

A ti.

A mí.

Contenido

INTRODUCCIÓN	6
OBJETIVO GENERAL	7
OBJETIVO PARTICULAR	7
ANTECEDENTES	8
CARACTERÍSTICAS DEL AMONIACO.....	8
EFECTOS EN LA SALUD	9
FUENTES DE EMISIÓN.	10
<i>Fuentes Naturales</i>	12
<i>Fuentes Antropogénicas</i>	13
CONTAMINANTE NO CRITERIO.....	14
NORMATIVIDAD LABORAL	15
METODOLOGÍA	16
DESARROLLO DEL GUION EXPERIMENTAL	17
TREN DE MUESTREO	17
DESCRIPCIÓN DEL TREN DE MUESTREO.....	18
ACOPLAMIENTO DEL TREN DE MUESTREO.....	20
PRUEBAS DEL FLUJO DEL EQUIPO	22
RESULTADOS DE LAS PRUEBAS DE CALIBRACIÓN	24
<i>Bomba de diafragma</i>	25
<i>Bomba rotatoria</i>	25
<i>Curvas patrón</i>	26
DETERMINACIONES DE AMONIACO EN LA ATMÓSFERA.....	29
<i>Resultados de los muestreos realizados</i>	31
ANÁLISIS DE RESULTADOS	32
CONCLUSIONES	33
BIBLIOGRAFÍA	34
GUION EXPERIMENTAL	36
GUION	36
REFERENCIAS CONSULTADAS	42
REFERENCIAS CITADAS	42
ANEXO A	43
DIAGRAMA DE ENSAMBLADO DEL SISTEMA DE COLECCIÓN DE AMONIACO	43
ANEXO B	45
CURVA DE CALIBRACIÓN PARA AMONIACO	45
ANEXO C	46
PREPARACIÓN DE DISOLUCIONES.....	46
<i>Solución Absorbadora</i>	46
<i>Solución de Nitroprusiato de Sodio</i>	46

<i>Solución de Hidróxido de Sodio 6.75 M</i>	46
<i>Solución de Hipoclorito de Sodio</i>	46
<i>Solución de Fenol al 45% v/v</i>	46
<i>Buffer</i>	46
<i>Solución de Trabajo de Hipoclorito</i>	46
<i>Solución de Trabajo de Fenol</i>	46
ANEXO D	47
FÓRMULAS	47
ANEXO E	49
ANEXO F	51

Introducción

La siguiente tesis tuvo como finalidad la elaboración de un guion experimental de laboratorio para la asignatura optativa de Protección Ambiental I del programa de Ingeniería Química de la Facultad de Química de la UNAM.

Se revisaron diferentes metodologías y técnicas analíticas para la realización del guion, de las cuales se seleccionó un muestreo activo de burbujeo de aire a 2 L/min en una solución de ácido sulfúrico a 0.1 N para la captura del amoníaco en fase gas y su posterior cuantificación por el método de indofenol siendo este una técnica analítica por colorimetría (método espectrofotométrico) a una longitud de onda de 630 nm.

El amoníaco es emitido mediante fuentes naturales y antropogénicas, por lo cual se comprobó el funcionamiento del método de muestreo realizando una comparación entre las concentraciones de amoníaco en un sitio urbano de la Ciudad de México (Centro de Ciencias de la Atmósfera, UNAM) y en un sitio rural en Tres Marías, Mor., (Centro de Enseñanza, Investigación y Extensión en Producción Ovina, UNAM). Se obtuvieron concentraciones de amoníaco de 29.57 a 94.85 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ en la Ciudad de México mientras que en sitio rural las concentraciones son de 18.53 a 31.92 $\mu\text{g}/\text{m}^3$. Una vez comprobado el funcionamiento del sistema se elaboró el Guión Experimental de Protección Ambiental 1 “Determinación de amoníaco en la atmósfera”

Objetivo General

Desarrollar de un guion experimental para la asignatura optativa de Protección Ambiental I de la licenciatura de Ingeniería Química de la Facultad de Química, UNAM, la cual permita poner en práctica los conocimientos adquiridos en las materias teóricas (Ingeniería Ambiental y Protección Ambiental I), así como la identificación de riesgos a la salud y al ambiente cuando existe contaminación por amoníaco.

Objetivo Particular

Implementar de un sistema de muestreo para la determinación de amoníaco en la atmósfera por un método activo de burbujeadores para el posterior desarrollo del guion experimental en calidad del aire con base en la investigación previa del método de Indofenol y la prueba de la efectividad del mismo realizando diferentes mediciones de amoníaco en la atmósfera.

Antecedentes

El amoníaco es sumamente importante para los seres vivos. Se encuentra en el agua, el suelo y el aire, y es una fuente de nitrógeno que necesitan las plantas y los animales. La mayor parte del amoníaco en el ambiente se deriva de la descomposición natural de estiércol y de plantas y animales muertos.

El 80% del amoníaco que se manufactura se usa como abono. Un tercio de esta cantidad se aplica directamente al suelo en forma de amoníaco puro. El resto se usa para producir otros abonos que contienen compuestos de amonio, generalmente sales de amonio. Estos abonos se usan para suministrar nitrógeno a las plantas. El amoníaco se usa también para fabricar fibras sintéticas, plásticos y explosivos. Numerosos productos de limpieza también contienen amoníaco en la forma de iones de amonio. (ATSDR, 2017)

Además, este compuesto juega un papel importante en la química de la atmósfera, ya que forma aerosoles que contienen sulfato (Agencia EFE, 2017), provocando un efecto de enfriamiento en la atmósfera, aumentando la concentración de partículas finas (dgNest, 2017) y contribuyendo a la basificación de la lluvia.

Gran parte de los ácidos emitidos, como los óxidos de nitrógeno y el dióxido de azufre, son neutralizados por el amoníaco, obteniéndose como resultado al ion amonio como componente importante de aerosoles y precipitaciones atmosféricas (Herrera Gutiérrez, 2016).

Características del amoníaco

El amoníaco es un gas incoloro con un olor característico y peso molecular de 17 g/mol. Cuando está en estado gaseoso es muy soluble en agua, pero una vez que se expone al aire, el amoníaco líquido se transforma rápidamente a gas. También disuelve una gran variedad de sales y tiene una gran capacidad para ionizar los electrolitos. (Hernández Delgado, 2015).

Es más liviano que el aire y posee características de inflamabilidad. Es fácilmente comprimido hasta condensar como líquido transparente a condiciones de 1013.25

kPa y 198 K. El amoniaco anhidro en cualquiera de sus presentaciones es higroscópico. (ATSDR, 2017).

Es estable a temperatura ambiente, pero a altas temperaturas se descompone en hidrógeno y nitrógeno. Generalmente, las disoluciones con concentraciones inferiores a 5% no producen vapores inflamables a ninguna temperatura. (Facultad de Química, UNAM, 2017)

El olor es reconocido por mucha gente ya que el amoníaco se usa en sales aromáticas, en muchos productos de limpieza domésticos e industriales, así como en productos para limpiar vidrios. Cabe aclarar que ante un tiempo prolongado de exposición causa severos daños a la salud (ATSDR, 2017) ya que fácilmente puede reaccionar con la piel, ojos y sistema respiratorio al formar hidróxido de amonio (Toxicity, 2009)

Efectos en la salud

La exposición a una sustancia ocurre sólo cuando se bebe, inhala, come o se está en contacto con la piel. Dependiendo del tiempo, concentración y la forma en cómo se entró en contacto con cierto compuesto, será el nivel de toxicidad y/o perjudicialidad que tendrá para la salud de la persona expuesta.

En caso de exposición a dosis altas amoniaco, las afecciones a la salud ocurren en el sitio de contacto directo ya que es una sustancia corrosiva e irritante.

Inicialmente el Amoniaco que se respira del aire se disuelve totalmente en las mucosas, pero de la totalidad del Amoniaco que ingresa, cerca del 80% es devuelto de nuevo a la atmósfera por esta misma ruta. El Amoniaco inhalado puede ingresar directamente a las vías circulatorias al igual que las soluciones acuosas de amoniaco que se ponen en contacto con la piel. El Amoniaco adsorbido se excreta a través de los riñones en la orina como urea y por el sudor en forma de compuestos de amonio. (Información Minera y Ambiental, 2017).

En resumen, la exposición a niveles altos de amoníaco en el aire puede ser irritante para la piel, los ojos, la garganta y los pulmones y puede producir tos y quemaduras. La exposición a niveles muy altos de amoníaco puede producir daño

del pulmón y la muerte. Algunas personas asmáticas pueden ser más sensibles a los efectos de respirar amoníaco que otras personas.

Ingerir soluciones concentradas de amoníaco puede producir quemaduras en la boca, la garganta y el estómago. Derramar amoníaco en los ojos puede producir quemaduras y ceguera. (ATSDR, 2017)

La exposición crónica a bajas concentraciones de esta sustancia en el aire (<25 ppm_v) no ha mostrado tener repercusión en las funciones pulmonares. La exposición prolongada (o crónica) a concentraciones moderadas (25 - 100 ppm_v), tiene influencia sobre la generación de asma y bronquitis. Se puede desarrollar en algunos individuos irritaciones crónicas del tracto respiratorio y tos crónica. En los ojos se puede presentar irritación grave de las membranas y en la piel puede causar dermatitis. (Información Minera y Ambiental, 2017)

Fuentes de emisión.

Las emisiones antropogénicas del amoníaco en la atmósfera están relacionadas a la industria de la agricultura (producción de fertilizantes), emisiones vehiculares, industria manufacturera, al tratamiento de aguas residuales o sistemas de refrigeración que adicionan una gran cantidad a las fuentes naturales. Las fuentes biogénicas incluyen excretas de animales así como de emisiones de microorganismos en suelo (Seinfeld & Pandis, 1998). La concentración de amoníaco en la atmósfera puede aumentar a causa de la volatilización del amoníaco del suelo o de fuentes de agua en áreas donde se aplica como fertilizante. Este fenómeno es más marcado en áreas de pH altos y temperaturas elevadas (González López, 2015)

De acuerdo con el Inventario Nacional de Emisiones de México (INEM), en el 2013 se emitieron alrededor de 59 millones de toneladas de contaminantes atmosféricos, de los cuales 21% provinieron de fuentes naturales (vegetación, actividad microbiana del suelo y actividad volcánica) y 79% de fuentes antropogénicas (SEMARNAT, 2013) como se puede observar en la **figura 1**, las emisiones antropogénicas aumentaron considerablemente si lo comparamos con 40.5 millones de toneladas de contaminantes, de los cuales, 58% fueron emitidos

por fuentes naturales (suelo, vegetación y actividad volcánica) y 42% fuentes antropogénicas en el año de 1999 (González López, 2015).

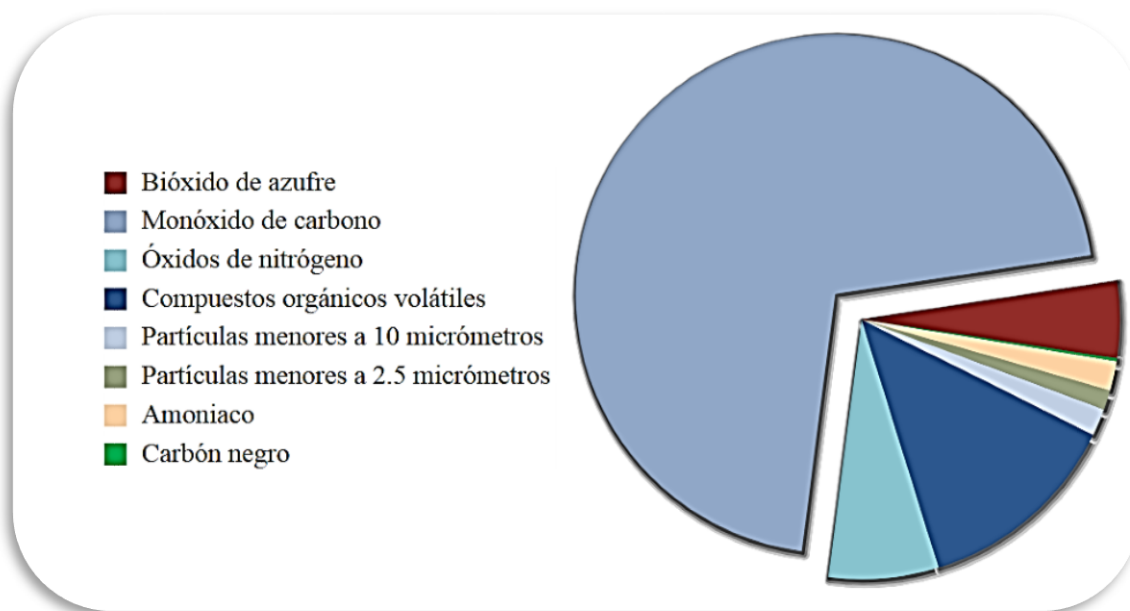


Figura 1. Emisión nacional de contaminantes de origen antropogénico por contaminante, 2008. (SEMARNAT, 2013)

En esta gráfica se aprecia sólo la emisión de contaminantes emitidos en mayor proporción de origen antropogénico, donde el amoniaco tiene el 1.84% de participación en la contaminación hacia la atmósfera. En zonas urbanas la concentración de amoniaco puede estar entre 5 y 25 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ (9 a 48 ppbv); en áreas rurales la concentración puede ir entre 2 y 6 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ (3 a 12 ppbv) (Solórzano García, 2014)

El amoniaco y los compuestos de amonio usados en fertilizantes representan cerca del 89% del amoniaco producido comercialmente. El uso directo del amoniaco puede caer en las siguientes categorías:

Amoniaco anhidro 30%, soluciones de urea/nitrato de amonio 24%, urea 17.5%, nitrato de amonio 5%, sulfato de amonio 2% y otras formas 21.5%. (Solórzano García, 2014)

Fuentes Naturales

El nitrógeno es una fuente esencial para los seres vivos y su desarrollo, ya que es utilizado para sintetizar proteínas y ácidos nucleicos. Este elemento está relacionado directamente con el ADN debido a que se encuentra dentro de sus bases nitrogenadas.

Por otro lado el aire de la atmósfera contiene un 78% de nitrógeno, por lo tanto la atmósfera es un reservorio de este compuesto. A pesar de su abundancia, pocos son los organismos capaces de absorberlo directamente para utilizarlo en sus procesos vitales (Lenntech BV, 2017), por lo que se tiene que fijar en el suelo o en los mares y océanos para que posteriormente con ayuda de bacterias y cianobacterias se convierta el nitrógeno en otros compuestos (entre ellos el amoníaco). Estos compuestos serán aprovechados por plantas que al comenzar una cadena trófica en consecuencia, dé origen al ciclo del nitrógeno (**figura 2**).

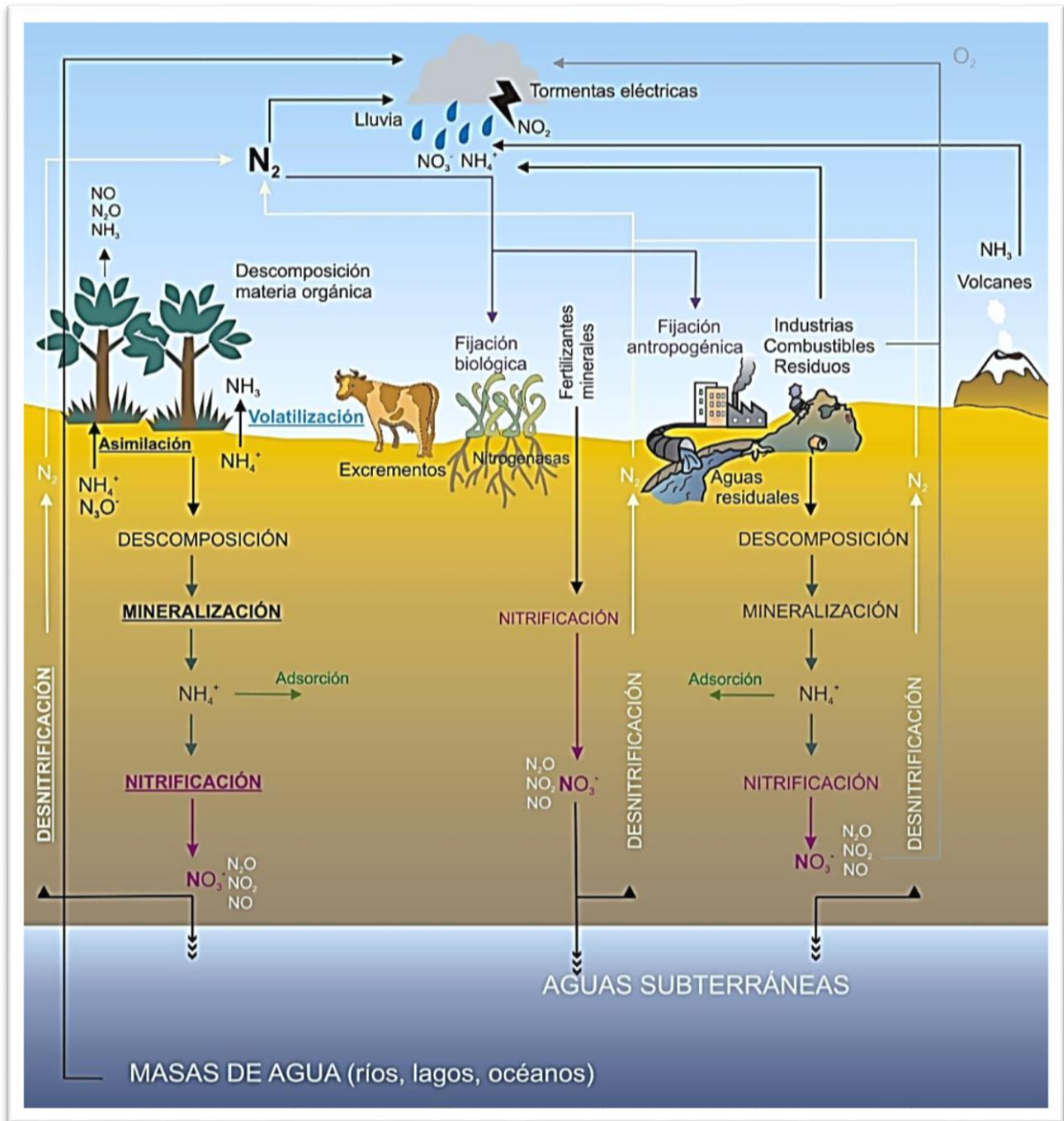


Figura 2. Ciclo del nitrógeno. (Miliarium Aureum, S.L., 2004)

Fuentes Antropogénicas

Agricultura y ganadería

Las emisiones antropogénicas de amoníaco provienen principalmente de fertilizantes, rociados para los cultivos agrícolas, de fuentes ganaderas en donde se hidroliza la urea debido al estiércol y a la orina de los animales.

Casi la mitad de nitrógeno reactivo liberado a la atmósfera tiene su origen en estas prácticas; a nivel mundial, el amoniaco atmosférico se concentra en zonas con una alta densidad de cultivos. (Instituto Valenciano de la Edificación, 2017)

Quema de combustibles fósiles

Sólo una pequeña parte del amoniaco emitido al aire procede de fuentes tales como las grandes instalaciones de combustión, el transporte, el refinado del petróleo, las cementeras, la incineración de residuos y la combustión de biomasa. (Instituto Valenciano de la Edificación, 2017)

Contaminante no criterio

Como se sabe, un contaminante es una sustancia que se encuentra en el medio ambiente y que no pertenece a él, y que en grandes concentraciones, puede ser nocivo para los seres vivos que habitan ahí.

Los contaminantes criterio se han identificado como comunes y perjudiciales para la salud y el bienestar de los seres humanos. (Biblioteca Virtual de desarrollo Sostenible y Salud Ambiental, 2017)

A nivel internacional, los contaminantes criterio son:

- Monóxido de carbono (CO)
- Óxidos de azufre (SO_x)
- Óxidos de nitrógeno (NO_x)
- Ozono (O₃)
- Plomo (Pb)
- Partículas

Debido a que los contaminantes criterio están más estudiados, se puede tener mayor información sobre las concentraciones de los mismos que afectan a la atmósfera y al ser humano.

En México no se han establecido límites máximos permisibles en el ambiente a pesar de que se han determinado concentraciones altas de amoniaco en la atmósfera >35 ppb_v (Moya, Grutter, & Báez, 2004).

En consecuencia, no existe normatividad para el amoniaco en el ambiente, ya que es catalogado como contaminante NO CRITERIO, lo único que se puede encontrar para México es una norma para amoniaco en ambiente laboral de la Secretaría de Trabajo y Previsión Social (STPS). En el ámbito internacional se encuentran las normas publicadas en la Administración de Seguridad y Salud Ocupacional (OSHA), por sus siglas en inglés y en la *Guía de niveles de exposición aguda para químicos aerotransportados específicos* (National Research Council of the National Academies, 2008) para el caso de EEUU. Para España y la Comunidad Europea en la Ley 34/2007 publicada en el Boletín Oficial del Estado que establece prevención, vigilancia y reducción de la contaminación atmosférica con el fin de evitar y cuando esto no sea posible, aminorar los daños que de ésta puedan derivarse para las personas, el medio ambiente y demás bienes de cualquier naturaleza. (Boletín Oficial del Estado, 2007)

Normatividad Laboral

Se presenta la revisión a la Norma Oficial Mexicana 010 de la Secretaría del Trabajo y Previsión Social:

NOM-010-STPS-1999. Condiciones de seguridad e higiene en los centros de trabajo donde se manejen, transporten, procesen o almacenen sustancias químicas capaces de generar contaminación en el medio ambiente laboral. (Diario Oficial de la Federación, 2000)

Glosario

CAS: *iniciales del nombre en inglés del servicio de información de sustancias químicas de los Estados Unidos de América (Chemical Abstract Service).*

Límite máximo permisible de exposición (LMPE): *es la concentración de un contaminante del medio ambiente laboral, que no debe superarse durante la exposición de los trabajadores en una jornada de trabajo en cualquiera de sus tres tipos. El límite máximo permisible de exposición se expresa en mg/m³ o ppm, bajo condiciones normales de temperatura y presión.*

Límite máximo permisible de exposición de corto tiempo (LMPE-CT): es la concentración máxima del contaminante del medio ambiente laboral, a la cual los trabajadores pueden estar expuestos de manera continua durante un periodo máximo de quince minutos, con intervalos de al menos una hora de no exposición entre cada periodo de exposición y un máximo de cuatro exposiciones en una jornada de trabajo y que no sobrepase el LMPE-PPT.

La **tabla 1** es un extracto que contiene el listado de los límites máximos permisibles de exposición a contaminantes del medio ambiente laboral, así como, en su caso, su número CAS y las connotaciones pertinentes.

Los valores de la tabla están calculados para condiciones estándar de temperatura y presión (25°C y 1 atm), y para una jornada laboral de 8 horas diarias y 40 horas a la semana.

Tabla 1. LMPE-PPT y LMPE-CT para amoníaco. (Diario Oficial de la Federación, 2000)

No.	Sustancia	No. CAS	Connotación	LMPE-PPT		LMPE-CT o Pico	
				ppm	mg/m ³	ppm	mg/m ³
66	AMONIACO	7664-41-7		25	18	35	27

Por otra parte, la Administración de Seguridad y Salud Ocupacional de EE. UU. (OSHA, por sus siglas en inglés) ha establecido un límite de 25 partes de amoníaco por millón de partes de aire (25 ppm_v) en el trabajo durante una jornada de 8 horas diarias y un límite de exposición breve (15 minutos) de 35 ppm. (ATSDR, 2017)

Metodología

La realización de este método requirió de las siguientes labores:

- **Revisión de normatividad.**

La búsqueda se enfocó hacia normatividad laboral, ya que se realizó el análisis de la literatura referente a normatividad ambiental y no se encontró dato alguno para el amoníaco en aire ambiente.

- **Planteamiento del tren de muestreo.**

Una vez localizados los materiales y reactivos específicos requeridos en el método de Indofenol, se procedieron a hacer cotizaciones y posteriormente la compra de los mismos.

- **Desarrollo del guion experimental.**

Con base en las normas de referencia consultadas y expresadas en la siguiente sección y el método de Indofenol (Lodge, 1998) se procedió a hacer muestreos de control para posteriormente elaborar el guion con el que se muestreará y determinará el amoniaco en la atmósfera en la asignatura de Laboratorio de Protección Ambiental I de la Facultad de Química.

El análisis de amoniaco en la atmósfera está sustentado por el método de indofenol (Lodge, 1998). Este método indica que el amoniaco en la atmósfera es colectado por medio de burbujeadores por los que pasa un flujo determinado de aire a través de una solución diluida de ácido sulfúrico para formar sulfato de amonio.

El sulfato de amonio formado en la muestra posteriormente es analizado colorimétricamente mediante una reacción con fenol e hipoclorito de sodio para producir indofenol, en un medio de contraste azul. La reacción es acelerada por medio de la adición de nitroprusiato de sodio como catalizador.

Desarrollo del guion experimental

Se hizo una revisión de la norma *NOM-010-STPS-1999*

Tren de muestreo

El equipo de muestreo tiene como objetivo colectar el amoniaco de la atmósfera mediante 4 burbujeadores, de los cuales, 3 estarán conectados en serie para utilizarse como muestreadores activos y el cuarto es el blanco.

Los burbujeadores se conectan en línea a un rotámetro que a su vez se conecta a una bomba. El rotámetro es para indicar y controlar el flujo de aire que pasa a través de los burbujeadores por acción de la bomba.

Descripción del tren de muestreo.

En esta sección se mostrará el material y los implementos seleccionados para el tren de muestreo (**figuras 3 a 7**).

1 Rotámetro mod. RMA 26 BV marca Dwyer



Este medidor de flujo está fabricado en Policarbonato y es para uso general.

Flujo de gas de 0,05-1800 SCFH

Exactitud del $\pm 4\%$

Figura 3. Rotámetro RMA 26 BV.

1 Filtro y portafiltro de policarbonato en línea marca Pall Life Sciences.



Este porta filtro está diseñado para filtraciones en línea de líquidos o gases, pudiendo realizar el muestreo en interiores o exteriores.

Área de filtración efectiva: 9.6 cm²

Dimensiones:

- Longitud: 5.8 cm
- Diámetro: 6.4 cm

Temperatura máxima de operación: 121°C

Presión máxima de operación: 340 kPa

Figura 4. Filtro y Portafiltro marca Pall Life Sciences.

1 Bomba de diafragma mod. WP6111560 marca Millipore



Esta bomba de servicio químico tiene una cabeza químicamente resistente y un diafragma para el uso con productos químicos corrosivos y solventes.

Voltaje de operación: 115 V/60 Hz.

Figura 5. Bomba de diafragma WP6111560 Millipore.

1 Bomba de vacío mod. DDL5BS-101 marca Gast



Esta bomba está diseñada para aereación de aguas.

Peso: 0.88 kg

Voltaje de operación: 120-60-1 Hz

Presión máxima de operación: 19.3 kPa

Dimensiones:

- Largo 7.62 cm
- Ancho: 10.61 cm
- Base: 7.77 cm

Figura 6. Bomba de vacío DDL5BS-101 Gast.

4 Burbujeadores Midget con junta 24/40



Tubos de vidrio que están diseñados para la recolección de partículas aéreas y fase gas en un medio líquido.

Están contruidos con cristal Pyrex y su graduación tiene una exactitud de ± 0.5 mL por cada incremento.

Figura 7. Burbujeador Midget con junta 24/40

Acoplamiento del tren de muestreo

En la **figura 8**, se muestra la configuración del sistema de muestreo (descrito en el planteamiento del muestreo)

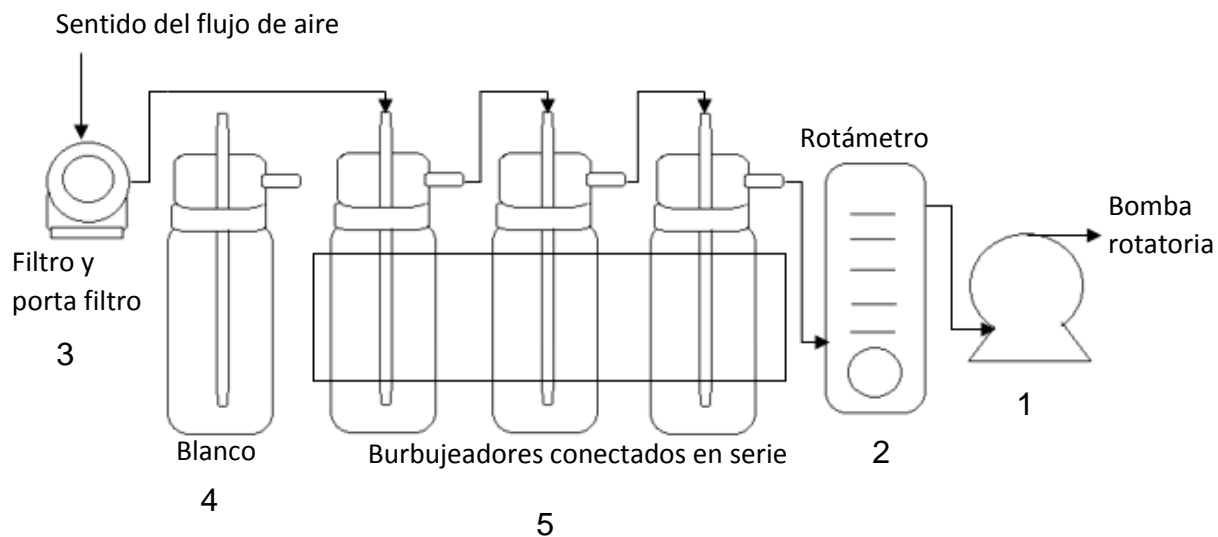


Figura 8. Configuración del tren de muestreo ensamblado.

1. **Bomba rotatoria:** Esta bomba va a succionar el aire del ambiente hacia los equipos de muestreo.
2. **Rotámetro:** Regulará el flujo de aire de la bomba hasta el valor adecuado para la experimentación.
3. **Filtro y portafiltro:** Este aparato se encargará de que el aire que pase al sistema, no contenga partículas que puedan afectar el muestreo.
4. **Blanco:** Este burbujeador quedará como testigo, no se le hará pasar ningún volumen de aire y se analizará como una muestra más.
5. **Burbujeadores conectados en serie:** por aquí pasará el aire filtrado y se depositará el amoniaco en una solución ácida.

Todas las pruebas se realizaron con una bomba de diafragma Marca *Millipore*, modelo *WP6111560*. Debido a que es un sistema de pulsaciones, se hizo indispensable el uso de un sistema de amortiguamiento de estas. El sistema de amortiguación consistió de un matraz Kitasato que funciona como reservorio de aire donde se disipan las vibraciones.

Debido a que este problema podría causar problemas en experimentaciones posteriores, se optó por utilizar una bomba rotatoria en línea sin pulsaciones marca Gast mod. DDL5BS-101.

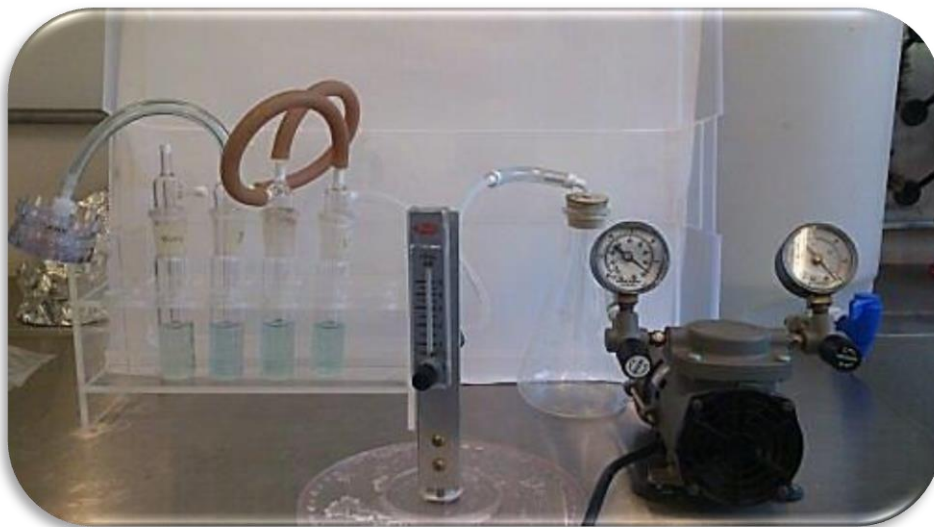


Figura 9. Sistema acoplado para la bomba de diafragma.

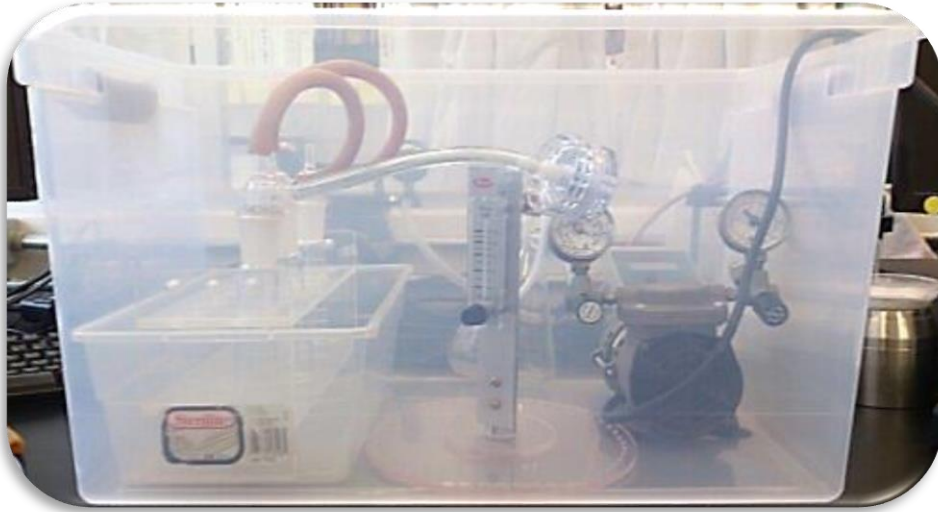


Figura 10. Sistema puesto en una caja de plástico transparente para facilitar su transporte a la hora de realizar los muestreos.

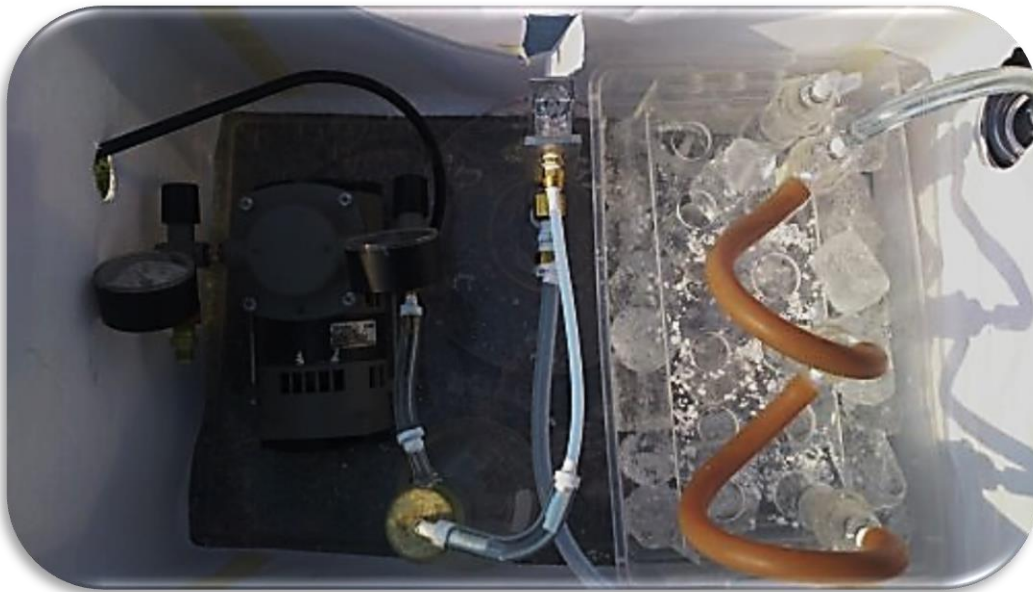


Figura 11. Sistema de muestreo con caja forrada y hielos para evitar la degradación de las muestras colectadas por acción del calor.

Pruebas del flujo del equipo

Para poder captar el amoníaco a un flujo recomendado de 2 L/min se procedió a hacer la calibración del rotámetro con la bomba de diafragma para los muestreos ya que la bomba rotatoria que evita las pulsaciones de flujo se demoró su compra.

Una vez que se tuvo la bomba GAST mod. DDL5BS-101 se procedió a su calibración con el sistema ya configurado.

El método de calibración consistió en conectar la bomba respectiva al rotámetro y este a su vez al gasómetro. Como se muestra en las **figuras 12 y 13**:

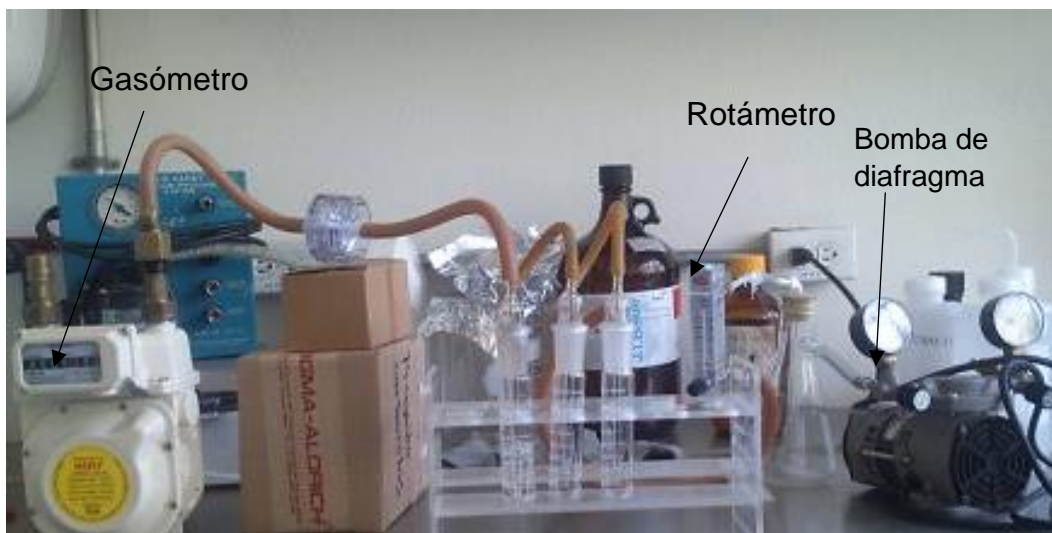


Figura 12. Calibración del rotámetro con la bomba de diafragma.



Figura 13. Calibración del rotámetro con la bomba rotatoria.

Resultados de las pruebas de calibración

El cálculo del flujo real que pasa por el rotámetro y la bomba se realizó utilizando un gasómetro para gas natural por lo que es necesario corregir el flujo promedio con el factor de corrección de 0.805.

$$\text{Factor} = \sqrt{\frac{\text{Densidad del gas natural}}{\text{Densidad del aire}}}$$

$$\text{Factor} = \sqrt{\frac{18.2}{0.78}} = 0.805$$

Bomba de diafragma.

Tabla 2. Flujo real de la bomba de diafragma 2 L/min				
Tiempo (min)	Volumen (aire) [m ³]	Diferencias parciales dm ³ /5 min	L/min	Promedio total del flujo (L/min)
0	65174.20	5.00	1	0.99
5	65179.20	4.80	0.96	Flujo corregido (L/min)
10	65184.00	5.10	1.02	0.7981
15	65189.10	4.90	0.98	
20	65194.00	5.00	1	
25	65199.00			

Bomba rotatoria.

Tabla 3. Flujo real de la bomba de vacío a 2 L/min				
Tiempo (min)	Volumen (aire) [m ³]	Diferencias parciales dm ³ /5 min	L/min	Promedio total del flujo (L/min)
0	71795.30	8.90	1.78	1.81
5	71804.20	9.00	1.8	Flujo corregido (L/min)
10	71813.20	9.20	1.84	1.45
15	71822.40	9.10	1.82	
20	71831.50	9.10	1.82	
25	71840.60			

Una vez realizada correctamente la calibración del rotámetro, se procedió a hacer curvas patrón para la inserción del método en el espectrofotómetro *GBC Cintra 101*.

Curvas patrón

Una curva de calibración o curva patrón es la representación gráfica de una señal que se mide en función de la concentración de un analito. La calibración incluye la selección de un modelo para estimar los parámetros que permitan determinar la linealidad de esa curva, y en consecuencia, la capacidad de un método analítico para obtener resultados que sean directamente proporcionales a la concentración de un compuesto en una muestra, dentro de un determinado intervalo de trabajo. En el procedimiento se compara una propiedad del analito con la de estándares de concentración conocida del mismo analito (o de algún otro con propiedades muy similares a éste). Para realizar la comparación se requiere utilizar métodos y equipos apropiados para la resolución del problema de acuerdo al analito que se desee determinar. (Dosal & Villanueva, 2008)

Para esta curva patrón se emplearon muestras de amoníaco a diferentes concentraciones las cuales se prepararon para su posterior reacción colorimétrica, mismas que se midieron en el espectrofotómetro *GBC Cintra 101*.



Figura 14. Preparación de los estándares.



Figura 15. Estándares puestos en oscuridad para su reacción colorimétrica.



Figura 16. Espectrofotómetro GBC Cintra 101.



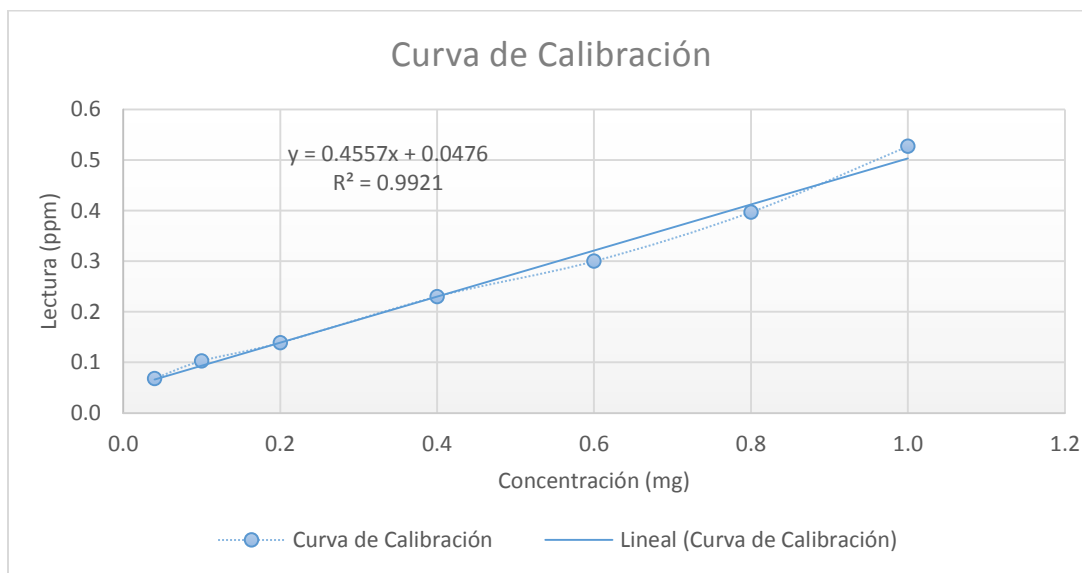
Figura 17. Burbujeadores con los estándares a diferentes concentraciones de NH_3 .

Una vez analizadas las soluciones en el espectrofotómetro, se procedió a hacer una curva con los resultados obtenidos.

Los resultados son los siguientes:

Tabla 4. Resultados de la lectura de los estándares en el espectrofotómetro.

Muestra	Lectura	Concentración de amoniaco [mg]	%RSD
1	0.07	0.04	0.1920
2	0.10	0.10	0.0084
3	0.14	0.20	0.1650
4	0.23	0.40	0.7950
5	0.30	0.60	0.1280
6	0.40	0.80	0.0126
7	0.53	1.00	0.0111



Gráfica 1. Curva de calibración con base en los estándares preparados.

El coeficiente de correlación para la curva de calibración es $R^2=0.9921$.

Determinaciones de amoniaco en la atmósfera.

Una vez calibrado el equipo e implementada la curva en el espectrofotómetro, se procedió a realizar las determinaciones de amoniaco en el ambiente. En total fueron realizados cuatro muestreos de dos horas cada uno a 2 L/min, tres de ellos en el techo del laboratorio móvil del Centro de Ciencias de la Atmósfera, ubicado en Circuito Exterior s/n, Coyoacán, Ciudad Universitaria, 04510 Ciudad de México, CDMX.



Figura 18. Laboratorio móvil del Centro de Ciencias de la Atmósfera.

El cuarto muestreo se realizó en el Centro de Enseñanza, Investigación y Extensión en Producción Ovina (CEIEPO) de la Facultad de Medicina Veterinaria y Zootecnia de la UNAM (FMVZ), ubicado en km 53.1 carretera Federal México-Cuernavaca, Municipio de Huitzilac, Estado de Morelos C.P. 62515



Figura 19. Patio central del CEIEPO. Huitzilac, Morelos.

Tabla 5. Fechas y lugares de los muestreos realizados.

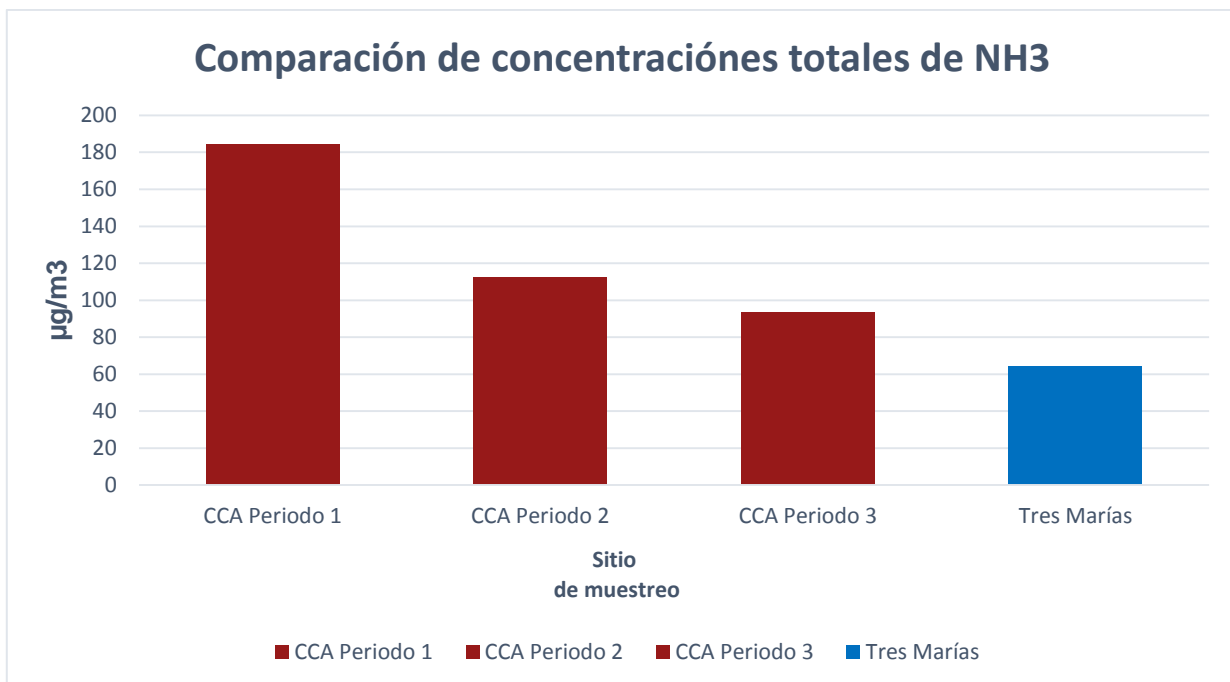
<i>Muestreo</i>	<i>Fecha</i>	<i>Lugar</i>
1	Jueves 20 de abril del 2017.	CCA, UNAM
2	Martes 25 de abril del 2017.	CCA, UNAM
3	Miércoles 26 de abril del 2017.	CCA, UNAM
4	Jueves 04 de mayo del 2017.	CEIEPO-FMVZ, UNAM

Resultados de los muestreos realizados

Tabla 6. Resultados de los muestreos realizados en el Centro de Ciencias de la Atmósfera y en Tres Marías, Cuernavaca.						
Muestreo 20 de Abril de 2017 (Soleado)						
<i>Burbujeador</i>	<i>Lectura</i>	<i>Concentración (mg/L)</i>	<i>%RSD</i>	<i>Masa del muestreo en mg/0.025L</i>	<i>Masa del muestreo en µg/0.025L</i>	<i>Masa del muestreo en µg/m³</i>
B1	0.17	0.28	0.54	0.0070	6.99	94.85
B2	0.09	0.10	1.44	0.0025	2.46	33.30
B3	0.12	0.16	0.46	0.0041	4.12	55.81
Concentración total						183.96
Muestreo 25 de Abril de 2017 (Nublado)						
<i>Burbujeador</i>	<i>Lectura</i>	<i>Concentración (mg/L)</i>	<i>%RSD</i>	<i>Masa del muestreo en mg/0.025L</i>	<i>Masa del muestreo en µg/0.025L</i>	<i>Masa del muestreo en µg/m³</i>
B1	0.01	0.12	1.80	0.0030	3.00	40.74
B2	0.09	0.09	0.27	0.0023	2.34	31.78
B3	0.10	0.12	0.39	0.0029	2.94	39.84
Concentración total						112.36
Muestreo 26 de Abril de 2017 (Soleado)						
<i>Burbujeador</i>	<i>Lectura</i>	<i>Concentración (mg/L)</i>	<i>%RSD</i>	<i>Masa del muestreo en mg/0.025L</i>	<i>Masa del muestreo en µg/0.025L</i>	<i>Masa del muestreo en µg/m³</i>
B1	0.09	0.09	0.19	0.0023	2.31	31.32
B2	0.09	0.09	0.21	0.0022	2.18	29.57
B3	0.09	0.10	0.42	0.0024	2.38	32.23
Concentración total						93.12
Muestreo 04 de Mayo de 2017 (Soleado)						
<i>Burbujeador</i>	<i>Lectura</i>	<i>Concentración (mg/L)</i>	<i>%RSD</i>	<i>Masa del muestreo en mg/0.025L</i>	<i>Masa del muestreo en µg/0.025L</i>	<i>Masa del muestreo en µg/m³</i>
B1	0.07	0.05	0.38	0.0014	1.37	18.53
B2	0.06	0.04	0.57	0.0010	1.00	13.59
B3	0.09	0.09	0.38	0.0024	2.35	31.92
Concentración total						64.04

Muestreo realizado en la unidad móvil del CCA

Muestreo tomado en Tres Marías



Gráfica 2. Concentraciones de NH₃ integradas para sitio de muestreo.

Análisis de resultados

Los resultados obtenidos en la **tabla 6** para cada burbujeador, muestran que hay un comportamiento sistemático donde la concentración del tercer burbujeador es mayor a la concentración del segundo burbujeador.

Se observó que la construcción de las puntas de los burbujeadores era desigual, por lo que se cambió de orden los burbujeadores. Así mismo, se revisó las conexiones en el sistema verificando que se encontraran en buen estado, sin filtraciones y/o fugas, sin embargo los resultados eran los mismos.

Para verificar que no fuera un error de manejo, se realizó un muestreo con un equipo diferente de burbujeadores y con una bomba de vacío (recordando que en el primer sistema se usó una bomba de diafragma), resultando una mayor concentración de amoníaco en el tercer burbujeador que en el segundo. Demostrando que es un comportamiento inherente al sistema.

La misma solución de ácido sulfúrico 0.1 N fue utilizada para todos los burbujeadores por lo que se infiere que no hay algún defecto de la elaboración de la solución ácida para la captación de amoníaco en la atmósfera debido a que la

experimentación y la elaboración de las soluciones fue hecha de acuerdo al método de indofenol (Lodge, 1998), y una vez elaborada, es bastante estable con un tiempo de vida indefinido en almacenamiento.

Los resultados fueron congruentes de acuerdo al tipo de emisión, siendo más alta en el ambiente urbano de acuerdo a (Tengyu, y otros, 2014). El tránsito vehicular es conocido como una fuente importante de emisión de amoníaco en ambiente urbano, por encima de los desechos animales y de los cultivos.

Conclusiones

La configuración del sistema de muestreo permite realizar prácticas ambientales que involucren la captación de amoníaco en la atmósfera, comprobándose su funcionamiento para zonas urbanas y rurales. Aún cuando el resultado de la concentración del tercer burbujeador sea mayor no causa ninguna afección debido a que el resultado final es la suma de la concentración de los tres burbujeadores.

Se logró la implementación del método de análisis (Indofenol) para la cuantificación de amoníaco en muestras de burbujeadores. Esto permite la elaboración de un guion de laboratorio para la asignatura de Protección Ambiental I de la carrera de Ingeniería Química de la Facultad de Química de la UNAM.

Bibliografía

- Agencia EFE. (04 de 09 de 2017). *EFE Verde*. Obtenido de <http://www.efeverde.com/noticias/las-emisiones-de-amoniaco-en-las-areas-urbanas-es-mayor-de-lo-que-se-creia/>
- ATSDR, A. f. (12 de 02 de 2017). *ATSDR, Agencia para Sustancias Tóxicas y el Registro de Enfermedades*. Obtenido de ATSDR en español: <http://www.atsdr.cdc.gov/es/>
- Biblioteca Virtual de desarrollo Sostenible y Salud Ambiental. (14 de 07 de 2017). *BVSDE*. Obtenido de http://www.bvsde.ops-oms.org/bvsci/e/fulltext/orienta/lecc4/lecc4_1.html
- Boletín Oficial del Estado. (16 de 11 de 2007). Obtenido de <https://www.boe.es/buscar/pdf/2007/BOE-A-2007-19744-consolidado.pdf>
- C. Harris, D. (2007). *Análisis químico cuantitativo*. Barcelona: Reverté.
- dgNest. (04 de 09 de 2017). *Sophimania*. Obtenido de Sophimania. Esa manía por saber.: <https://www.sophimania.pe/medio-ambiente/contaminacion-y-salud-ambiental/hallan-amoniaco-en-la-atmosfera-por-primera-vez-que-significa-esto-para-el-medio-ambiente/>
- Diario Oficial de la Federación. (13 de 03 de 2000). Obtenido de <http://www.stps.gob.mx/BP/secciones/dgsst/normatividad/normas/Nom-010.pdf>
- Dosal, M. A., & Villanueva, M. (Marzo de 2008). Obtenido de http://depa.fquim.unam.mx/amyd/archivero/CURVASDECALIBRACION_23498.pdf
- Facultad de Química, UNAM. (12 de 02 de 2017). Obtenido de <http://www.quimica.unam.mx/IMG/pdf/18amoniaco.pdf>
- Finlayson-Pitts, B. J., & Pitts Jr., J. N. (1999). *Chemistry of the upper and lower atmosphere: Theory, experiments and applications*. Academic Press.
- González López, M. (2015). *Determinación de amoniaco por muestreo pasivo en tres sitios de la ladera sur de la sierra de Chichinautzin en el estado de Morelos*. México.
- Hernández Delgado, R. (2015). *Comparación de un método activo y un método pasivo para la determinación de amoniaco en fase gas en aire ambiente*. Tesis licenciatura, México.
- Herrera Gutiérrez, B. A. (2016). *Determinación de columnas totales de amoniaco sobre la Ciudad de México a partir de espectroscopía FTIR de absorción solar*. México.
- Información Minera y Ambiental*. (19 de 07 de 2017). Obtenido de INFORMACION JURIDICA Y ASESORAMIENTO , INFORMES MINEROS , PETROLEROS Y BIOTECNOLOGIAS: <https://reformaminera.files.wordpress.com/2008/10/amoniaco.pdf>
- Instituto Valenciano de la Edificación. (11 de 07 de 2017). *Calidad del aire*. Obtenido de <http://aire.five.es/129#--fuentes>
- Lenntech BV. (04 de 07 de 2017). *Lenntech*. Obtenido de <http://www.lenntech.es/ciclo-nitrogeno.htm#ixzz4luzrDNGF>
- Lodge, J. (1998). *Methods of air sampling and analysis*. Lewis Publishers.

- Mejía, V. (22 de 07 de 2014). *Educación en ciencias*. Obtenido de <http://educarencienciasvictor.blogspot.mx/2014/07/el-poder-de-la-quimica-la-sintesis-del.html>
- Miliarium Aureum, S.L. (2004). *miliarium.com*. Obtenido de <http://www.miliarium.com/Proyectos/Nitratos/Nitrato/CicloNitrogeno.asp>
- Moya, M., Grutter, M., & Báez, A. (2004). Diurnal variability of size-differentiated inorganic aerosols and their gas-phase precursors during January and February of 2003 near downtown Mexico City. *Atmospheric Environment*, 38, 5651-5661.
- National Research Council of the National Academies. (2008). *United States Environmental Protection Agency*. Obtenido de https://www.epa.gov/sites/production/files/2014-11/documents/ammonia_final_volume6_2007.pdf
- Owen, T. (2000). *Fundamentos de la espectroscopía UV-visible moderna. Conceptos básicos*. Agilent Technologies.
- Seinfeld, J., & Pandis, S. (1998). *Atmospheric Chemistry and Physics*. New York: John Wiley & Sons, Inc.
- SEMARNAT. (2013). *Inventario Nacional de Emisiones de México 2008*. Obtenido de El medio ambiente en México 2013-2014: http://apps1.semarnat.gob.mx/dgeia/informe_resumen14/05_atmosfera/5_1_1.html
- Skoog, D., Holler, F., & Crouch, S. (2008). *Principios de análisis instrumental* (Sexta ed.). D.F.: Cengage Learning.
- Solórzano García, L. A. (2014). *Implementación de un sistema de generación de concentraciones controladas de amoníaco en fase gas*. México.
- Tengyu, L., Xinming, W., Boguang, W., Xiang, D., Wei, D., Sujun, L., & Yanli, Z. (2014). Emission factor of ammonia (NH₃) from on road vehicles in China: tunnel tests in urban Guangzhou. *Environmental Research Letters*.
- Toxicity, a. (2009). *Emedicine*. Obtenido de emedicine.medscape.com/article/820298-overview: emedicine.medscape.com/article/820298-overview

GUION CUANTIFICACIÓN DE AMONIACO EN LA ATMÓSFERA

Problema: Cuantificar la concentración de amoniaco presente en el aire por el método de Indofenol en muestras colectadas por medio de burbujeadores y comparación de los resultados con la normatividad laboral aplicable.

Objetivo académico: El alumno será capaz de acoplar y usar un sistema de monitoreo activo para la captura y determinación de la concentración de amoniaco en aire ambiente e interpretará los resultados haciendo uso de conocimientos de equilibrio químico, Ley de Lambert-Beer y química analítica.

Introducción

El amoniaco (NH_3) está presente en nuestra vida cotidiana en forma natural como resultado del ciclo del nitrógeno. Sin embargo, cuando se producen y/o se emiten grandes cantidades por actividades antropogénicas, la concentración resultante cerca de sus fuentes puede producir daños a la salud, ya que es un gas irritante que afecta directamente a las mucosas o sistemas a los que se exponga.

Existen diversos métodos tanto activos como pasivos para la captación de amoniaco en aire ambiente. Para este experimento se utilizará el método de Indofenol para su detección una vez que es capturado en un tren de muestreo con burbujeadores conteniendo una solución diluida de ácido sulfúrico para formar sulfato de amonio.

El mecanismo de reacción es el siguiente:

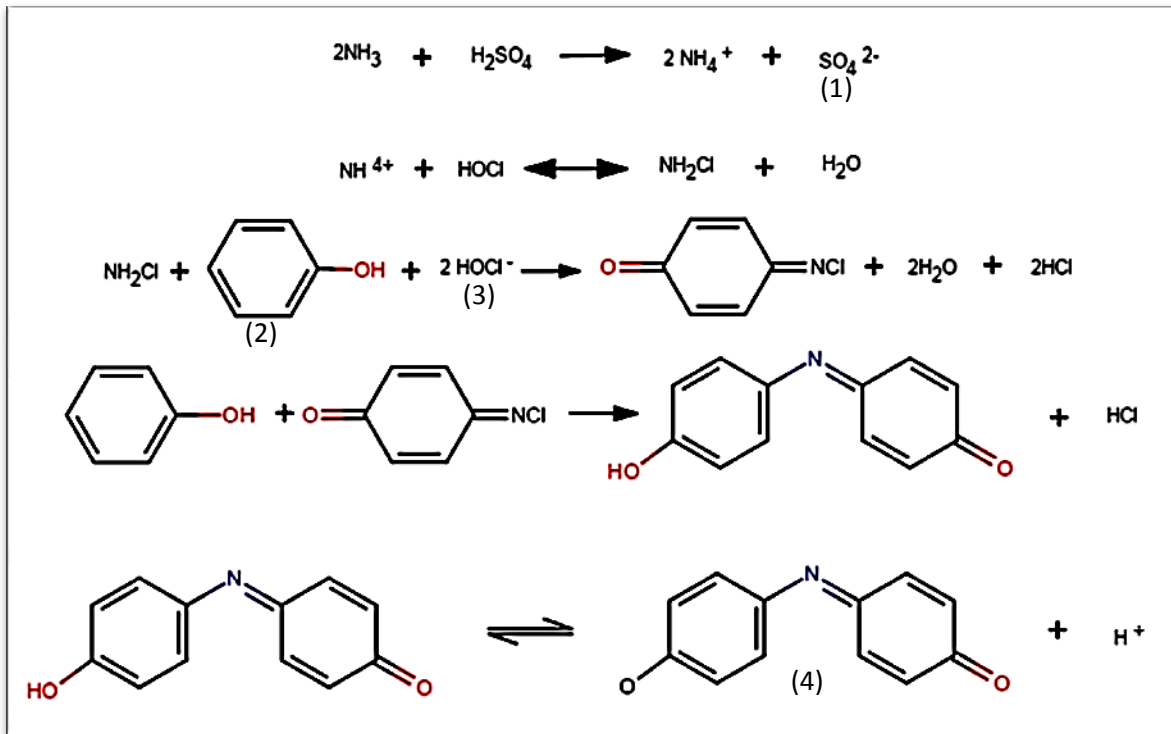


Figura G1. Mecanismo de reacción del método de Indofenol. El sulfato de amonio formado en la muestra (1) es analizado colorimétricamente por la reacción con Fenol e hipoclorito de sodio (2,3), utilizando nitroprusiato de sodio como catalizador para formar indofenol (4)

Manejo de la muestra

Las mayores fuentes de error en espectroscopía UV-visible están relacionadas con el manejo y la química de la muestra. Varios factores, que incluyen el disolvente utilizado, la concentración, pH y temperatura de la muestra, pueden afectar la posición e intensidad de las bandas de absorción de las moléculas. Por lo tanto se deben seguir con sumo cuidado las indicaciones de elaboración de las soluciones para no afectar estos parámetros y asegurar máxima precisión. (Owen, 2000)

Materiales y equipo

Tabla G1. Materiales y equipo necesarios para reproducir el método de Indofenol.

Materiales	Reactivos	Equipos
3 Pipetas graduadas de 2 mL	Agua destilada	Espectrofotometro Genesys
3 Pipeta graduada de 3 mL	Ácido Sulfúrico 18 M	10S Vis
3 Pipetas graduadas de 5 mL	Nitroprusiato de sodio 2 g	1 Rotámetro calibrado a capacidad de 5 L/min de aire
3 Pipetas graduadas de 10 mL	Hidróxido de sodio 6.75 M	1 Portafiltro de 47 mm
1 Micropipeta de 250 y 500µL	Hipoclorito de sodio 5-6 %	1 Bomba de vacío
4 Puntas para micropipeta	Fenol 50 g	4 Burbujeadores con capacidad de 25 mL cada uno aproximadamente
1 Pipeta beral	Fosfato de sodio dodecahidratado 50 g	1 Balanza digital
1 Matraz de 1L	Metanol	1 Potenciómetro
1 espátula		
3 Matraces de 100 mL		
1 Matraz de 250 mL		
1 Matraz de 50 mL		
1 vaso de precipitados de 250 mL		
1 Filtro de 47 µm		
Guantes de nitrilo		

Desarrollo experimental

1. Toma de muestras. Colocar 10 mL de solución absorbadora (**anexo C**) en los cuatro burbujeadores, Figura A1 (**anexo A**) para colectar las muestras. Tres de ellos serán conectados en serie como indica la **figura A2** del **anexo A**, rotulando del 1 al 3. El cuarto burbujeador se sella con papel parafilm y se llamará “blanco”. Aunque el amoniaco se encuentra en el ambiente principalmente, puede ser exhalado mediante la respiración, por tanto, se recomienda tener el menor contacto posible con la disolución de ácido sulfúrico. Ensamblar (en orden) el portafiltro con el filtro, el flujómetro, los burbujeadores y la bomba como se muestra en el **anexo A**.

2. Una vez ensamblado el sistema, el equipo debe ser colocado a un metro sobre el suelo.

Muestrear con un flujo de 2.0 L/min por un tiempo de 1 hora para obtener una muestra suficiente. Anotar en la tabla G2 el tiempo de inicio del muestreo, el flujo y las condiciones de temperatura y presión del día de muestreo. Una vez finalizado el muestreo sellar los burbujeadores con papel parafilm.

<i>Tabla G2. Condiciones ambientales y técnicas del muestreo.</i>				
	<i>Tiempo de la muestra (h)</i>	<i>Flujo (L/min)</i>	<i>Temperatura (K)</i>	<i>Presión (atm)</i>
Inicio				
Término				

2. Análisis de las muestras obtenidas.

Los cuatro burbujeadores serán tratados como se indica a continuación adicionando las soluciones reactivas en el orden indicado:

2.1. Agregar 2.0 mL de solución buffer (**anexo C**) a todos los burbujeadores con la solución absorbadora.

2.2. Agregar 5.0 mL de la solución de fenol de trabajo (**anexo C**) a los burbujeadores.

2.3. Mezclar y aforar hasta 22.0 mL con agua destilada.

2.4. Después agregar 2.5 mL de la solución de trabajo de hipoclorito de sodio (**anexo C**) a los burbujeadores y mezclar inmediatamente.

2.5. Aforar a 25 mL con agua destilada los burbujeadores, mezclar y guardar en la oscuridad a 25°C por 30 minutos para que la reacción se lleve a cabo.

2.6. Medir el pH de la solución de trabajo, anotarlo en la **tabla G3**.

2.7 Utilizando el “blanco” determinar la absorbancia de la muestra como indica el **anexo F** a una longitud de onda de 630 nm.

2.8. Determinar las absorbancias de cada una de las soluciones de los burbujeadores 1, 2 y 3, anotarlas en la **tabla G3**.

2.9. Obtener las concentraciones en mg/L para las muestras medidas en el punto anterior utilizando el **anexo B**.

Instrucciones

1. Registrar las mediciones de absorbancia en la **tabla G3**.

Tabla G3. Registro de mediciones de concentración.			
	<i>pH</i>	<i>Absorbancia (nm)</i>	<i>Concentración (mg/L)</i>
<i>Burbujeador 1</i>			
<i>Burbujeador 2</i>			
<i>Burbujeador 3</i>			

2. Calcular la masa acumulada en cada uno de los burbujeadores a partir de la concentración obtenida usando la curva de calibración (**anexo B**). Registrar en la **tabla G4** la masa del muestreo colectada.

Tabla G4. Registro de la masa del muestreo.		
	<i>Masa del muestreo en mg/0.025L</i>	<i>Masa del muestreo en µg/0.025L</i>
<i>Burbujeador 1</i>		
<i>Burbujeador 2</i>		
<i>Burbujeador 3</i>		

3. Una vez registrada la concentración total de amoníaco en aire, se procederá a convertir la concentración de amoníaco en disolución a concentración en aire con ayuda de las fórmulas del **anexo D**. Registrar en la **tabla G5**.

Tabla G5. Concentración de NH₃ en aire.

Concentración de NH ₃ en aire (µg/m ³)	
--	--

4. Investigue las concentraciones ambientales de amoníaco en la atmósfera.

Referencias de ayuda:

- Informe de Calidad del aire en Salamanca:
https://www.gob.mx/cms/uploads/attachment/file/196810/1__Informe_calidad_del_aire_Salamanca__MLEF.pdf
- You, Y., Kanawade, V. P., de Gouw, J. A., Guenther, A. B., Madronich, S., Sierra-Hernández, M. R., Lawler, M., Smith, J. N., Takahama, S., Ruggeri, G., Koss, A., Olson, K., Baumann, K., Weber, R. J., Nenes, A., Guo, H., Edgerton, E. S., Porcelli, L., Brune, W. H., Goldstein, A. H., and Lee, S.-H.: Atmospheric amines and ammonia measured with a chemical ionization mass spectrometer (CIMS), *Atmos. Chem. Phys.*, 14, 12181-12194, <https://doi.org/10.5194/acp-14-12181-2014>, 2014.

Cuestionario

- ¿Por qué es importante adicionar los reactivos en el orden indicado a la solución de muestreo?
- ¿Por qué es importante medir el pH de cada una de las soluciones después del muestreo?
- ¿Qué variables se deben cuidar durante el muestreo para que este sea representativo?
- ¿Cuál es el objetivo de sumar la concentración de los tres burbujeadores? En caso de no realizar este procedimiento ¿Cómo sería la concentración de amoníaco determinada en el aire ambiente?
- Suponiendo que el tiempo de muestreo fue de 8 h. Las concentraciones determinadas ¿son perjudiciales a la salud? Comparar con la NOM-010-STPS-2014
- Comentar ¿porque es necesario comparar con una norma de ambiente laboral?

- vii. ¿En qué podría influir seleccionar otra longitud de onda para determinar la concentración de sulfato de amonio en la solución absorbidora?
- viii. ¿Por qué es importante tener un pH básico de la solución de trabajo?
- ix. ¿Qué función tiene el nitroprusiato de sodio en la reacción del método de indofenol?
- x. ¿Por qué es importante mantener el blanco tapado todo el tiempo?

Tratamiento de residuos

Los líquidos generados deberán almacenarse en los contenedores asignados. Estos contenedores deberán de estar previamente marcados y etiquetados de acuerdo a los residuos que se van a verter en el mismo.

Todos los líquidos generados serán entregados a la Unidad de Gestión Ambiental (UGA) de la Facultad de Química.

Referencias consultadas

- Diario Oficial de la Federación. (13 de 03 de 2000). Obtenido de <http://www.stps.gob.mx/BP/secciones/dgsst/normatividad/normas/Nom-010.pdf>
- Dosal, M. A., & Villanueva, M. (Marzo de 2008). Obtenido de http://depa.fquim.unam.mx/amyd/archivero/CURVASDECALIBRACION_23498.pdf
- Lodge, J. (1998). *Methods of air sampling and analysis*. Lewis Publishers.
- Seinfeld, J., & Pandis, S. (1998). *Atmospheric Chemistry and Physics*. New York: John Wiley & Sons, Inc.
- Skoog, D., Holler, F., & Crouch, S. (2008). *Principios de análisis instrumental* (Sexta ed.). D.F.: Cengage Learning.
- Tengyu, L., Xinming, W., Boguang, W., Xiang, D., Wei, D., Sujun, L., & Yanli, Z. (2014). Emission factor of ammonia (NH₃) from on road vehicles in China: tunnel tests in urban Guangzhou. *Environmental Research Letters*.

Referencias citadas

- Owen, T. (2000). *Fundamentos de la espectroscopía UV-visible moderna. Conceptos básicos*. Agilent Technologies.

Anexo A

Diagrama de ensamblado del sistema de colección de amoniaco

En la figura A1 se podrá observar la forma correcta de ensamblado del sistema de colección, así como la dirección hacia donde tiene que ir el flujo de aire.

Nota 1: El blanco no estará conectado a ningún equipo, sin embargo, se tratará como una muestra más.

Nota 2: Para que la muestra de amoniaco se conserve por más tiempo, es necesario que el sistema de burbujeadores y el blanco, estén inmersos en hielo cuidando siempre que no se congelen las muestras.

Entrada de flujo de aire al burbujeador

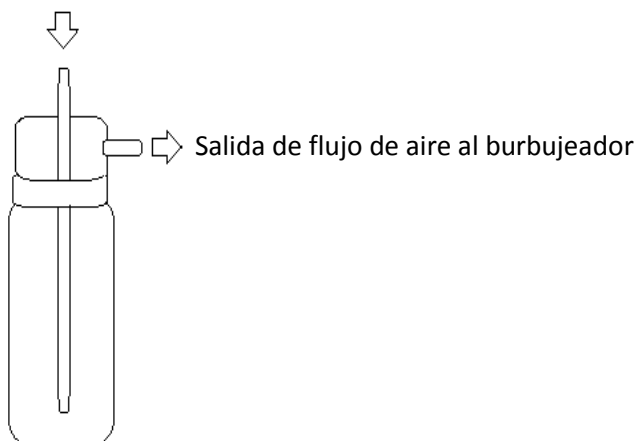


Figura A1. Flujo de aire de entrada y salida correctas al burbujeador.

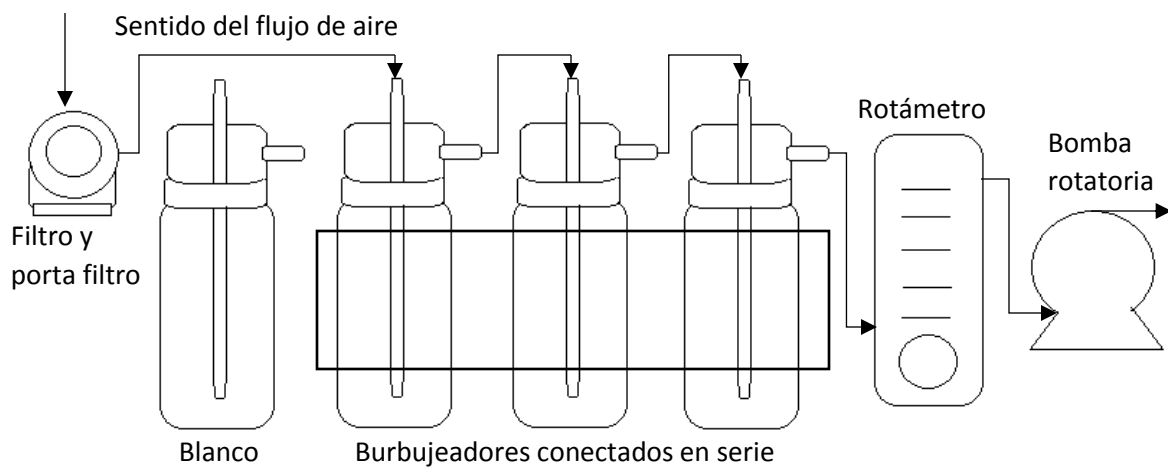


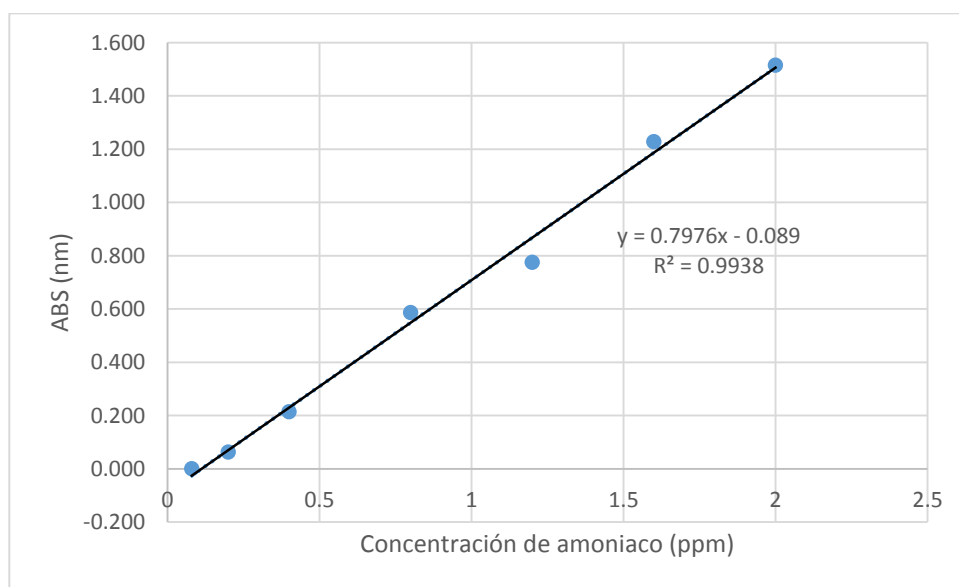
Figura A2. Diagrama de ensamblado del sistema de NH_3 .

Anexo B

Curva de calibración para amoniaco

Los datos citados abajo corresponden a diferentes concentraciones de amoniaco utilizando un espectrofotómetro Genesys 10s vis a una longitud de onda de 630 nm.

Tabla A1. Curva de calibración de amoniaco a 630 nm.	
Concentración de amoniaco (ppm)	Absorbancia (nm)
0.08	0.0003
0.2	0.0630
0.4	0.2147
0.8	0.5873
1.2	0.7760
1.6	1.2287
2	1.5157



Gráfica A1. Curva de calibración de amoniaco en el espectrofotómetro Genesys 10s vis. a 630 nm.

Anexo C

Preparación de disoluciones

Solución Absorbadora

Diluir 3.0 mL de H_2SO_4 (18 M) al 99.2% en 1L de agua destilada para obtener H_2SO_4 0.1 N.

Solución de Nitroprusiato de Sodio

Disolver 2 g de nitroprusiato de sodio en 100 mL de agua destilada.

La solución tiene un tiempo de vida de 2 meses si se mantiene en refrigeración.

Solución de Hidróxido de Sodio 6.75 M

Disolver 270 g de hidróxido de sodio en 1 L de agua destilada. Hervir con parrilla en un vaso de precipitado de 1 L hasta que queden 600 mL con el fin de volatilizar el amonio contenido en el reactivo. Enfriar y llevar a 1 L.

Almacenar en una botella de polietileno con tapa.

Solución de Hipoclorito de Sodio

Diluir el hipoclorito de sodio (5-6%) con agua destilada para obtener una solución 0.1 N (3.7%).

La solución tiene un tiempo de vida de 2 meses si se mantiene en refrigeración.

Solución de Fenol al 45% v/v

Disolver 45 mL (50 g) de fenol a baño María (60°C). Vaciar en un matraz de 100 mL y aforar con metanol. Se recomienda guardarla en un recipiente de vidrio, taparlo y asegurarlo con parafilm, ya que la solución es bastante volátil.

La solución tiene un tiempo de vida de 2 meses si se mantiene en refrigeración.

Buffer

Disolver 50 g de $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$ y 74 mL de NaOH 6.75 M en 1 L de agua destilada. Se recomienda guardarla en un recipiente de vidrio

Solución de Trabajo de Hipoclorito

Mezclar 30 mL de hipoclorito de sodio 0.1 N y 30 mL de hidróxido de sodio 6.75 M y llevar a 100 mL con agua destilada. Se recomienda guardarla en un recipiente de vidrio

Preparar diariamente.

Solución de Trabajo de Fenol

Mezclar 20 mL de la solución de fenol al 45% con 1 mL de nitroprusiato de sodio al 2% y llevar a 100 mL con agua destilada. Se recomienda guardarla en un recipiente de vidrio

Preparar cada 4 horas. (Lodge, 1998).

Anexo D

Fórmulas

A continuación se enlistan fórmulas útiles para el desarrollo experimental de la práctica.

Conversión de la concentración de amoníaco en disolución a concentración en aire

Ejemplo de cálculo de la concentración en aire

<i>Tabla A2. Ejemplo de concentraciones de amoníaco en disolución.</i>		
Burbujeador	Lectura	Concentración (mg/L)
B1	0.174489	0.279756
B2	0.091115	0.098232
B3	0.121609	0.164626
Concentración total		0.542614

Masa de amoníaco en el burbujeador

$$Masa_{NH_3b} = \left(0.542614 \frac{mg}{L}\right) \left(\frac{1 L}{1000 mL}\right) (75 mL) = 0.040 mg$$

Nota: Los 25 mL son el volumen aproximado de cada burbujeador.

Volumen a condiciones locales

$$V_{CL} = F * t$$

$$Volumen_{C.L.} = (1.45 L/min)(120 min) = 174 L$$

Donde:

V_{CL} = Volumen en condiciones locales

F= flujo (L/min)

t=tiempo (min)

Volumen en condiciones estándar

De la ley de los gases ideales:

$$\frac{P_1 V_1}{T_1} = \frac{P_2 V_2}{T_2}$$

Despejando:

$$V_{Std} = \frac{P_L V_L T_{Std}}{T_L P_{Std}}$$

$$V_{Std} = \frac{(1 \text{ atm})(174 \text{ L})(25 + 273 \text{ K})}{(18 + 273 \text{ K})(0.761 \text{ atm})} = 234.15 \text{ L}$$

Concentración de amoníaco en aire

$$[NH_{3_{Aire}}] = \frac{0.04 \text{ mg}}{234.15 \text{ L}} = 0.00017 \frac{\text{mg}}{\text{L}}$$

Conversión de unidades de concentración de mg/L a $\mu\text{g}/\text{m}^3$

$$\left[\frac{\mu\text{g}}{\text{m}^3}\right] = \left(0.00017 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \left(\frac{1000 \mu\text{g}}{1 \text{ mg}}\right) \left(\frac{1 \text{ L}}{1 \times 10^{-3} \text{ m}^3}\right) = 170 \frac{\mu\text{g}}{\text{m}^3}$$

Anexo E

Ley de Lambert-Beer

Cuando una muestra absorbe luz, la potencia radiante del haz disminuye. La potencia radiante, P , es la energía del haz de luz por unidad de tiempo y de área. La luz se hace pasar a través de un monocromador para seleccionar una longitud de onda, mejor conocida como luz monocromática. Dicha luz, con una potencia radiante P_0 , incide en una muestra de longitud b , la potencia radiante del haz que emerge por el lado opuesto de la muestra es P , porque la muestra puede haber absorbido algo de luz, $P < P_0$ (C. Harris, 2007).

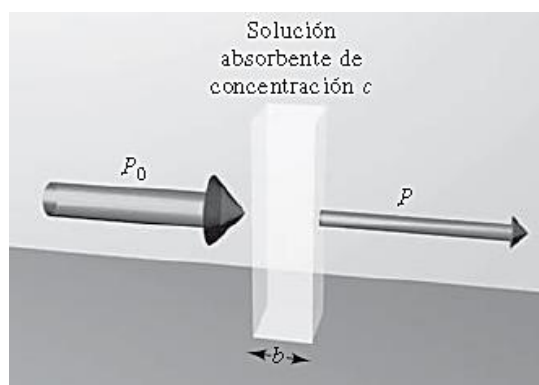


Figura G2. Atenuación de un haz de radiación mediante una solución absorbente.

La relación directa entre P y P_0 se denomina transmitancia, T , que es la fracción de la luz incidente que pasa a través de la muestra.

$$T = \frac{P}{P_0}$$

Ecuación 1

Por tanto, T puede valer de 0 a 1 y la absorbancia se define como:

$$A = -\log_{10} \left(\frac{P}{P_0} \right) = -\log T$$

Ecuación 2

En el caso de la radiación monocromática, la absorbancia es directamente proporcional a la longitud b de la trayectoria a través de un medio y la concentración c de la especie absorbente, (ver ecuación 6).

$$A = \epsilon bc$$

Ecuación 3

A = Absorbancia (adimensional)

c = Concentración de la muestra $\left(\frac{\text{mol}}{L} = M\right)$

b = Paso óptico, longitud de la celda (cm)

ϵ = Absortividad molar o coeficiente de extinción ($M^{-1}cm^{-1}$)

La relación anterior expresa la ley de Lambert-Beer, la cual sienta las bases del análisis cuantitativo tanto para las mediciones de la absorbancia atómica como la molecular (Skoog, Holler, & Crouch, 2008).

La absortividad molar considera en la ley de Lambert-Beer es la característica de una especie que nos dice cuánta luz absorbe a una longitud de onda determinada. Este parámetro puede ser calculado al reordenar la ecuación que representa la ley.

$$\epsilon = \frac{A}{bc}$$

Si las bandas de longitud de onda seleccionada para mediciones espectrofotométricas corresponden a una región del espectro de absorción en el que la absortividad molar del analito es en esencia constante, las desviaciones respecto a la ley de Beer son mínimas.

Es recomendable seleccionar una banda de longitud de onda cercana a la longitud de onda de absorción máxima, en la cual la absortividad del analito cambia poco.

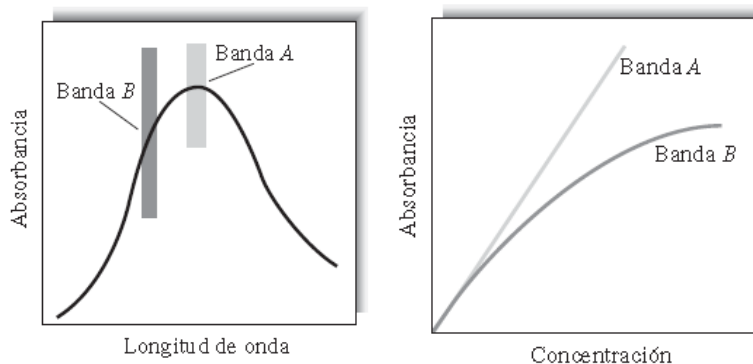


Figura G3 y G4. Absorbancia vs longitud de onda y absorbancia vs concentración.

Anexo F

INSTRUCCIONES PARA EL MANEJO DEL ESPECTROFOTÓMETRO GENESYS 10S VIS

Procedimiento

1. Encender el espectrofotómetro con el botón indicando ON/OFF que se encuentra en la parte posterior del equipo.
2. Esperar 15 minutos a que el equipo se estabilice antes de hacer la primera medición.
3. Seleccionar la longitud de onda deseada con la tecla ▼ (ajustar longitud de onda).
4. Insertar el blanco y oprima la tecla ▼ (introducir blanco) para ajustar a cero la absorbancia.
5. Retirar la celda con el blanco.
6. Introducir en otra celda la muestra, leer y anotar el valor de la absorbancia de las muestras.
7. Apague el equipo con el botón indicando ON/OFF.



Figura G5. Espectrofotómetro Genesys 10s vis.