

FÓRMULA EN 8.1 INCOMPLETA.

Nota: Esta Norma fue modificada de Norma Oficial Mexicana a Norma Mexicana, de acuerdo al Decreto publicado en el Diario Oficial de la Federación de fecha 6 de Noviembre de 1992.

NORMA MEXICANA NMX-AA-33-1985.

PROTECCION AL AMBIENTE-CONTAMINACION DEL SUELO-RESIDUOS SOLIDOS MUNICIPALES-DETERMINACION DE PODER CALORIFICO SUPERIOR

PREFACIO

En la formulación de la presente norma participaron los siguientes organismos:

- SECRETARIA DE DESARROLLO URBANO Y ECOLOGIA.
 - Dirección General de Prevención y Control de la Contaminación Ambiental.
- DEPARTAMENTO DEL DISTRITO FEDERAL.
 - Dirección General de Estudios Prospectivos.
 - Comisión de Ecología.

1.- OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma Mexicana especifica un método de prueba para determinar el poder calorífico superior de los residuos sólidos municipales, empleando una bomba calorimétrica de los diferentes tipos para planear y diseñar los sistemas adecuados de disposición final de los mismos.

2.- REFERENCIAS

Esta Norma se complementa con las siguientes Normas Mexicanas vigentes:

- | | |
|-----------|--|
| NMX-AA-52 | Protección al Ambiente-Contaminación del Suelo-Residuos Sólidos Municipales-Preparación de Muestras en Laboratorio para su análisis. |
| NMX-AA-91 | Protección al Ambiente-Contaminación del Suelo-Residuos Sólidos-Terminología. |

3.- DEFINICIONES

Para los efectos de esta Norma las definiciones son las que se establecen en la Norma Mexicana NMX-AA-91 además de las siguientes:

3.1 Poder calorífico. Es el calor de combustión de una sustancia normalmente expresado en calorías por gramo.

3.2 Poder Calorífico Superior. (También llamado total) es el calor producido en la combustión de una cantidad unitaria de combustible sólido bajo volumen constante, dentro de una bomba calorimétrica en condiciones específicas tales que toda el agua de los productos permanezca en estado líquido.

3.3 Poder Calorífico Neto. (Poder Calorífico Inferior) se calcula a partir del poder calorífico total y equivale al calor producido por la combustión de una cantidad unitaria de un combustible sólido en

condiciones constantes de presión y condiciones específicas tales que toda el agua de los productos permanezca en forma de vapor.

4.- APARATOS Y EQUIPO

Equipo Usual de laboratorio además de:

4.1 Balanza analítica con sensibilidad de 0.0001 g.

4.2 Calorimétrico formado por un recipiente equipado con una camisa al vacío o de agua y con una cubierta para protegerla de las corrientes de aire. En el caso de emplearse camisa de agua, la capacidad de ésta no debe ser menor de 5 veces el equivalente del agua del calorímetro cargado y la temperatura uniforme de la cubeta de agua se obtiene con un aparato de agitación adecuada.

4.3 Bomba calorimétrica con capacidad no menor de 300 cm³.

4.4 Cápsula de platino (ó de otro material recomendado por el proveedor) de 2.5 a 5 cm³ de capacidad.

4.5 Prensa pastilladora.

4.6 Soporte para montaje de bomba de oxígeno.

4.7 Cronómetro.

4.8 Tanque de oxígeno comercial con dos manómetros, que indiquen la presión interior del tanque y de la bomba.

4.9 Balanza de torsión con sensibilidad de 0.1 g.

4.10 Calentador de agua con especificaciones de acuerdo al modelo del calorimétrico empleado.

4.11 Refrigerador.

4.12 Estufa con rango de temperatura ambiente a 353 K (80°C).

4.13 Regulador de tensión.

5.- MATERIALES Y REACTIVOS

5.1 Materiales:

- Alambre de encendido de hierro puro, platino o de otro material adecuado de 0.15 mm de diámetro y de 10 a 30 cm de largo con su conductividad térmica conocida. Si se emplea cápsula de platino el alambre utilizado también debe ser del mismo material.

5.2 Reactivos:

- Cápsula * de ácido benzoico de poder calorífico conocido no mayor de 1.5 g.
- Solución valorada de carbonato de sodio 0.0725 N.
- Solución alcohólica de indicador anaranjado de metilo al 1%.

* Cápsula según patente.

6.- OBTENCION DE LA MUESTRA

La muestra se obtiene según Norma Mexicana NMX-AA-52 y en cantidad suficiente para efectuar una serie de cinco determinaciones como mínimo.

7.- PROCEDIMIENTO

7.1 El aparato se calibra usando como material combustible una cápsula de ácido benzoico de peso conocido (0.9 a 1.25 g) y se procede de la misma manera que en el caso de una muestra problema.

7.2 La muestra se seca a peso constante y se pesan de 0.6 a 1.5 g para formar en la prensa, una pastilla de peso conocido.

7.3 Unir 10 cm de alambre de encendido a los electrodos del cabezal (ver figura 1).

7.4 Introducir la pastilla dentro de la cápsula metálica de combustión verificando que el alambre permanezca en contacto con la muestra (ver figura 1).

7.5 Colocar en el interior de la bomba 1 cm³ de agua destilada cuidando que el agua no toque la muestra.

7.6 El conjunto se adapta al cilindro de la bomba enroscando el cabezal hasta lograr un cierre hermético.

7.7 Se introduce oxígeno lentamente en el interior de la bomba a fin de evitar la dispersión del producto en la cápsula, hasta alcanzar una presión de 25 a 35 atmósferas. Se recomienda emplear 30 atmósferas de presión; si se excede la presión de las 35 atmósferas, se desaloja el oxígeno en su totalidad, se cambia de muestra y se repite la determinación.

7.8 Pesar 2000 g de agua destilada debiendo estar de 1 a 2°C abajo de la temperatura ambiente y se llevan a la cubeta del calorímetro.

7.9 Se introduce la bomba dentro de la cubeta empleando una pinza metálica, evitando pérdida de agua.

7.10 Se conectan los electrodos en la parte superior de la tapa bomba teniendo cuidado de evitar pérdidas de agua.

7.11 Se cierra el calorímetro y se baja el termómetro que registra la temperatura del agua de la cubeta conjuntamente con el agitador y del elemento primario de medición; cuando el equipo sea automático, verificar que el bulbo de dicho termómetro así como el elemento de agitación queden sumergidos en el agua.

7.12 En caso de que el calorímetro cuente con calentador de agua se enciende y se coloca en posición normal de operación, debiendo permanecer bajo estas condiciones un período de 10 minutos antes de operar el equipo. En caso contrario, se requiere de una alimentación de agua caliente siguiendo las indicaciones del aparato empleado.

El agitador debe permanecer operando un tiempo mínimo de 5 minutos.

7.13 Encender el equipo y activar el agitador del agua de la cubeta. Asegurar que no existen separaciones en la columna de mercurio de ambos termómetros.

7.14 Equilibrar las temperaturas del agua de la cubeta del calorímetro con el agua de la camisa, mediante los controles manuales de agua fría y caliente.

Si después de 1 ó 2 minutos no hay cambio en las dos temperaturas o en la temperatura del sistema, se anota ésta como temperatura inicial.

Para evitar errores de paralaje y obtener una lectura precisa del orden de 0.005°C , se emplean lentes apropiados.

Referirse a las recomendaciones del proveedor de los termómetros para proceder de acuerdo a ellos en caso de existir burbujas en el bulbo del termómetro así como separaciones en la columna de mercurio.

7.15 En equipos automáticos se procede a mantener constantes ambas temperaturas, por medio del sistema automático. Una vez logrado ésto, por medio de un cronómetro se asegura la estabilidad de dichas temperaturas durante un lapso de 4 minutos; 4 segundos antes de concluir éste período de 4 minutos, se procede de acuerdo a lo siguiente: Se toma una lectura final cuando el cronómetro registre 13 minutos, entendiéndose que 4 minutos correspondieron al período de estabilización automática y 9 minutos al período posterior a la incineración.

7.16 Se procede a quemar la muestra, manteniendo oprimido el botón de ignición durante 4 ó 5 segundos, accionando al mismo tiempo el cronómetro. En caso de no contar con equipo de control de temperatura automático se procede en forma manual, controlando los flujos de agua fría y caliente para mantener la temperatura del agua de la camisa igual ó ligeramente menor que la temperatura del agua de la cubeta del calorímetro.

Cuando el sistema esté alcanzando su temperatura final de equilibrio, debe mantenerse la temperatura en la camisa con variaciones máximas de $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$, de la temperatura del agua de la cubeta del calorímetro.

7.17 Anotar la lectura final máxima de acuerdo al instructivo del aparato que se éste empleando, ya que en algunos se registra una sola lectura final después de un tiempo establecido.

7.18 En aparatos no automáticos se recomienda lecturas a los 30, 45, 60, 75, 90 y 105 segundos, después cada 30 segundos hasta que la temperatura permanezca constante durante 5 minutos.

7.19 Desalojar el contenido de agua de la camisa oprimiendo el botón de purga, apagar el equipo y asegurar que el agitador de agua, el bulbo del termómetro de registro de la cubeta y el elemento primario de medición del aparato queden fuera de la cubeta del calorímetro.

7.20 Levantar el termómetro antes de abrir el calorímetro; abrir el calorímetro, desconectar los electrodos, sacar la bomba de la cubeta y abrir la válvula de escape de la bomba lentamente para evitar un flujo de escape violento de residuos de la combustión. Sacar la bomba verificando que la combustión haya sido completa, en caso contrario repetir la determinación.

7.21 Se transfiere el contenido de la bomba a un vaso de precipitado y se lavan las paredes de la bomba, la tapa, los electrodos y el crisol, con una pizeta de agua destilada y se filtra el lavado.

7.22 Titular el filtrado con la solución del carbonato de sodio usando como indicador anaranjado de metilo, hasta neutralizar la solución teniendo en cuenta que 1 cm^3 de solución de carbonato gastado en la titulación equivale a 1 caloría.

7.23 Medir los restos de alambre no quemado y restar de los 10 cm iniciales.

8.- CALCULOS

8.1 Calibrar el aparato usando la siguiente fórmula:

$$W = \frac{HG + e_1 + e_3}{\text{-----}}$$

EN DONDE:

W = Equivalente de agua del calorímetro empleado, en cal/°C.

H = Poder de combustión del ácido benzoico, en cal/g (valor constante = 6318 cal/g).

G = Peso del ácido benzoico en g.

T = Elevación de temperatura neta corregida en °C; y se obtiene con la siguiente fórmula:

$$T = t_f - t_i$$

EN DONDE:

t_f = Temperatura máxima final, en °C corregida de acuerdo a la escala de error del termómetro (indicada por el fabricante).

t_i = Temperatura en el momento de encendido, en °C corregida por la escala de error del termómetro.

e_1 = Corrección para el calor de formación del ácido nítrico, en calorías.

$$e_1 = \frac{C_1 N}{0.0725}$$

EN DONDE:

C_1 = Solución básica valorada empleada en la titulación en cm³.

N = Normalidad de la solución alcalina.

$e_1 = C_1$ si se emplea solución de carbonato de sodio 0.0725 N.

e_3 = Corrección para el calor de combustión del alambre de encendido en calorías.

EN DONDE:

K = Equivalente térmico del alambre utilizado (proporcionado por el proveedor).

C_3 = Alambre de ignición consumido durante el encendido, en cm.

8.2 El poder calorífico superior P.C.S. en (cal/g) se calcula con la siguiente fórmula:

$$PCS = \frac{TW - e_1 - e_2 - e_3}{m}$$

EN DONDE:

e_2 = Corrección para el calor de formación del ácido sulfúrico en calorías; se obtiene con la siguiente fórmula:

$$e_2 = 14 \frac{C_2 m}{2}$$

EN DONDE:

14 = Factor de conversión para el calor de formación del ácido sulfúrico, para el cálculo de azufre en la muestra, en %.

C_2 = Azufre en la muestra, en %.

m = Peso de la muestra, en g.

8.3 Cálculo del poder calorífico inferior o neto PCI en (cal/g); se calcula con la siguiente fórmula:

$$PCI = PCS - 10.30 (\% h \times 9)$$

EN DONDE:

10.30 = Factor de conversión de los BTU del agua resultante de la combustión del hidrógeno, más la humedad del combustible, por unidad de peso del combustible.

h = % h total.

$$\% h \text{ Total} = \frac{\% \text{ de materia volátil}}{15}$$

% de materia volátil = 100 - % de cenizas.

15 = Valor empírico.

9 = Factor de conversión que toma en cuenta el calor latente de vaporización del agua (varía según la presión).

9.- REPRODUCCION DE LA PRUEBA

9.1 La diferencia máxima permisible en el resultado de pruebas efectuadas no debe exceder de 27.5 cal/g; en caso contrario se repite la serie.

10.- APENDICE

10.1 Observaciones.

- 10.1.1 El área donde se efectúa la determinación no debe verse afectada por cambios de temperatura y de presión atmosférica.
- 10.1.2 El aparato debe calibrarse cada mes si el uso del mismo es continuo; de otra forma, debe calibrarse al inicio de una serie de pruebas.
- 10.1.3 Se debe conocer la equivalencia en cal/cm del alambre utilizado para propósitos de calibración.

11.- BIBLIOGRAFIA

- DEPARTAMENTO DEL DISTRITO FEDERAL.
Manual de operación de la planta industrializadora de Residuos Sólidos. México, D.F. 1974.
- III CURSO LATINOAMERICANO DE LIMPIEZA URBANA.
Buenos Aires, Argentina, 1978.
- ING. FRANCISCO ROMERO LUNA.
Aprovechamiento de los Residuos Sólidos del D.F., en la generación de Energía Eléctrica.
Tesis Profesional, U.N.A.M.
México, D.F.
- ING. FILEMON BRAVO OLGUIN.
Proyecto de un incinerador central con control de contaminantes para la eliminación de basuras de hospitales en el Distrito Federal.
Tesis Profesional, E.S.I.Q.I.E. I.P.N.
México, D.F., 1978.
Páginas de la 21 a la 28.
- ING. LEON AVALOS Y VEZ.
Generadores de Vapor.
Ciencias y Técnica-Serie de Tecnología. I.P.N.
México, D.F. 1965.
Páginas de la 34 a la 48.
- BOND, R.G. y STRAUB, C.P.
Handbook of environmental control.
Volume II.
Cleveland, OH. C.R.C. Press, 1973.
- PARR INSTRUMENTS Co.
Instructivo para el calorímetro adiabático 1241 y 1242 Manual No. 153.
- ING. RICARDO PEREZ HERRERA.
Análisis Comparativo de desechos sólidos en el D.F.
Tesis profesional E.S.I.Q.I.E. I.P.N.
México, D.F. 1976.