

03.84.20

COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA

DIRECCION INVESTIGACION Y DESARROLLO

GERENCIA PROCESOS QUIMICOS

Departamento Química

ESTIMACION DE TIEMPOS DE ANALISIS PARA AREAS 1000 y 2000 DE P.E.A.P.

Osvaldo A. Lires y Enrique A. Rojo

Aplicación a Manuales Q/FQ/AP/M-1,3,4,5,6,7,8,9,10,12,13,14,31,32 y
Q/QA/AP/M-11

1984

ESTIMACION DE TIEMPOS DE ANALISIS PARA AREAS 1000 y 2000 DE
LA PLANTA MODELO EXPERIMENTAL DE AGUA PESADA

REVISION N°: 1

FECHA:

APLICACION: A los Manuales Q/FQ/AP/M- 1,3,4,5,6,7,8,9,10,12,13,
14,31 y 32 y Q/QA/AP/M-11CONDICIONES DE VALIDEZ:

	FIRMA	ACLARACION	FECHA
		O.A. LIRES	
AUTORES		E.A. RQJQ	

SUPERVISOR:

	FIRMA	ACLARACION	FECHA
COMITE		M.A. Molinari	12/VII/84
DE		C.R. Portal	18/VII/84
VERIFICACION		E.A. Rojo	

APROBACION: FIRMA	ACLARACION	FECHA

ESTIMACION DE TIEMPOS DE ANALISIS PARA AREAS 1000 y 2000 DE P.E.A.P.

Oswaldo A Lires y Enrique A. Rojo

I N D I C E

1. INTRODUCCION
2. DETERMINACION DE VESTIGIOS DE H_2S EN AGUA CON DETECTOR DE FASE GASEOSA
3. MEDICION DE TENSION SUPERFICIAL
4. DETERMINACION DE MATERIA ORGANICA DISUELTA EN AGUA
5. DETERMINACION DEL CONTENIDO DE H_2S EN SOLUCIONES ACUOSAS A PRESION
6. DETERMINACION DEL CONTENIDO DE H_2S EN MUESTRAS GASEOSAS A PRESION
7. DETERMINACION DE AGUA EN SULFURO DE HIDROGENO
8. DETERMINACION DE N_2 , CO_2 , H_2 Y MATERIA ORGANICA EN H_2S POR CROMATOGRAFIA GASEOSA
9. ANALISIS ISOTOPICO D/H
 - 9.1. Deuterio en agua
 - 9.1.1. Densimetría
 - 9.1.2. Espectrometría infrarroja
 - 9.2. Deuterio en sulfuros
 - 9.2.1. Densimetría
 - 9.2.2. Espectrometría infrarroja

1. INTRODUCCION

Los datos se presentan agrupados por tipo de análisis, incluyendo-se en los casos necesarios, tiempos de prendido y/o estabilización de equipos, purificación, cálculos, etc., aunque se encuentren descriptos en manuales separados.

Salvo en los casos en que la técnica indique específicamente duplicado, triplicado etc. los tiempos indicados corresponden a un solo análisis.

El tiempo de prendido y estabilización del equipo se considera a partir de éste totalmente apagado.

El tiempo de cálculos se consigna cuando es mayor que el necesario para una simple operación matemática.

La lectura de los manuales correspondientes permitirá establecer en cada caso, que operaciones pueden ser realizadas en forma simultánea, por ej. encendido de equipos y purificación de muestras; y a que muestras en particular se aplican.

Los tiempos presentados son aproximados y corresponden a una operación estandar con un operador entrenado.

Se recuerda que en las "Guías de métodos analíticos" para estas dos áreas (Q/FQ/AP/M-32 y 33) se resumen otros detalles de los métodos aquí mencionados.

2. DETERMINACION DE VESTIGIOS DE H_2S EN AGUAS CON DETECTOR DE FASE GASEOSA

Manual Q/FQ/AP/M-1

- a) Calibración y estabilización de equipo : 15 minutos
- b) Calibración : 10 minutos, diariamente
- c) Tiempo de análisis : 10 minutos
- d) Purificación y/o tratamiento previo de la muestra : no significativo
- e) Cálculos : no significativo

3. MEDICION DE TENSION SUPERFICIAL

Manual Q/FQ/AP/M-6

- a) Prendido y estabilización de equipo: no significativo
- b) Calibración : 20 minutos, semanalmente
- c) Tiempo de análisis : 20 minutos incluido la obtención de duplicado
- d) Purificación y/o tratamiento previo de la muestra: no significativo
- e) Cálculos : 10 minutos

4. DETERMINACION DE MATERIA ORGANICA DISUELTA EN AGUAS

Manual Q/FQ/AP/M-8

- a) Prendido y estabilización de equipo : depende de las características del espectrómetro UV a utilizar
- b) Calibración : no significativo
- c) Tiempo de análisis: 10 minutos
- d) Purificación y/o tratamiento previo de la muestra : 10 minutos
- e) Cálculos : no significativo

5. DETERMINACION DEL CONTENIDO DE H_2S EN SOLUCIONES ACUOSAS A PRESION

Manuales Q/FQ/AP/M-9 y Q/AQ/AP/M-11

- a) Prendido y estabilización de equipo: entre 5 minutos y 1 hora, dependiendo de las condiciones previas de la línea de vacío.
- b) Calibración : no significativo
- c) Tiempo de análisis : 15 minutos (Q/AQ/AP/M-11)
- d) Purificación y/o tratamiento previo de la muestra : 30 minutos (Q/FQ/AP/M-9)
- e) Cálculos: no significativo

6. DETERMINACION DEL CONTENIDO DE H_2S EN MUESTRAS GASEOSAS A PRESION

Manuales Q/FQ/AP/M-10 y Q/QA/AP/M-11

- a) Prendido y estabilización de equipo: entre 5 minutos y 1 hora dependiendo de las condiciones previas de la línea de vacío
- b) Calibración: no significativo
- c) Tiempo de análisis: 15 minutos (Q/QA/AP/M-11)
- d) Purificación y/o tratamiento previo de la muestra: 30 minutos (Q/FQ/AP/M-10)
- e) Cálculos : no significativo

7. DETERMINACION DE AGUA EN SULFURO DE HIDROGENO

Manual Q/FQ/AP/M-12

- a) Prendido y estabilización de equipo: de 5 minutos a 1 hora dependiendo del estado previo de la línea de vacío.
- b) Calibración: no significativo
- c) Tiempo de análisis: los tiempos de análisis varían según el origen de la muestra

AREA 1000

M 21 y 49 = 2 horas
M 15 y 39 = 1 hora 40 minutos

AREA 2000

M 105 = 1 hora 30 minutos
M 106 = 1 hora 40 minutos
M 116 = 2 horas 50 minutos
M 121 = 2 horas 10 minutos
M 122/124 = 3 horas 15 minutos
M 123 = 2 horas 15 minutos

- d) Purificación y/o tratamiento de la muestra: no significativo
- e) Cálculos : no significativo

8 DETERMINACION DE N_2 , CO_2 , H_2 y MATERIA ORGANICA EN H_2S POR CROMATOGRAFIA GASEOSA

Manual Q/FQ/AP/M-4

- a) Prendido y estabilización del equipo : 1 hora 30 minutos
- b) Calibración : se incluye en tiempo de análisis c)
- c) Tiempo de análisis : se dan por separado los tiempos para cada determinación por triplicado y su calibración por duplicado.
Se incluye el tiempo de fijado de condiciones instrumentales particulares

N_2 = 20 minutos

CO_2 = 20 minutos

H_2 = 20 minutos

Materia orgánica: se puede estimar en 20 minutos. Se determinará con muestras reales de planta.

Las determinaciones de N_2 y CO_2 pueden realizarse en determinadas condiciones en forma simultánea.

- d) Purificación y/o tratamiento de la muestra: no significativo
- e) Cálculos : 10 minutos para cada determinación por triplicado y estandar por duplicado.

9. ANALISIS ISOTOPICO D/H

El análisis isotópico D/H se efectúa en muestras de aguas (9-1) o sulfuros de hidrógeno (9-2) mediante técnicas de densimetría, espectrometría infrarroja o de masas.

En el manual Q/FQ/AP/M-32 (Guía de análisis para el área 1000) y Q/FQ/AP/M-33 (Guía de análisis para el área 2000) se indican los procedimientos a seguir con cada muestra en particular, así como la técnica de purificación o preparación previa de ella.

El método de análisis por espectrometría de masas se establecerá con el equipo a utilizar, ya instalado en el laboratorio.

9.1. Deuterio en aguas

9.1.1. Densimetría

Manual Q/FQ/AP/M-3

- a) Prendido y estabilización del equipo: 2 horas
- b) Calibración : Se incluye en c)
- c) Tiempo de análisis : 20 minutos
- d) Preparación y/o purificación previa de la muestra:
 - I) Descompresión de la muestra = 10 minutos (Q/FQ/AP/M-14)
 - II) Eliminación de H_2S = 15 minutos con columna ya acondicionada (Q/FQ/AP/M-13)
 - III) Purificación: sublimación al vacío = 2 horas
- e) Cálculos : 5 minutos

9.1.2. Espectrometría infrarroja

Manual Q/FQ/AP/M-5

- a) Prendido y estabilidad del equipo: 1 hora
- b) Calibración : en ámbito 1 = 3 horas
en ámbito 2 y 3 = 2 horas 30 minutos
Se incluye el tiempo de cálculos
Frecuencia: semanalmente
- c) Tiempo de análisis: en ámbito 1 = 45 minutos
en ámbito 2 y 3 = 40 minutos
Se incluye el tiempo de cálculos
- d) Purificación y/o preparación previa de la muestra:
 - I) Descompresión de la muestra: 10 minutos (Q/FQ/AP/M-14)
 - II) Eliminación de H_2S : 15 minutos con columna ya acondicionada (Q/FQ/AP/M-13)
 - III) Purificación: el método a utilizar se determinará con muestras reales de planta
- e) Cálculos: incluido en c)

9.2 Deuterio en sulfuros de hidrógeno

9.2.1. Densimetría

Manual Q/FQ/AP/M-3

- a) Prendido y estabilización del equipo: 2 horas
- b) Calibración: se incluye en c)
- c) Tiempo de análisis : 20 minutos
- d) Purificación y/o preparación previa de la muestra:
 - I) Conversión de H_2S en H_2O = 2 horas 30 minutos
Tiempo adicional para operación de línea de vacío: entre 5 minutos y 1 hora dependiendo del estado previo de ésta (Q/FQ/AP/M-7)
 - II) Purificación = 2 horas (Q/FQ/AP/M-7)
- e) Cálculos : incluídos en c)

9.2.2. Espectrometría infrarroja

Manual Q/FQ/AP/M-5

- a) Prendido y estabilización del equipo: 1 hora
- b) Calibración: en ámbito 1 = 3 horas
en ámbito 2 y 3 = 2 horas 30 minutos
Se incluye el tiempo de cálculos.
Frecuencia : semanalmente
- c) Tiempo de análisis : en ámbito 1 = 45 minutos
en ámbito 2 y 3 = 40 minutos
Se incluye el tiempo de cálculos
- d) Purificación y/o preparación previa de la muestra:
 - I) Conversión de H_2S en H_2O = 4 horas 30 minutos
Tiempo adicional para operación de línea de vacío entre 5 minutos y 1 hora dependiendo del estado previo de ésta (Q/FQ/AP/M-7)
 - II) Purificación = 2 horas (Q/FQ/AP/M-7)
Muestras reales de planta determinarán o no variaciones en este punto
- e) Cálculos: Incluídos en c)