

03.83.09

COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA

DIRECCION DE INVESTIGACION Y DESARROLLO

GERENCIA DE PROCESOS QUIMICOS

Departamento de Química

ELIMINACION DE SULFURO DE HIDROGENO POR CARBON ACTIVADO

Augusto D. Zonis y Eduardo A. Gautier

Domin

APLICACION:

A las muestras del área 1000 N° 1, 3, 9, 16, 17, 22, 23, 27, 29, 42, 43, 45 y 54

abril, 1983

COPIA N° 9

Q/ FQ/AP/M-13

ELIMINACION DE SULFURO DE HIDROGENO EN MUESTRAS DE AGUAS POR
CARBON ACTIVADO

REVISION N°: 1

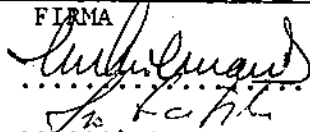
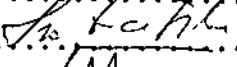
FECHA:

APLICACION: A LAS MUESTRAS N° 1,3,9,16,17,22,23,27,29,42,43,45
y 54 DEL AREA 1000

CONDICIONES DE VALIDEZ: -----

	FIRMA	ACLARACION	FECHA
AUTORES		A.D. Zonis	
		E.A. Gautier	

SUPERVISOR:		O.A. Lires
-------------	---	------------

	FIRMA	ACLARACION	FECHA
COMITE DE		M.A. Molinari	
		I. Matoska	
VERIFICACION		E.A. Rojo	

APROBACION:	FIRMA	ACLARACION	FECHA

ELIMINACION DE SULFURO DE HIDROGENO EN MUESTRAS DE AGUAS POR
CARBON ACTIVADO

A.D. Zonis - E.A. Gautier

I N D I C E

1. INTRODUCCION

2. EQUIPOS Y MATERIAL

- 2.1. Columna de absorción
- 2.2. Bomba peristáltica
- 2.3. Cierres de mercurio
- 2.4. Recipiente portamuestra
- 2.5. Carbón activado

3. ARMADO DEL EQUIPO

- 3.1. Llenado de la columna
- 3.2. Calibrado de la bomba peristáltica
- 3.3. Cierres de mercurio
- 3.4. Llenado del recipiente portamuestra

4. OPERACION DEL EQUIPO

- 4.1. Purgado de la bomba
- 4.2. Operación
- 4.3. Extracción de la muestra
- 4.4. Limpieza del equipo

5. BIBLIOGRAFIA

6. FIGURAS

1. INTRODUCCION

Para la determinación de deuterio en aguas por espectrometría de masas, infrarroja o densimetría es necesario tener en cuenta la posible interferencia de eventuales solutos presentes en las muestras.

En el caso de las muestras del área 1000 de la PEAP, la principal impureza es el sulfuro de hidrógeno disuelto en el agua de proceso, pudiendo hallarse también productos de oxidación de éste, dióxido de carbono, azufre coloidal, materia orgánica, etc.

El método descrito en este manual consiste en la purificación de la muestra por pasaje de ésta a través de una columna de carbón activado. Este procedimiento reduce la concentración de sulfuro de hidrógeno a un valor menor que $0,25 \mu\text{g}.\text{ml}^{-1}$, que no interfiere con los análisis a realizar.

También se eliminan en forma significativa otras impurezas presentes, principalmente materia orgánica.

Este tratamiento no produce variación en la concentración del deuterio presente en la muestra.

2. EQUIPOS Y MATERIALES

2.1. Columna de absorción

Es necesario disponer de por lo menos dos de estas columnas. Están construidas en vidrio Pyrex y en la figura 1 se indican dimensiones y detalles de construcción.

2.2. Bomba peristáltica

Se utiliza una bomba peristáltica del tipo "Masterflex", con velocidad de bombeo graduable y cabezales dobles intercambiables. Se recomienda utilizar el cabezal N° 7013, que permite variar el caudal entre 0,3 y 6 ml. min⁻¹, utilizando un tubo de elastomero de diámetro adecuado.

2.3. Cierres de mercurio

En el esquema general del equipo de la fig. 2 se indican cierres de mercurio en ambos extremos. Estos tienen por objeto aislar la muestra de la atmósfera mientras dura la operación. En la fig. 3 se indican detalles de construcción.

2.4. Recipiente portamuestra

Es necesario disponer de por lo menos dos de estos recipientes. Están contruídos en vidrio Pyrex, en la fig. 4 se dan detalles de construcción.

2.5. Carbón activado

Se utiliza carbón activado para absorción de gases, granulado, malla 10-18, marca BDH.

Se recomienda evitar la contaminación con humedad, gases o vapores conteniendo el recipiente que lo contiene bien cerrado.

3. ARMADO DEL EQUIPO

En la fig.2 se muestra un esquema general del armado del equipo. Las conexiones entre los diversos elementos (columnas, cubeta portamuestra, etc.) se pueden realizar con tubos de PVC de diámetro adecuado. Para la unión de éstos a los tubos de la bomba peristáltica, que son de diámetro interior mucho menor, se utilizan los conectores que se indican en la fig. 5.

Es necesario construir el equipo de manera tal que posea un mínimo de volumen muerto, dado que la muestra a tratar proviene de muestreadores de 75 ml de capacidad.

3.1. Llenado de la columna

La columna construida según las dimensiones de la fig. 1, perfectamente limpia y seca, se carga con 11 g de carbón activado, cuidando de obtener una distribución compacta y homogénea del relleno. Se taponan la parte superior de la columna con lana de vidrio limpia y seca. Este tapón debe estar lo suficientemente ajustado para evitar el desplazamiento del carbón. La columna ya cargada con el carbón y sin la tapa superior se seca en una estufa a 150 °C durante 3 horas.

Al retirar de la estufa, se coloca la tapa superior y el tubo de PVC del extremo.

Si la columna no va a ser utilizada, inmediatamente obturar con tapón el extremo del tubo de PVC de entrada para evitar contaminación del carbón activado.

LA CARGA DE CARBON DE LA COLUMNA SIRVE PARA
EL TRATAMIENTO DE 30 A 40 ml DE AGUA. DEBE
CAMBIARSE PARA CADA MUESTRA

3.2. Calibrado de la bomba peristáltica

Se le colocan los cabezales 7013 con los tubos adecuados, cuidando de que éstos no queden mordidos por el rotor.

El flujo de trabajo es de 3 ml. min^{-1} debiéndose calibrar la posición de la perilla "SPEED" del módulo de control de la bomba a utilizar, para obtenerlo. Es aconsejable repetir esta calibración ocasionalmente, o al cambiarse partes del equipo de bombeo.

El módulo de control no posee una llave de corte de corriente, debiendo llevarse la perilla "SPEED" a la posición "OFF" para detener el bombeo. Resulta conveniente, luego que se estableció la posición adecuada de esta perilla para lograr el flujo requerido, marcarla en la escala y conectar el módulo de control a una llave de corte externa, evitando así errores de posición entre operaciones. Comprobar que la llave "CW" "CCW" está en la posición adecuada para el sentido de circulación de la muestra.

3.3. Cierres de mercurio

Los cierres se cargan con mercurio de manera tal que el nivel de éste apenas tape el tubo de entrada (aproximadamente 1 mm) sellando el equipo a la atmósfera (ver fig. 3).

En el cierre de entrada se coloca un tubo conteniendo "Molecular Sieve" o "Silica Gel" para secar el aire que penetra al equipo. Renovar este relleno con la frecuencia que sea necesaria.

3.4. Llenado del recipiente portamuestra

En este recipiente (ver detalles en fig. 4) limpio y seco, se carga la muestra proveniente de los muestreadores de planta ya despresurizados (Ver Manual Q/FQ/AP/M-14).

La operación de carga debe realizarse rápidamente por volcado, para evitar contaminación de la muestra con humedad ambiente.

Al estar las muestras saturadas con H_2S la OPERACION DEBE REALIZARSE BAJO CAMPANA.

Colocarle la tapa al recipiente y conectarlo rápidamente al resto del equipo.

4. OPERACION DEL EQUIPO

Con el equipo cargado y conectado según 3. se procede a la operación.

4.1. Purgado de la bomba

La única parte del equipo que puede conservar restos de muestras anteriores o aguas de enjuague es el tubo de elastomero de la bomba peristáltica. Para limpiarlo se purga con la muestra.

Se desconecta la unión bomba-columna (A en la fig. 2), se enciende la bomba y se hacen circular unos 5 ml de muestra (tiempo aproximado 2 min.).

En el líquido de purga se puede recoger sobre solución de hidróxido de sodio al 25 %; teniendo cuidado de no contaminar el tubo de descarga.

4.2. Operación

Se reconecta la unión bomba-columna (A).

Se enciende la bomba y se hace pasar la muestra por la columna, cuando hayan pasado aproximadamente 30 ml se apaga la bomba.

Este volumen de muestra purificada se encuentra almacenado en el ensanchamiento de la parte superior de la columna.

4.3. Extracción de la muestra

La muestra se extrae retirando el cierre de salida de la columna y utilizando una jeringa provista de aguja suficientemente larga.

Si se notase la presencia de polvo de carbón o pequeños trozos de lana de vidrio, la jeringa a utilizar será del tipo adecuado para membranas filtrantes.

Luego de extraer la muestra, cambiar la aguja por un portamembrana con membrana filtrante de 0,2 μ .

Filtrar la muestra en un recipiente limpio y seco para su uso posterior.

4.4. Limpieza del equipo

Desconectar la unión A. Vaciar el recipiente portamuestra, mediante bombeo, recogiendo sobre solución de hidróxido de sodio.

Desconectar la unión B y enjuagar los tubos de la bomba, bombeando agua destilada. Si se deben realizar dos operaciones sucesivas, mientras se limpia un canal de bombeo, se puede utilizar el otro que posee el cabezal de la bomba.

Desconectar los cierres de entrada y salida y tapar con las uniones esmeriladas indicadas con líneas punteadas en fig. 3.

Vaciar, lavar y poner a secar la columna y el portamuestras.

5. BIBLIOGRAFIA

1. A.D. Zonis y E.A. Gautier; "Eliminación de sulfuro de hidrógeno en muestras líquidas". PQ/Q/FQ-67, 1982.

Figura 1

Detalle de la columna de absorción

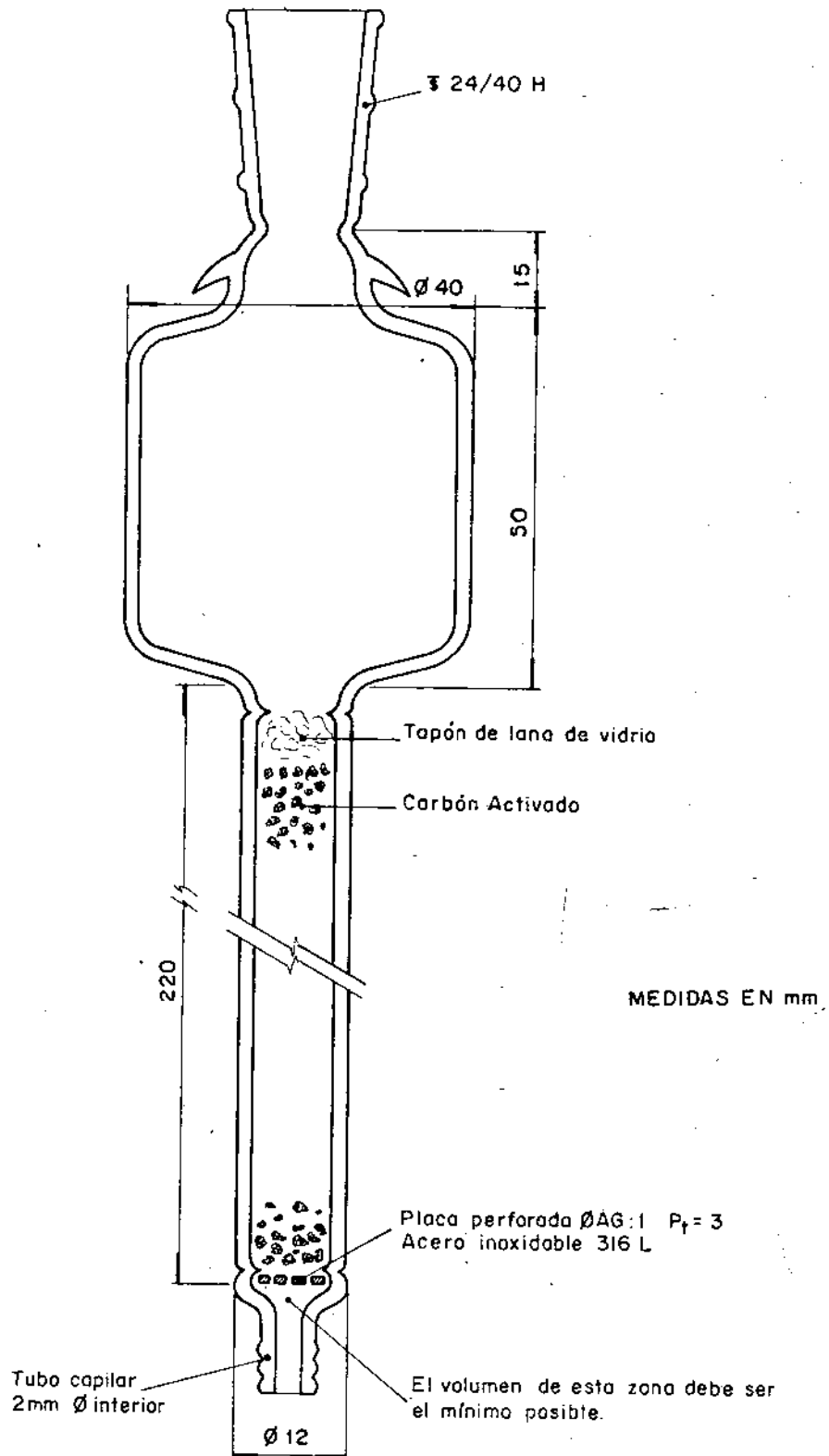
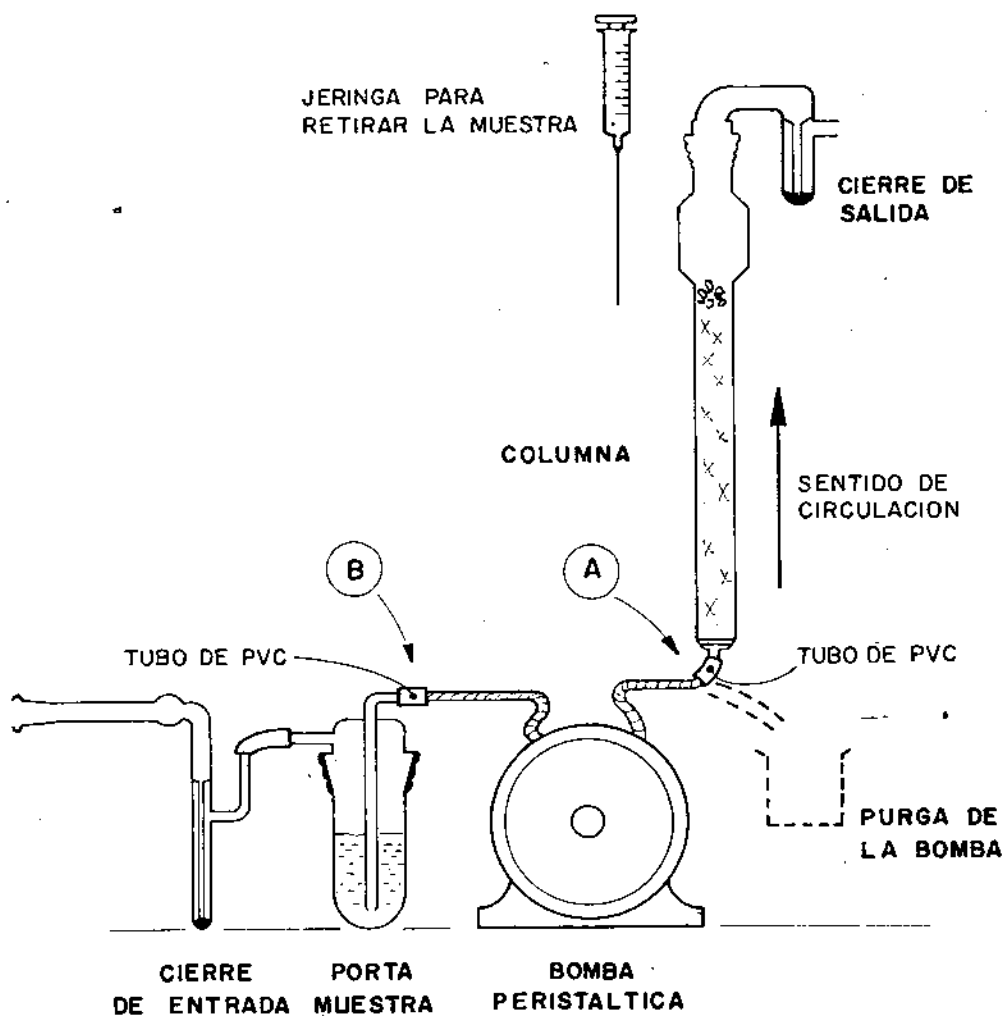
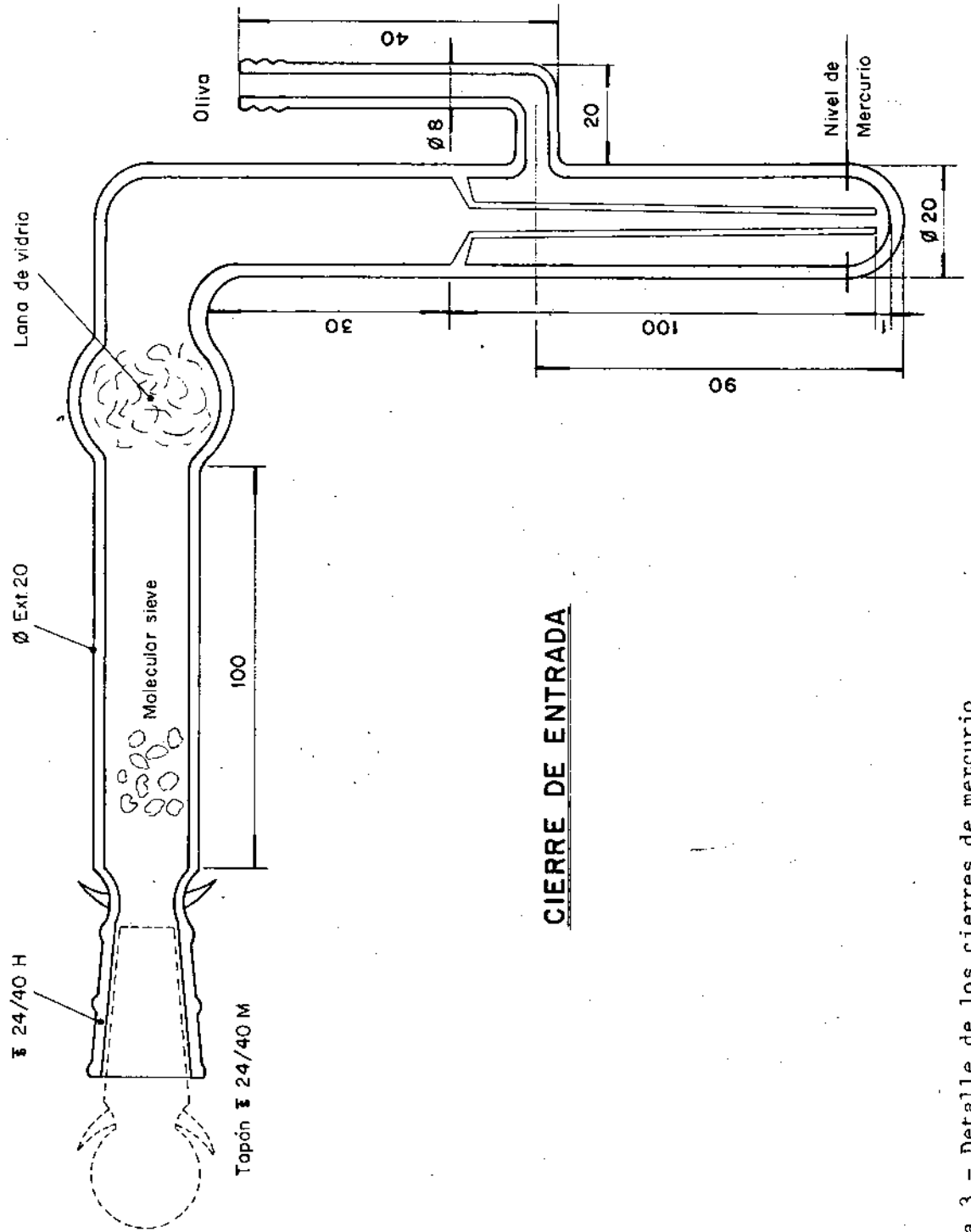


Figura 2
Esquema general del equipo



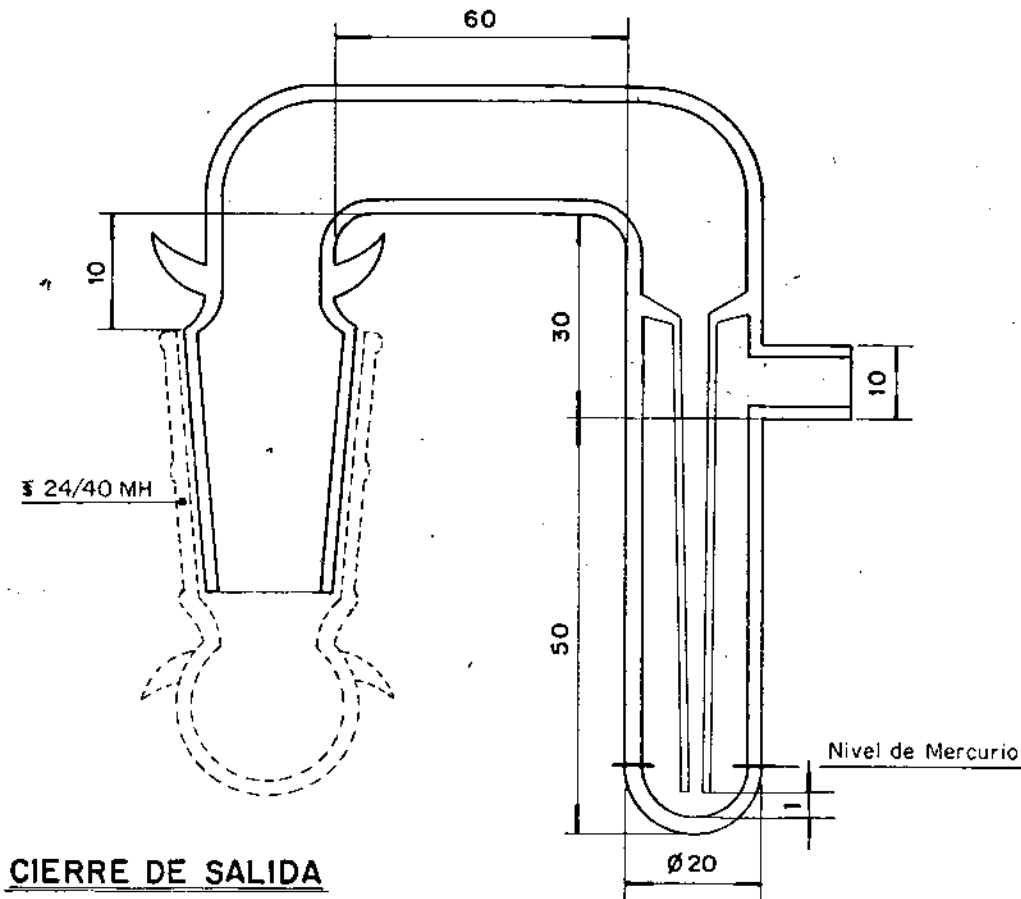


CIERRE DE ENTRADA

Figura 3.- Detalle de los cierres de mercurio

Figura 3 bis

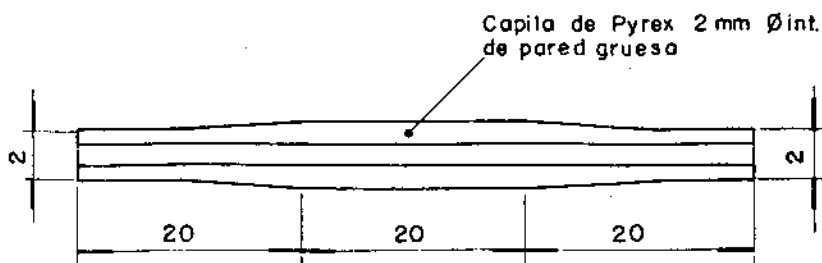
Detalles de los cierres de mercurio



DIBUJO NO A ESCALA
MEDIDAS EN mm.

Figura 5

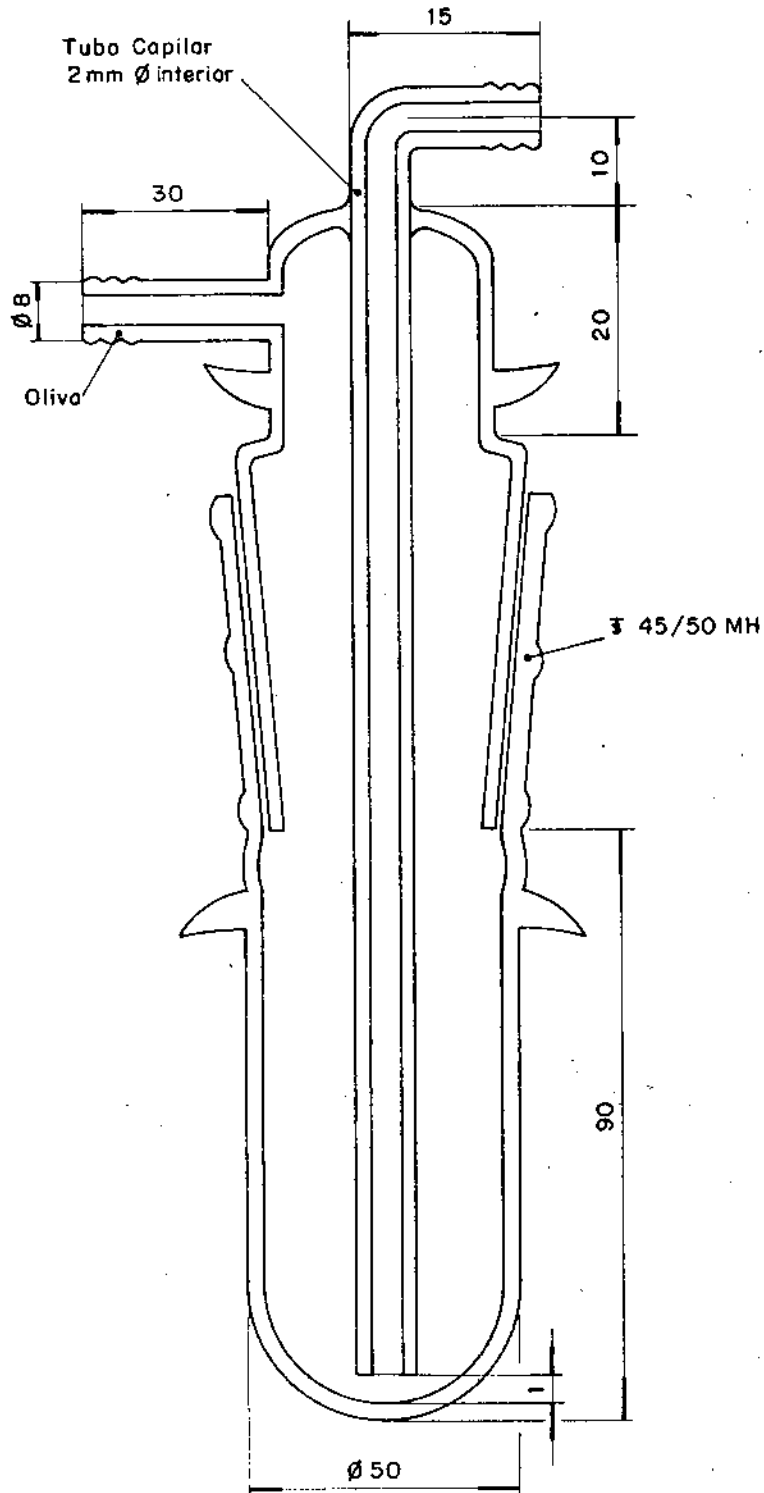
Detalle de los conectores



MEDIDAS EN mm

Figura 4

Detalle del recipiente portamuestra



MEDIDAS EN mm