

03.83.13

# COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA

DIRECCION DE INVESTIGACION Y DESARROLLO

GERENCIA DE PROCESOS QUIMICOS

Departamento de Química

CONVERSION DE SULFURO DE HIDROGENO EN AGUA PARA ANALISIS  
ISOTOPICO DE DEUTERIO EN MEZCLAS  $H_2S/H_2O$

*Alao* *Lires*  
Enrique A. Rojo y Osvaldo A. Lires

APLICACION:

A las muestras del área 1000 N° 14, 20, 38 y 48

abril, 1983

CONVERSION DE SULFURO DE HIDROGENO EN AGUA PARA ANALISIS ISOTOPI-  
CO DE DEUTERIO EN MEZCLAS GASEOSAS DE  $H_2S/H_2O$

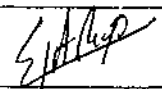
REVISION N°: 1

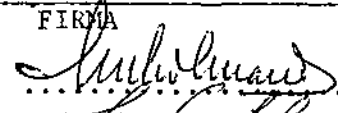
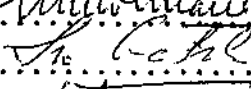
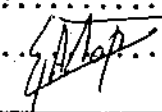
• FECHA:

APLICACION: A LAS MUESTRAS N° 14, 20, 38 y 48

CONDICIONES DE VALIDEZ: DE ACUERDO A LAS LIMITACIONES DEL CAPI-  
TULO 7

|         | FIRMA                                                                               | ACLARACION | FECHA |
|---------|-------------------------------------------------------------------------------------|------------|-------|
| AUTORES |  | E.A. Rojo  |       |
|         |                                                                                     | O.A. Lires |       |
|         |                                                                                     |            |       |

|             |                                                                                     |           |
|-------------|-------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| SUPERVISOR: |  | E.A. Rojo |
|-------------|-------------------------------------------------------------------------------------|-----------|

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

| APROBACION: | FIRMA | ACLARACION | FECHA |
|-------------|-------|------------|-------|
|             |       |            |       |

CONVERSION DE SULFURO DE HIDROGENO EN AGUA PARA ANALISIS  
ISOTOPICO DE DEUTERIO EN MEZCLAS GASEOSAS DE  $\text{H}_2\text{S}/\text{H}_2\text{O}$

O.A. Lires y E.A. Rojo

I N D I C E

1. INTRODUCCION
2. APARATOS E INSTRUMENTOS
3. REACTIVOS
4. OPERACION
  - 4.1. Transformación de  $H_2S$  en  $H_2O$
  - 4.2. Recuperación del agua
5. PURIFICACION DE LA MUESTRA
  - 5.1. Purificación preliminar
  - 5.2. Purificación final
6. CONTROL DE LA PURIFICACION
  - 6.1. Medición de conductividad
7. CONDICIONES DE APROBACION DEL METODO
8. ANEXO I. PREPARACION DE  $CuO$

## 1. INTRODUCCION

En varios puntos de la PEAP es necesario conocer la concentración de deuterio en la fase gaseosa, constituida por  $H_2S$  y  $H_2O$ , con contenido muy variable de las especies deuteradas. En la torre fría esta fase está constituida casi exclusivamente por  $H_2S$  ya que la fracción molar de agua es sólo del orden de 0.003, mientras que en la torre caliente esta fracción alcanza al 0,15.

Debido a que es prácticamente imposible intentar el desarrollo de métodos de análisis en forma simultánea en los dos compuestos, es necesario que tanto el protio como el deuterio estén formando parte de un solo elemento o compuesto, en el cual resulte sencillo aplicar algún método de análisis.

Entre las posibilidades más convenientes se encuentran la conversión del  $H_2S$  y el  $H_2O$ , en hidrógeno, o transformar el  $H_2S$  en  $H_2O$ , mientras el  $H_2O$  de la muestra permanece tal cual. Resulta obvio recalcar que estas reacciones incluyen al deuterio o la forma deuterada de los compuestos.

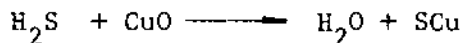
La elección entre ambas posibilidades depende de la técnica de análisis a emplear posteriormente, la cual a su vez es función de la concentración de deuterio. Para concentraciones bajas, de hasta 0,1 moles % de deuterio, resulta conveniente la conversión de la muestra en hidrógeno y su análisis por espectrometría de masas, mientras que para concentraciones mayores es conveniente su conversión en agua, y su análisis por espectrometría infrarroja o densimetría.

La conversión del  $H_2S$  de la muestra en agua puede ser empleada, para bajas concentraciones, como etapa intermedia de purificación o para la conservación de la muestra. Debido a que todos estos análisis pertenecen a la categoría de esporádicos, en los cuales no hay urgencia por conocer los resultados, pudiendo transcurrir varios días entre la obtención de la muestra y su análisis, se considera más conveniente conservarla co-

mo agua que mantenerla en el muestreador en la que se obtuvo, o transformarla en hidrógeno.

Otra ventaja de esta conversión intermedia, especialmente para las muestras de la torre caliente, donde el contenido de agua es considerable, es que el método aquí descripto emplea la totalidad de la muestra contenida en un muestreador de 75 ó 150 ml, evitándose la necesidad de fraccionar la muestra en forma representativa. Un fraccionamiento de este tipo resultará indispensable en el caso de la conversión en hidrógeno, ya que de emplearse un muestreador entero, la cantidad de gas obtenido se haría difícil de manipular y el consumo de uranio sería excesivo.

El método de conversión de  $H_2S$  en  $H_2O$  que se describe en este Manual consiste en hacer reaccionar el  $H_2S$  con  $CuO$ , produciéndose la siguiente reacción.



Se supone que existen algunas reacciones secundarias ya que es habitual que se produzca una abundante cantidad de azufre.

## 2. APARATOS E INSTRUMENTOS

2.1. Línea de vacío y presión de acero inoxidable, preferentemente 316 L, con válvulas y manovacúómetro hasta de 30 atmósferas, del mismo material. Deberá probarse con presiones de hasta 30 atmósferas.

No pueden darse detalles constructivos completos sobre todo en lo referente a las conexiones, ya que dependerán de los materiales y accesorios que puedan disponerse. Algunos detalles se observan en las figs. 1, 2 y 3.

- 2.2. Trampas de vidrio provistas de llaves con vástagos de Teflon, sus dimensiones aproximadas se observan en la fig. 3. Deberá disponerse de por lo menos dos de ellas.
- 2.3. Línea de vacío convencional, no siendo necesario el uso de bomba difusora. Se recomienda el empleo de grasa de silicona para alto vacío, en la lubricación de las uniones cónicas y las llaves de vacío.

### 3. REACTIVOS

- 3.1. Óxido cúprico preparado según se indica en el ANEXO I.
- 3.2. Permanganato de potasio y óxido de bario para análisis. Estos reactivos es conveniente que se guarden en desecador.

### 4. OPERACION

TODOS LOS TIEMPOS QUE SE INDICAN EN ESTE  
MANUAL SON APROXIMADOS YA QUE PUEDEN VARIAR  
SEGUN EL DISEÑO DEL APARATO

#### 4.1. Transformación de $H_2S$ en $H_2O$

- 4.1.1. Se instala el muestreador C en la línea mediante la conexión adecuada (todos los elementos que se indican en estas operaciones están representados en la fig. 1).
- 4.1.2. Se coloca en el recipiente A la cantidad de  $CuO$  que se indica en la Tabla I, según el número de análisis y muestreador em-

pleados. Sobre el  $\text{CuO}$  se coloca un tapón de lana de vidrio, limpia y seca, de 2 ó 3 cm de espesor, compactándolo suavemente. Se conecta el recipiente A a la línea ajustándolo apropiadamente.

- 4.1.3. Se desarma la llave G o H de la trampa J. Se introducen unos pocos miligramos de  $\text{K}_2\text{MnO}_4$  y otro tanto de  $\text{BaO}$  en el fondo de la trampa J, reponiéndose luego la llave que se haya secado. Se instala la trampa J en la línea como se indica en la fig.1, evitándose emplear un exceso de lubricante en las uniones cónicas.

TODAS LAS VALVULAS METALICAS Y LAS LLAVES  
DE VIDRIO DEBEN ENCONTRARSE EN POSICION  
CERRADA, HASTA QUE SE INDIQUE LO CONTRARIO

- 4.1.4. Se pone en funcionamiento la bomba de vacío y se abren lentamente las llaves W, U, S, R, G y H mientras que la válvula F permanecerá cerrada. Cuando se alcance el máximo vacío obtenible (cero del día), cerrar la llave W y comprobar que no existen pérdidas (luego de 4 ó 5 minutos no debe aumentar la presión que indica el manómetro T). Si existiesen, realizar los ajustes, lubricaciones o reparaciones correspondientes. Cuando la presión leída en el manómetro de mercurio llegue al cero del día, el cual dependerá de la presión atmosférica, se coloca un termo con nitrógeno líquido en la trampa V, para proteger la zona de trabajo de los vapores de aceite de la bomba.

ATENCION: EN CASO DE PERDIDAS NO COLOCAR  
EL TERMO CON NITROGENO LIQUIDO EN LA TRAMPA.  
PUEDE CONDENSARSE OXIGENO DEL AIRE

- 4.1.5. Se abre en forma parcial y muy lentamente la válvula F, a fin de evitar que el  $\text{CuO}$  se disperse en la línea fuera del recipiente A. Luego de aproximadamente 10 minutos, se cierra la llave U y se controla en el manómetro T si se produce aumento de presión, si así ocurriera se vuelve a abrir la llave U hasta finalizar la evacuación y el desgasado del  $\text{CuO}$ . Si luego de varios controles como el indicado anteriormente se observase aún aumento de presión deberá controlarse la existencia de pérdidas en la línea de vacío, tanto en la parte metálica como en la de vidrio. Cuando se verifique la ausencia de pérdidas y fin del desgasado previo se abre completamente la válvula F.
- 4.1.6. El recipiente A se sumerge hasta aproximadamente su mitad en agua hirviendo, contenida en un vaso de precipitado aislado, y mediante un mechero o calefactor eléctrico se mantiene el agua a ebullición. Luego de treinta minutos, tiempo en que se habrá completado el desgasado y eventual secado del  $\text{CuO}$ , se retira el recipiente con agua hirviendo, y se cierra la válvula F. Dejar enfriar a temperatura ambiente ( se puede acelerar esta operación con un baño de agua fría o un chorro de aire).
- 4.1.7. Con un termo conteniendo nitrógeno líquido se enfría el fondo del recipiente A, es decir la parte ocupada por el  $\text{CuO}$ .

4.1.8. Luego de aproximadamente 5 minutos se abre lentamente la válvula D; la muestra contenida en el muestreador C comienza a condensarse en el fondo del recipiente A. Se verifica con el monovacuumetro la presión, si ésta no llegase a cero, se levanta el nivel de nitrógeno líquido hasta la mitad del recipiente A, y se espera unos minutos. Si aún la presión no llegase a cero esto será indicación de la presencia de material no condensable, probablemente nitrógeno y/o hidrógeno. Una presión residual del orden de 0,2 atm será normal por las impurezas previstas en la fase gaseosa de la planta y no interferirá en la operación. Si la presión residual es considerablemente mayor que la señalada, esto indicaría una posible contaminación de la muestra, ya sea durante el muestreo, o por la aparición de una pérdida en el sistema de vacío luego de la verificación en 4.1.5. En este caso la reacción podría resultar incompleta, por lo que se aconseja continuar hasta 4.1.9. y descartar el agua obtenida.

4.1.9. Se cierra la válvula D y se retira el termo con nitrógeno líquido del recipiente A. Luego de aproximadamente 10 minutos se observará que el rocío congelado que se formó en el recipiente A al retirar el termo, comienza a fundirse en el fondo del tubo hasta la altura que ocupa el CuO, al mismo tiempo que se producirá un aumento de presión que se observará en el monovacuumetro B. Este aumento de presión llegará en general a 3 ó 4 atmósferas, aunque en algunas ocasiones apenas superará una atmósfera y en otras llegará a 10 atmósferas. Estas irregularidades en la presión son debidas a distintas relaciones de velocidad de fusión /evaporación /oxidación del  $H_2S$  originadas probablemente por la forma o lugar en que se congeló el  $H_2S$ , y en la proporción en que se encuentra mezclado con el CuO.

De cualquier manera la reacción se realizará en forma cuantitativa.

Luego que la presión se estabilice comenzará a descender lentamente, mientras que al mismo tiempo se producirá un fuerte calentamiento en el fondo del recipiente A. Luego de unos 30 minutos la presión habrá llegado a cero o a unas pocas décimas de atmósfera (Ver 4.1.5.). Si luego del tiempo indicado la presión fuese mayor que la indicada, se congelará nuevamente el fondo del recipiente A, se abrirá la válvula D, se esperará 10 minutos, se cerrará la válvula D y se retirará el termo con nitrógeno líquido. Si aún luego de 30 minutos persistiera algo de sobrepresión esto será debido a la presencia de  $N_2$ ,  $H_2$  o  $CO_2$ .

Cuando se logre que la presión llegue a cero o que mantenga constante en unos pocos décimos de atmósfera, se dará por terminado el proceso.

EN ESTA ETAPA PUEDE SUSPENDERSE LA OPERACION  
POR TIEMPO INDETERMINADO, TENIENDO CUIDADO  
DE MANTENER CERRADA LA VALVULA F

#### 4.2. Recuperación del agua

El agua producida en la reacción anterior se encontrará distribuída junto con la que la muestra contenía originalmente en los recipientes A, C, manómetro B y cañería S, y deberá ser transferida a la trampa J para proceder a su purificación y análisis.

- 4.2.1. Durante las operaciones anteriores las llaves G y H habrán permanecido abiertas comunicando la trampa J y el tramo de cañería entre G y F en vacío. En el caso que la operación se haya suspendido por varias horas y apagado la bomba de vacío, se volverá a prender ésta para reestablecer las condiciones antes indicadas.
- 4.2.2. Se cierra la llave S y se aísla cualquier otro recipiente que contenga mercurio en la línea de vacío, para evitar que los vapores de este elemento se condensen en la trampa J en las operaciones siguientes.
- 4.2.3. Se coloca un termo con nitrógeno líquido en la trampa J, el nivel del nitrógeno se hará llegar a una altura intermedia entre los niveles I y L (Ver la fig. 3 para detalles).
- 4.2.4. Se cierra la llave H y se abren lentamente las válvulas F y D, se observará que el agua comienza a condensar en la rama izquierda de la trampa J, un poco arriba del nivel del nitrógeno líquido.
- 4.2.5. Se abre lentamente la llave H, para que la recuperación del agua se realice en condiciones de vacío dinámico. En el caso de haber gases no condensables éstos serán bombeados a través de la trampa J, percibiéndose un cambio en el ruido producido por las válvulas de la bomba mecánica. En caso de existir  $\text{CO}_2$  éste quedará retenido en la trampa J.

La transferencia del agua a la trampa demorará no menos de una hora y media.

NO ES CONVENIENTE CALENTAR LAS PARTES METÁLICAS DE LA LÍNEA PARA DISMINUIR EL TIEMPO DE DESTILACIÓN DEL AGUA, YA QUE PODRÍA SUBLIMAR AZUFRE A LA TRAMPA J

Es conveniente que se vaya agregando nitrógeno líquido durante este tiempo para elevar su nivel hasta la marca L, de esta manera se evitará el taponamiento de la trampa por el hielo.

- 4.2.6. Luego de transcurrido el tiempo indicado se controlará si la recuperación del agua ha sido total de la siguiente manera: Se cierran las llaves G y H. Se retira el termo de la trampa J. Con la ayuda de un soplador de aire caliente, aplicado a la rama de la trampa donde está el agua congelada se logrará que se desplace hasta el fondo de ésta, evitando que queden gotas en la parte donde estaba congelada, ya que esto dificultará el control posterior. Sólo la práctica indicará la forma y la intensidad del calentamiento para que eso no ocurra.

|                                                                                   |
|-----------------------------------------------------------------------------------|
| <p>NO CALENTAR LAS LLAVES DE LA TRAMPA NI LAS UNIONES<br/>CONICAS ESMERILADAS</p> |
|-----------------------------------------------------------------------------------|

No es necesario ni conveniente que el agua congelada en el fondo de la trampa llegue a fundirse ya que demoraría la operación.

- 4.2.7. Se vuelve a colocar el termo con nitrógeno líquido hasta el nivel I de la trampa J. Luego de comprobar que el agua que se hubiese fundido en la operación anterior vuelve a solidificarse, se abren las llaves G y luego la H. En el caso que hubieran quedado gotas de agua en un nivel superior al del nitrógeno líquido, se espera hasta que éstas destilen a la parte inferior.

- 4.2.8. Se levanta el nivel del nitrógeno líquido hasta el nivel L, luego de 5 a 10 minutos se verifica si sigue condensando agua en las proximidades de este nivel. El halo que se forma en este caso no debe confundirse con la condensación de humedad en la parte exterior del tubo; para diferenciarlos se comparará con la otra rama de la trampa o procediendo a su fusión por calentamiento con el dedo para poder observar el interior del tubo.

En el caso que efectivamente se verifique que el pasaje del agua no había llegado a su fin se proseguirá la operación otros 30 minutos, luego se repetirá el control procediendo desde el paso 4.2.6. Resulta a veces difícil juzgar el final de la operación ya que puede sublimar algo de azufre y formar un halo similar al del agua. Pueden diferenciarse ya que el formado por el azufre no fundirá por un calentamiento suave. Cuando la operación haya concluido se cierran las llaves G y H y se retira el termo de la trampa J.

- 4.2.9. Se cierra la llave R y se retira la trampa J del sistema de vacío, se espera que el agua congelada se funda y se mezcle con los reactivos que se colocaron en su fondo. Si han quedado gotas en la parte superior del tubo se tratará que se mezclen con el agua del fondo de la trampa. Se dejará por lo menos 30 minutos antes de proceder con la operación siguiente.

|                                                                                                          |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| EN ESTA ETAPA PUEDE SUSPENDERSE LA OPERACION POR<br>TIEMPO INDETERMINADO MANTENIENDO LAS LLAVES CERRADAS |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------|

## 5. PURIFICACION DE LA MUESTRA

En realidad la purificación de la muestra comienza en el punto 4.2.9. al entrar el agua en contacto con los reactivos colocados en el fondo de la trampa J, pero debido a la posibilidad de interrupción de la operación antes mencionada y por razones de ordenamiento, preferimos separarlo de esta manera.

### 5.1. Purificación preliminar

TODAS LAS LLAVES DEBEN ENCONTRARSE EN POSICION CERRADA,  
HASTA QUE SE INDIQUE LO CONTRARIO

- 5.1.1. La trampa J se conecta a otra similar, M en la fig. 1, y ésta última a la línea de vacío mediante una conexión flexible E. Debe evitarse exceso de lubricante en todas las uniones cónicas.
- 5.1.2. Se pone en funcionamiento la bomba de vacío y se abren lentamente las llaves W, S, R, Q y P, mientras H permanecerá cerrada. Repetir las indicaciones de 4.1.4., para verificación de pérdidas. Se coloca un termo con nitrógeno líquido en la trampa V.
- 5.1.3. Se cierra la llave S y se aísla cualquier otro recipiente que contenga mercurio en la línea de vacío. Se coloca un termo con nitrógeno líquido en la trampa M entre los niveles O y N (Ver la fig. 3 para detalles). Se cierra la llave Q y se abre la llave H, el agua comenzará a destilar a la trampa M, condensándose en la rama izquierda, un poco arriba del nivel del nitrógeno líquido.
- 5.1.4. Se abre lentamente la llave Q, para que la recuperación del agua se realice en condiciones de vacío dinámico. Esta opera-

ción es similar a la descrita en 4.2.5., por lo que se repite el procedimiento hasta 4.2.8. En este caso será más fácil juzgar el final de la destilación observando el fondo de la trampa J, hasta que no se vean restos de agua.

5.1.5. Se cierran las llaves P, Q y R, y se retira la trampa M del sistema de vacío.

Si la operación de conversión del  $H_2S$  en  $H_2O$  se ha realizado en las muestras 14, 20 ó 38 con el propósito de purificación preliminar o de conservación de la muestra, no será necesario otro tratamiento adicional. El agua obtenida se conservará en la trampa, o se retirará de ella con jeringa y aguja hipodérmica larga, envasándola en recipiente de vidrio con un buen cierre. El azufre que pudiera haber sublimado puede eliminarse por filtrado a través de membrana filtrante de  $0,2 \mu$  con el porta filtro adaptado a una jeringa apropiada.

## 5.2. Purificación final

En el caso de la muestra N° 48 se considera que la purificación previa no será suficiente para lograr la pureza necesaria. Debido al desconocimiento de las impurezas que contendrá la muestra, nos limitaremos a indicar algunos posibles esquemas de purificación que deberán ser verificados con muestras reales de planta.

Debido a que la concentración de deuterio en la citada muestra será del orden de 8 % cuando la planta haya llegado al equilibrio, esta podrá ser analizada por espectrometría infrarroja o por densimetría. Para ambos métodos esbozaremos los posibles métodos de purificación.

### 5.2.1. Purificación para determinación por IR

En este caso la cantidad de agua a obtener de un muestreador de 150 ml será del orden de 2 ml, cantidad insuficiente para este análisis (Ver Manual Q/FQ/AP/M-5). Puede recurrirse a juntar el agua proveniente de dos operaciones independientes o realizar una sola operación colocando otro muestreador en paralelo con C ( $C_1$  en la fig. 1), duplicando la cantidad de  $\text{CuO}$  indicada en la Tabla I, y operando la válvula X, de este segundo muestreador cuando se opere la válvula D del muestreador C. A partir de esta muestra, del orden de 4 ml, se supone que una o dos destilaciones al vacío como las descritas en la purificación preliminar (Ver 5.1.) sin el agregado de reactivos serán suficiente para lograr una purificación adecuada. En el caso que persistieran luego de estas operaciones, vestigios de azufre, éstos se pueden eliminar por el filtrado antes indicado (Ver 5.1.5.).

### 5.2.2. Purificación para determinación por densimetría

La determinación por densimetría es especialmente sensible a la presencia de impurezas. El procedimiento indicado en 5.2.1. puede llegar a ser suficiente, aunque ello deberá ser verificado con muestras reales de planta. En muestras sintéticas, dos destilaciones al vacío luego de la purificación preliminar, fueron suficientes para producir un agua que cumplía con las especificaciones que se mencionan en el capítulo siguiente.

En el caso que con muestras de planta no se llegase a una purificación adecuada, por el procedimiento antes indicado, puede intentarse intercalar, en la etapa de purificación preliminar, un horno de cuarzo con  $\text{CuO}$  calentado a  $700\text{ }^{\circ}\text{C}$  entre las trampas J y M. Luego se procederá a las destilaciones en vacío antes indicadas.

## 6. CONTROL DE LA PURIFICACION

En general el control de pureza de una muestra de agua destinada al análisis isotópico se realiza por medición de su conductividad.

Cada método de análisis tiene especificaciones propias a las cuales corresponden diferentes conductividades máximas admisibles. En el caso de las determinaciones por densimetría hemos fijado en el Manual correspondiente (Q/FQ/AP/M-3) con el carácter de especificación provisoria, que la conductividad no debe exceder de  $10 \mu\text{S cm}^{-1}$ .

Debido a que la cantidad de muestra a obtener por el procedimiento que se describe en este Manual resultará escasa, para realizar mediciones de conductividad con los conductímetros comunes, se propone realizar las mediciones de la siguiente manera.

### 6.1. Medición de conductividad

- 6.1.1. El portaelectrodo se colocará en posición invertida como se indica en la fig. 4.
- 6.1.2. Se obturan con tapones de Teflon los agujeros del protector de electrodos.
- 6.1.3. Se llena con mercurio el fondo del protector de electrodos cuidando que no entre en contacto con los electrodos o con los conductores que lo soportan.
- 6.1.4. Con la ayuda de una jeringa se coloca la muestra sobre el mercurio hasta cubrir los electrodos.
- 6.1.5. Se realiza la medición de conductividad en la forma habitual. En la mayoría de las celdas de conductividad será necesario emplear sólo 2 ml de agua.

## 7. CONDICIONES DE APROBACION DEL METODO

El método que se presenta en este Manual ha sido desarrollado en la División Fisicoquímica, sin contar con ningún antecedente bibliográfico sobre la reacción empleada. Aunque las experiencias con muestras sintéticas han resultado satisfactorias, debe tenerse en cuenta que el aparato aquí descrito no es exactamente igual al empleado en esas experiencias, debido a la necesidad de compatibilizar la simulación de la muestra sintética con el tratamiento posterior. Por este motivo pueden surgir algunas modificaciones que introduzcan mejoras en el método propuesto.

En consecuencia el método no deberá ser aprobado para su uso en planta, hasta que los autores lo hayan probado con muestras de planta y definido el método de purificación a ser aplicado en cada caso.

Tabla I

| MUESTRA N° | VOL. DE MUESTREADOR<br>(ml) | OCu<br>(g) |
|------------|-----------------------------|------------|
| 14         | 75                          | 7,5        |
| 38         | 75                          | 7,5        |
| 20         | 75                          | 6          |
| 48         | 150                         | 12         |

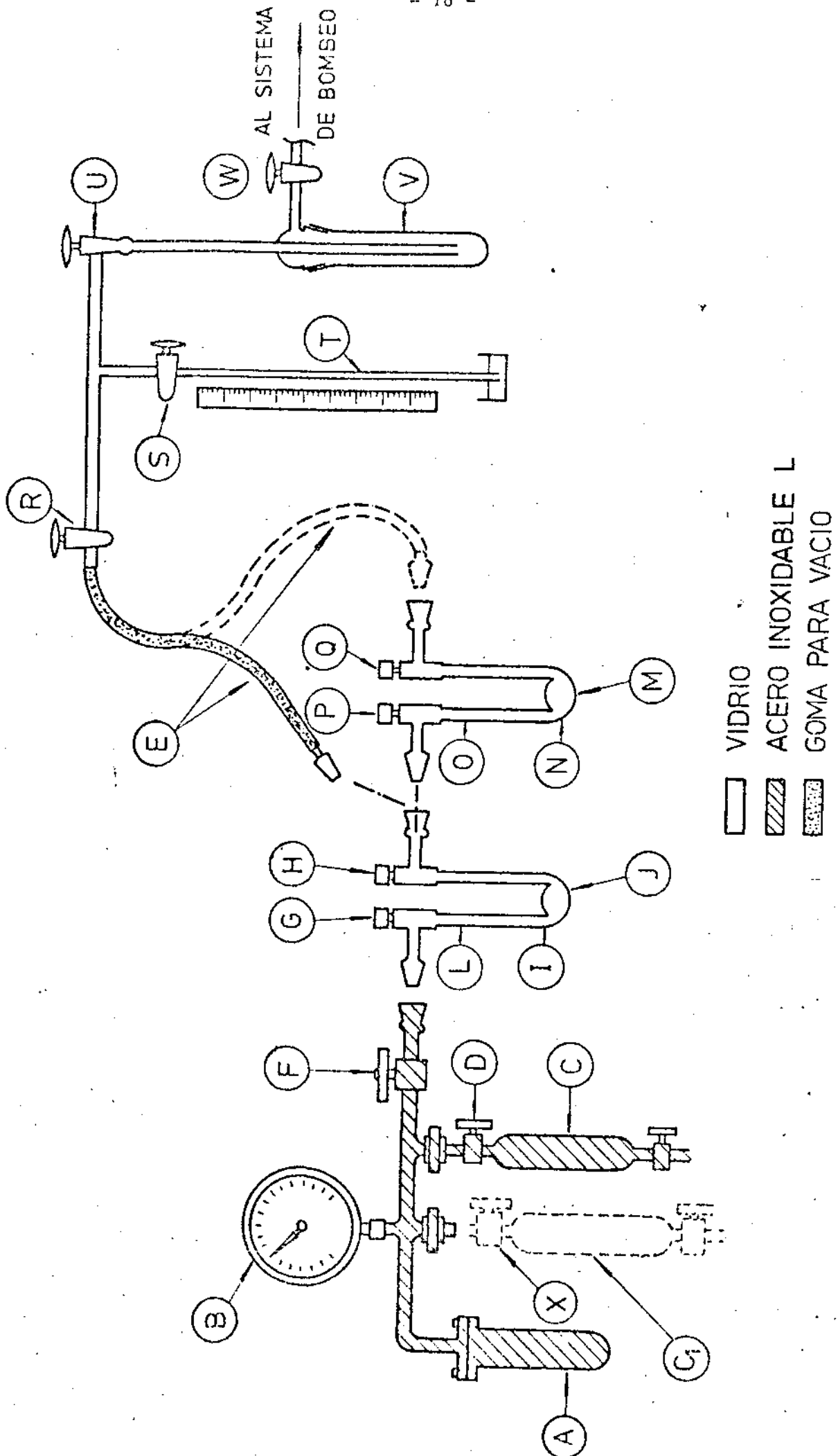
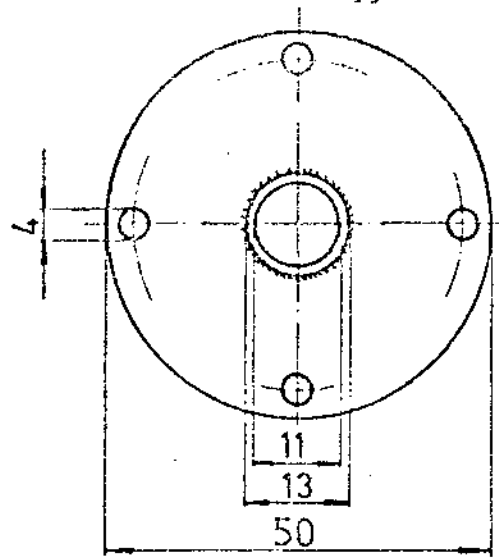
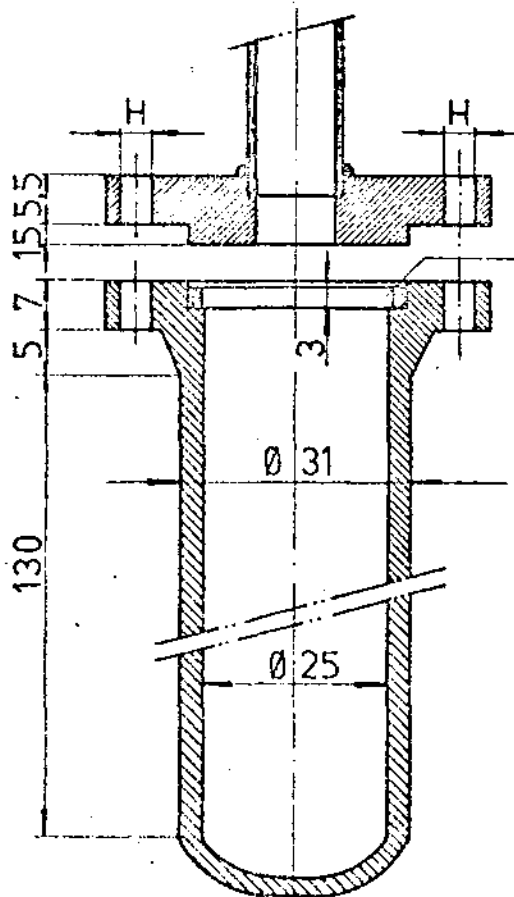


Figura N°1. Esquema de la línea de presión y vacío

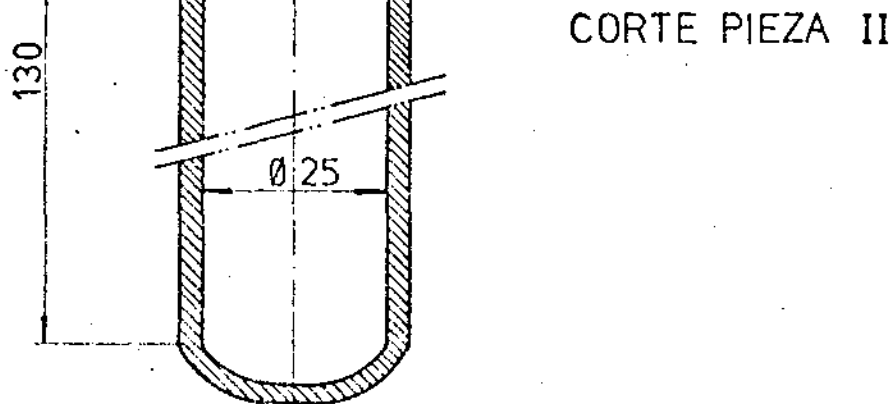


VISTA SUPERIOR  
PIEZA I



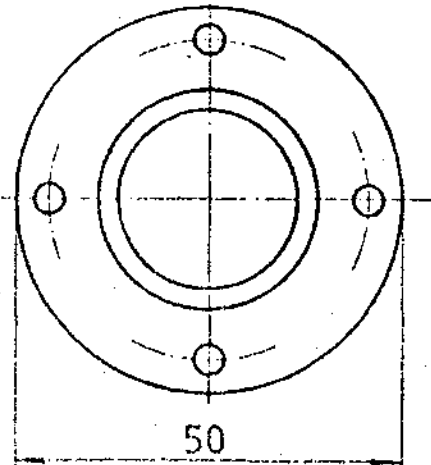
CORTE PIEZA I

ARANDELA DE  
TEFLON  
Espesor 2



CORTE PIEZA II

VISTA SUPERIOR  
PIEZA II



PIEZA I Y II SE AJUSTAN  
CON BULONES Y TUERCAS  
POR ORIFICIO H

MATERIAL: Acero Inoxidable  
316 L

MEDIDAS EN mm

Fig. N° 2. Detalle recipiente A

# LLAVES CON VASTAGO DE TEFLON

8mm de Paso

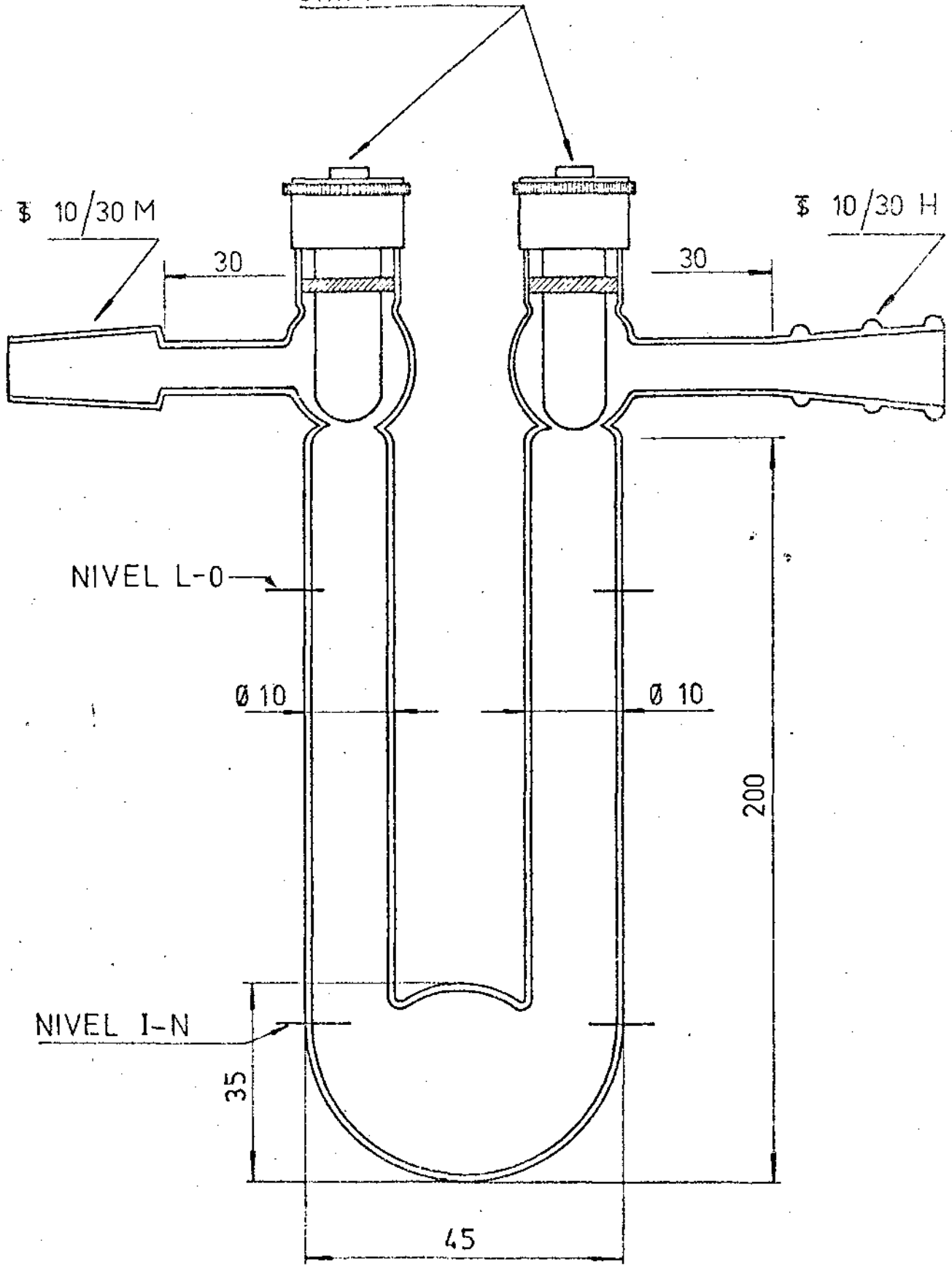
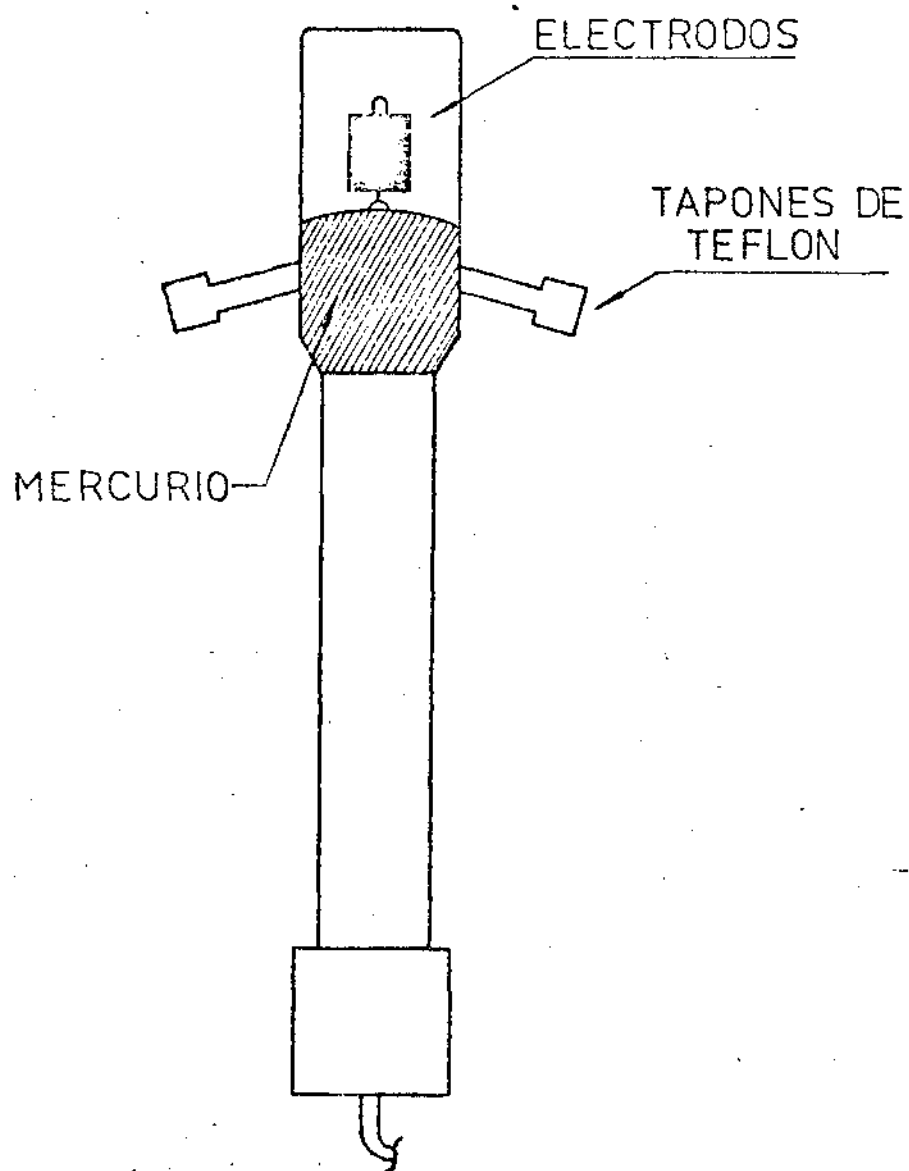


Fig. N° 3 . Detalle de trampas J y N

Figura N° 4

Detalle del electrodo



A N E X O I

8 . PREPARACION DE CuO

Aunque en las pruebas de laboratorio se han obtenido buenos resultados empleando CuO comerciales, es preferible a fin de normalizar el contenido de  $^{18}\text{O}$  y el grado de división, que éste sea preparado en el laboratorio por el procedimiento que se describe a continuación.

8.1. Se disuelven 250 g de  $\text{SO}_4\text{Cu} \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$  en un litro y medio de agua destilada caliente y se lleva a ebullición.

8.2. Se agrega en forma lenta y con agitación una solución de 80 g de NaOH en 500 ml de agua. Se deja en ebullición hasta que el precipitado azul, formado en primer término cambie completamente al color negro.

8.3. Se filtra sobre papel y se lava con agua destilada hasta reacción negativa de sulfatos con cloruro de bario.

8.4. Se seca en estufa a  $140^\circ\text{C}$ .

8.5. En un mortero se rompen los terrones formados tratando de no moler excesivamente el material.

8.6. Se coloca el CuO en un crisol de porcelana y se calcina en mufla a  $400^\circ\text{C}$ , durante 3 horas.

8.7. Se deja enfriar en desecador, y se conserva en recipiente de vidrio bien cerrado.