

03.84.23

COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA

DIRECCION DE INVESTIGACION Y DESARROLLO

GERENCIA DE PROCESOS QUIMICOS

Departamento de Química

PROCEDIMIENTO ANALITICO PARA LA DETERMINACION DE DEUTERIO EN AGUA POR
ESPECTROMETRIA INFRARROJA

D. Buscemi

Daniel

A P L I C A C I O N

A concentraciones entre 0,05 y 16 moles % D_2O

enero 1984

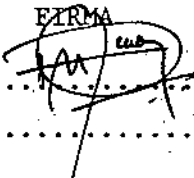
PROCEDIMIENTO ANALITICO PARA LA DETERMINACION DE DEUTERIO EN
AGUA POR ESPECTROMETRIA INFRARROJA

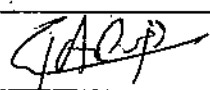
REVISION N°: 1

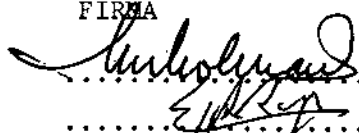
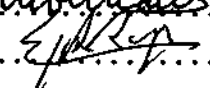
FECHA: 1984

APLICACION: A concentraciones entre 0,05 y 16 moles % de D₂O

CONDICIONES DE VALIDEZ: Los tiempos y temperaturas de análisis
serán revisados según las condiciones ambientales del laboratorio

	FIRMA	ACLARACION	FECHA
AUTORES		D. Buscemi	9 DIC 1983

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

	FIRMA	ACLARACION	FECHA
COMITE		M.A. Molinari	9/XI/83
DE		E.A. Rojo	12 DIC 1983
VERIFICACION			

APROBACION: FIRMA	ACLARACION	FECHA

PROCEDIMIENTO ANALITICO PARA LA DETERMINACION DE DEUTERIO EN AGUA
POR ESPECTROMETRIA INFRARROJA

Héctor D. Buscemi

I N D I C E

NOTAS

1. INTRODUCCION
2. INSTRUMENTAL Y ACCESORIOS
 - 2.1. Espectrómetro infrarrojo
 - 2.2. Termómetro
 - 2.3. Celdas para muestras
 - 2.4. Atenuadores
 - 2.5. Jeringas y agujas
 - 2.6. Estufa
 - 2.7. Balanzas
 - 2.7.1. Balanza analítica
 - 2.7.2. Balanza granataria
 - 2.8. Cronómetro
 - 2.9. Material de vidrio
 - 2.10. Calculadora
 - 2.11. Aire comprimido
3. PATRONES DE TRABAJO
 - 3.1. Preparación del material de vidrio
 - 3.2. Procedimiento general para la preparación de soluciones madre y patrones de trabajo
 - 3.3. Composición de las soluciones madre y patrones de trabajo.
Masas de los componentes que las forman
 - 3.4. Cálculo de concentraciones
 - 3.4.1. Cálculo para las soluciones madre
 - 3.4.2. Cálculo para los patrones de trabajo
 - 3.4.3. Recomendaciones para hacer las tirillas
 - 3.5. Carga de las concentraciones en tarjetas - archivo
4. TRATAMIENTO DE LAS MUESTRAS DE PLANTA

5. OPERACIONES COMPLEMENTARIAS
 - 5.1. Llenado de celdas
 - 5.2. Cuidado de las celdas
 - 5.3. Uso de la estufa y las jeringas
 - 5.4. Uso del registrador del equipo infrarrojo
 - 5.5. Inscripciones sobre el papel del registrador
 - 5.5.1. Inscripciones para rectas de calibración
 - 5.5.2. Inscripciones para muestras tratadas
 - 5.6. Temperatura de las muestras de agua pesada
6. AJUSTE DEL ESPECTROMETRO
 - 6.1. Actividades semanales
 - 6.1.1. Comprobación sobre el balance eléctrico
 - 6.1.2. Comprobación de la ganancia
 - 6.1.3. Comprobación sobre el control OFFSET
 - 6.1.4. Comprobación sobre los atenuadores
 - 6.2. Ajuste para el ámbito 1
 - 6.3. Ajuste para el ámbito 2
 - 6.4. Ajuste para el ámbito 3
7. ANALISIS DE MUESTRAS DE AGUA PESADA
 - 7.1. Tareas preliminares
 - 7.2. Análisis en el ámbito 1
 - 7.3. Análisis en el ámbito 2
 - 7.4. Análisis en el ámbito 3
8. INTERPRETACION DE LOS REGISTROS
 - 8.1. Lectura en el ámbito 1
 - 8.2. Lectura en los ámbitos 2 y 3
9. RECTAS DE CALIBRACION
 - 9.1. Regresión lineal
 - 9.1.1. Carga de los registros de la calculadora
 - 9.1.2. Cálculo de la recta

- 9.2. Verificación de linealidad
 - 9.2.1. Cálculo de los valores estimados por la recta
 - 9.2.2. Cálculo para la verificación
- 9.3. Cálculo de valores típicos
- 10. CALCULO DE CONCENTRACIONES DE MUESTRAS TRATADAS
 - 10.1. Tabla de valores
 - 10.2. Procedimiento del cálculo

RECONOCIMIENTOS

REFERENCIAS

FIGURAS

TABLAS

NOMENCALTURA USADA

NOTAS

- NOTA 1: Para leer el Manual resulta indispensable estar familiarizado con la nomenclatura empleada, que figura al final del mismo.
- NOTA 2: La parte teórica del trabajo está descripta en (1).
- NOTA 3: Los pasos que llevaron al establecimiento del presente método pueden ser encontrados en (5).
- NOTA 4: Se supone conocida la teoría general de la espectrometría IR (ver por ejemplo (4)), como así también que el operador ha leído el manual operativo del instrumento (referencia (2)).
- NOTA 5: Se debe tener en cuenta que las pruebas de funcionamiento y rendimiento del equipo IR, descriptas en (3), "Adjustments Section", páginas 96 a 102, deben ser llevadas a cabo en forma periódica y comparadas con los resultados de anteriores pruebas a fin de detectar cambios en el instrumento por envejecimiento de sus partes o debido a desajustes ópticos o electrónicos.
- NOTA 6: En este Manual la denominación "muestra de agua pesada" (MAP) comprende a cualquier agua que contenga deuterio, no importando si su concentración es menor, igual o mayor que la llamada agua natural o si es una muestra de proceso o un patrón de trabajo. Las "muestras de agua pesada" pueden o no tener en un grado significativo a la especie D_2O , en virtud del equilibrio descripto en (1), pag.3; sin embargo cuando se expresa su concentración nominal siempre se lo hace considerando que todo el deuterio presente está en forma de D_2O .

NOTA 7: Los tiempos y temperaturas indicados en el Capítulo 7. y los ajustes descritos en el Capítulo 6. deberán ser verificados al instalar el equipo IR en los laboratorios de Planta, con temperatura y humedad ambiente controlada. Las indicaciones que figuran al respecto en este Manual se obtuvieron al operar el instrumento en los Laboratorios de Sede Central en condiciones ambientales distintas a las de Planta.

NOTA 8: Los ajustes descritos en el Capítulo 6. pueden sufrir alteraciones con el tiempo a medida que avanza el envejecimiento de las partes del equipo IR. Dichos ajustes deberán ser inevitablemente revisados y corregidos cuando se proceda a cambiar la fuente de energía IR o la termocupla.

1. INTRODUCCION

Se describen en este Manual los métodos desarrollados para analizar muestras de agua enriquecida en deuterio provenientes de distintas etapas del proceso Girdler-Sulfide en la Planta Experimental de Agua Pesada, Atucha, Buenos Aires.

El trabajo, que está orientado a ser Manual de Procedimiento, describe tareas tales como preparación de patrones de trabajo (PT), obtención de rectas de calibración, medición del contenido isotópico de muestras de proceso tratadas (MT) y tratamiento estadístico de los resultados obtenidos, como así también enumera y describe el instrumental usado.

Como se pone de manifiesto en la lectura de (1), la espectrometría en el infrarrojo (EIR) provee un método rápido y lo suficientemente preciso para determinaciones rutinarias de control, en plantas de agua pesada, del contenido isotópico de muestras de planta en lo que se refiere a la especie deuterio.

La EIR cubre prácticamente todo el ámbito de concentraciones posible, con precisiones comparables con métodos tales como espectrometría de masas, densimetría, refractometría, etc..

En el presente Manual se divide el intervalo de concentraciones de trabajo en 3 ámbitos.

- ámbito 1 (A1), con concentraciones nominales porcentuales (CN%) que van de 0.05 a 0.6%
- ámbito 2 (A2), con CN% que van de 0.6 a 5%
- ámbito 3 (A3), con CN% que van de 6.5 a 16%.

En cualquiera de los 3 ámbitos de trabajo el procedimiento general para el análisis es el mismo:

- 1) preparar patrones de trabajo
- 2) ajustar el equipo adecuadamente para el ámbito elegido
- 3) preparar una recta de calibración
- 4) leer la muestra incógnita
- 5) determinar su concentración a partir de dicha lectura.

En los siguientes Capítulos se procederá a describir detalladamente cada operación, aclarándose cuando ésta sea distinta para algún ámbito en particular.

2. INSTRUMENTAL Y ACCESORIOS

En este Capítulo se describe el equipo usado para hacer los análisis. Cabe destacar que la mención de marcas y modelos se hace solamente para completar la descripción del instrumento, pudiéndose usar en cualquier caso aparatos de especificaciones técnicas comparables a los aquí mencionados.

2.1. Espectrómetro infrarrojo

Se usa un equipo "Beckman" modelo IR 4230 de doble haz que trabaja por el principio de nulidad óptica; tiene una red de difracción, registrador incorporado y trabaja entre 4000 y 600 cm^{-1} . Demás características pueden encontrarse en (2). Como accesorios, el instrumento cuenta con lectura lineal en absorbancia y visor digital con salida BCD.

2.2. Termómetro

A fin de controlar la temperatura del compartimiento que aloja a la muestra, se usa un termómetro digital "Wahl" modelo Platinum 392 que utiliza sensores de platino para la lectura, la que aparece en un visor a ± 0.1 °C. La alimentación se puede hacer a través de línea de 220 V transformador de por medio o mediante baterías recargables tipo NiCad. El sensor utilizado es "Wahl" P/N 302, especial para medir temperaturas de gases (aire en nuestro caso).

2.3. Celdas para muestras

Las celdas usadas con el equipo IR son de paso de luz fijo, con espaciadores de espesor nominal de 200 μm y ventanas de CaF_2 , marca "Beckman" tipo Quick-Mount; se caracterizan por ser livianas y requerir poca muestra. El paso de luz verdadero puede determinarse por lo que se llama "fringe pattern method" (4).

Dependiendo del ámbito de concentraciones, se emplean las celdas C1, C2 ó C3 para alojar las muestras o los PT; también debe disponerse de una celda para el agua destilada usada como referencia (celda CR).

2.4. Atenuadores

Dependiendo del ámbito que se analiza, se usan los atenuadores AT1S, AT2R y AT3R sobre uno u otro haz de radiación IR. En cualquier caso se emplean atenuadores "Beckman" modelo AT-04, ajustables entre 0 y 100 %T y que se puedan fijar en un dado valor mediante un tornillo que mantiene trabado al mecanismo de variación.

EL ATENUADOR SE COLOCA SIEMPRE EN LOS SOPORTES QUE TIENE EL EQUIPO SOBRE EL LADO IZQUIERDO DEL COMPARTIMIENTO DE LA MUESTRA, Y NO EN LOS SOPORTES CENTRALES, QUE ESTAN DESTINADOS A CONTENER A LAS CELDAS

2.5. Jeringas y agujas

A fin de introducir la muestra dentro de las celdas se usan jeringas de vidrio transparente, con punta metálica del tipo Luer-Lok y émbolos intercambiables, de 5 ml de capacidad. Las agujas son de acero inoxidable y facilitan la extracción de las muestras de agua pesada de los recipientes que las contienen ; tienen 0.8 mm (# 21) de diámetro externo y 25 mm de longitud. Se usa la jeringa JR para el agua destilada de referencia y las jeringas J1 a J4 para las muestras, cada una con su correspondiente aguja. La jeringa tiene un freno para el émbolo a fin de facilitar el llenado de las celdas.

2.6. Estufa

Se usa una estufa de tipo convencional para laboratorio para secar las jeringas y agujas. A tal fin contiene tres estantes y se mantiene a 130-140 °C; las medidas interiores son 30 cm (al) x 35 cm (an) x 25 cm (pr).

2.7. Balanzas

Se usan para la preparación de PT.

2.7.1. Balanza analítica

Se usa una balanza de tipo mecánico de un solo platillo marca "Mettler" modelo H80 para determinar masas relativamente pequeñas, menores que 5 g, de agua pesada grado reactor (D_2O gr). La capacidad máxima es de 160 g y una desviación estándar equivale a ± 0.1 mg.

2.7.2. Balanza granataria

Para pesar agua para dilución (AD) y masas importantes de D_2O gr se usa una balanza "Mettler" modelo PL 1200, que es de tipo electrónico y de rápida operación a través de su único platillo de carga superior y su tara automática. Tiene una capacidad máxima de 1200 g y la lectura es exacta al ± 0.01 g.

2.8. Cronómetro

A fin de controlar los tiempos de permanencia de la celda fuera y dentro del compartimiento que la aloja se usa un cronómetro digital con visor de cristal líquido, distribuido por Fisher con número de catálogo 14-648.

2.9. Material de vidrio

No pretende ser esto una lista rigurosa de todo lo necesario; simplemente se enuncia lo que resultó ser más conveniente para algunos casos. Todo el material usado debe estar limpio y desengrasado con mezcla sulfocrómica o similar.

Los PT se conservan en frascos de vidrio con tapón esmerilado de 150-200 ml de capacidad. Antes de destinar un frasco al almacenamiento de PT habrá que verificar que no pierda poniendo líquido dentro e invirtiéndolo; una vez comprobado esto se marca frasco y tapón de manera que no haya inversiones en el futuro.

Las soluciones madre, a partir de las cuales se preparan los PT por dilución con AD, se guardan en frascos erlenmeyer de 1 l de capacidad provistos de tapón esmerilado.

Pequeñas cantidades de D_2O gr se trasvasan con jeringa de vidrio y aguja, mientras que para cantidades más grandes se usa una probeta de vidrio de capacidad adecuada o se puede trasvasar con cuidado directamente del frasco que la contiene. El AD se trasvasa siempre con probeta de 100 ml. Al pesar para la preparación de patrones, el "ajuste fino" en la cantidad de uno u otro componente puede convenir hacerlo con pipetas de 2 ó 5 ml.

2.10. Calculadora

Para el cálculo de las concentraciones de los PT, de las características de la recta de regresión tales como pendiente, coeficiente de correlación, etc. y para determinar la concentración de las MT y errores cometidos en el procedimiento, se usa una calculadora programable "Hewlett-Packard" modelo HP-97S I/O; tiene una capacidad de 224 pasos de programa, 26 registros de almacenamiento de datos, impresora térmica y los programas pueden ser conservados en tarjetas magnéticas.

Los programas usados en la técnica que se describe en este Manual se hallan guardados en tarjetas numeradas del 1 al 6. Aquí solo se hará mención a las operaciones a realizar; una composición paso a paso de cada programa usado puede encontrarse en (5) o en las correspondientes instrucciones para el usuario (User Instructions), siendo aconsejable hojear la referencia (7) para familiarizarse con la operatoria de la calculadora.

2.11. Aire comprimido

Se usa para secar los frascos de vidrio y las ventanas de las celdas ante eventuales derrames de líquido. Puede usarse indistintamente aire o nitrógeno; si se usa aire, es necesario poner en serie con la manguera que lo transporta un filtro de tamiz molecular que retenga aceite o suciedades que pueda contener; en caso de emplearse nitrógeno, usar cilindros del tipo "4 bandas", sin filtro.

3. PATRONES DE TRABAJO

A fin de obtener la recta de calibración correspondiente a cada intervalo de concentraciones, es necesario preparar PT de composición isotópica conocida; éstos se preparan a partir de solución madre (SM) y AD. La solución madre se prepara a su vez a partir de D₂O gr y AD, por lo que, al fin, los PT provienen de la dilución de D₂O gr.

El D₂O gr, de concentración mayor a 99.75 % m D₂O, deberá ser analizada de manera que la precisión informada sea 0.005 ‰D₂O.

La calidad del AD es la de cualquier tipo de agua purificada (destilada, desionizada, purificada por cartuchos); su contenido isotópico se toma como 150 ± 2 ppm D/H, a pesar que existen variaciones estacionales. Para uso en laboratorios de Planta es conveniente usar la mejor agua de que se disponga; es fundamental que el AD no contenga material en suspensión.

3.1. Preparación del material de vidrio

Como ya se dijo, todo el material de vidrio que se use debe estar limpio, desengrasado y seco antes de entrar en contacto con muestras de agua pesada (MAP).

Para el secado de probetas y pipetas se puede usar una estufa de laboratorio regulada a 80 °C.

Los frascos de vidrio que alojarán a los PT (que ya deben tener el tapón y el frasco apareados) y los erlenmeyers para las SM se enjuagan interiormente tres veces con agua de la canilla y tres veces con agua destilada y se ponen a secar en una estufa a

130 °C por una hora. Al cabo de este tiempo se invierten momentáneamente para sacar gotas remanentes y se dejan media hora más boca arriba dentro de la estufa. Luego, con el aire descrito en 2.11. , se "soplan" interiormente mediante una manguera apropiada; la boca de la manguera que trae el gas debe situarse cerca del fondo del recipiente de manera que se produzca un eficaz arrastre del vapor interior, y en lo posible esta operación debe ser hecha sin sacar los frascos de la estufa. Después de otra media hora de estufa se tapan los frascos y los erlenmeyers con sus correspondientes tapones, se sacan de la estufa y se dejan enfriar. Una vez fríos se inspeccionan por posibles condensaciones internas, en cuyo caso se repite el proceso con el o los frascos afectados.

Luego de secos, los envases, contengan o no muestras de agua pesada, se destapan lo imprescindible.

3.2. Procedimiento general para la preparación de soluciones madre y patrones de trabajo

El frasco, preparado según 3.1. , se rotula con marcador indeleble de la siguiente manera:

1er renglón	ámbito (A1, A2 ó A3 según corresponda)
2do renglón	# - CN% (por ejemplo, #4 - 3%) (Ver Tabla II para notación)
3er renglón	fecha de preparación e iniciales del operador.

El tapón debe llevar marcada la CN% del frasco correspondiente.

A grandes rasgos se aconseja el siguiente procedimiento (en el manipuleo es necesario que el operador tenga sus manos limpias y desengrasadas):

- 1) poner en cero la balanza granataria
- 2) colocar el frasco vacío con su tapón en el platillo

- 3) volver a cero con la tara
(seguir con 4.1) o con 4.2) según corresponda).

Procedimiento para las SM

- 4.1) agregar las tres cuartas partes del AD necesaria con probeta y tapar
- 5.1) anotar la masa agregada, luego volver a cero con la tara
- 6.1) agregar el total de D₂O gr y tapar (mediante jeringa de 5 ml y aguja en el caso de la SM1; en el caso de la SM2 agregarla con probeta o directamente del frasco que la contiene en operación rápida pero fundamentalmente segura (1 kg D₂O gr ≈ US\$ 290.-)
- 7.1) anotar la masa agregada, luego volver a cero con la tara (en el caso de la SM1, pesar la jeringa llena y vacía en balanza analítica, sin retirar la aguja, y obtener la masa por diferencia)
- 8.1) agregar el resto de AD con probeta y tapar
- 9.1) anotar la masa agregada, sumarla con la anotada en 5.1) y fin de la operación.

Procedimiento para los PT

- 4.2) agregar el total de SM con probeta y tapar
- 5.2) anotar la masa agregada, luego volver a cero con la tara
- 6.2) agregar el total de AD con probeta y tapar
- 7.2) anotar la masa agregada y fin de la operación.

3.3. Composición de las soluciones madre y patrones de trabajo. Masas de las componentes que las forman

Tanto para la preparación de las SM a partir de D_2O gr y AD como para la preparación de los PT a partir de SM y AD se usan cantidades cuidadosamente pesadas de cada componente. Los PT del A1 se preparan a partir de una SM que llamaremos SM1, mientras que los PT de los A2 y A3 se preparan a partir de la SM2.

Se preparan 400 g de SM1 de concentración nominal 1% y 600 g de SM2 del 20 % de acuerdo a las cantidades que aparecen en la Tabla I.

Si bien la concentración del D_2O gr varía de una partida a la otra, las cantidades necesarias para la preparación de las SM se mantienen dentro de los valores dados en la Tabla I.

Una vez preparadas las SM se procede a preparar los PT. En la Tabla II se dan las cantidades necesarias de SM1, SM2 y AD para la preparación de 100 g de cada PT de los 3 ámbitos; todas estas pesadas se hacen en balanza granataria.

Con respecto a las masas de cada componente que figuran en las Tablas I y II cabe remarcar lo siguiente:

- 1) las cantidades tabuladas son orientativas, pero sería conveniente ajustarse en lo posible a ellas
- 2) es necesario pesar con mucho cuidado a fin de que no haya salpicaduras fuera del recipiente que alojará la SM o el PT, ya que eso conduce a error
- 3) en caso de sospecharse salpicadura o algún otro tipo de error (frasco húmedo interiormente, etc.) desechar lo hecho y empezar de nuevo con esa preparación

- 4) llevar un cuaderno de anotaciones donde figuren claramente las cantidades pesadas realmente de cada cosa, con la cantidad de cifras significativas que dé la balanza en uso
- 5) no es necesario ajustarse estrictamente a las cantidades tabuladas, es decir, lo importante es pesar exactamente la cantidad del componente en cuestión aunque difiera del número que figura en la Tabla I o II; por ejemplo, para preparar el PT #4 del A2, las dos masas en juego pueden ser 14.84 g de SM2 y 85.05 g de AD
- 6) el valor real de la concentración de cada PT y de las SM se obtiene con la calculadora a partir de las anotaciones efectuadas, como se verá en 3.4..

3.4. Cálculo de concentraciones

A partir de las anotaciones efectuadas en la preparación de las soluciones es posible calcular la concentración real de las mismas usando el programa almacenado en la Tarjeta #1 y la calculadora descrita en 2.10; para entender qué se está haciendo al presionar las distintas teclas, consultar las instrucciones para el usuario (User Instructions) correspondientes a la Tarjeta # 1.

ES NECESARIO AJUSTARSE EstrictAMENTE A LA SECUENCIA DE OPERACIONES QUE SE DARÁ A CONTINUACION A FIN DE NO OBTENER RESULTADOS ERRONEOS
--

3.4.1. Cálculo para las soluciones madre

- 1) Poner la calculadora en funcionamiento llevando su llave de encendido a la posición "ON". Siempre que se utilice, la calculadora debe estar conectada a la línea de alimentación a través de su adaptador.

- 2) Comprobar que la llave selectora del modo de operación esté en "RUN" y que la llave selectora del modo de impresión esté en "MAN".
- 3) Presionar "CLx".
- 4) Pasar ambos lados de la Tarjeta #1. Aparece "0." en el visor.
- 5) Presionar "f A". Aparece "9." en el visor.
- 6) Si la concentración del D_2O_{gr} empleada para preparar las SM está expresada en $\%D_2O$, teclear esta cifra y presionar "C". Se imprime la concentración del D_2O_{gr} como $\%mD_2O$ y como $\%pD_2O$ y aparece en el visor esta última concentración. Obviar este paso si el D_2O_{gr} viene expresada en $\%pD_2O$.
- 7) Presionar "A". Aparece "1.00" en el visor.
- 8) Teclear la CN% de la SM (1 para SM1, 20 para SM2) y presionar "R/S". Aparece "2.00" en el visor.
- 9) Teclear la masa de AD utilizada para preparar la SM, en g, y presionar "R/S". Aparece "3.00" en el visor.
- 10) Teclear la masa de D_2O_{gr} utilizada para preparar la SM, en g, y presionar "R/S". Aparece "4.0000" en el visor.
- 11) Teclear la concentración del D_2O_{gr} empleada, expresada como $\%pD_2O$, y presionar "R/S". Aparece "5.0000" en el visor.
- 12) Teclear el error cometido al pesar el D_2O_{gr} ("01" si se empleó balanza granataria, "0001" si se empleó balanza analítica) y presionar "R/S". Aparece "6.0000" en el visor.

- 13) Teclear ".0056" y presionar "R/S". Fin del cálculo para la SM cuando el visor se estabiliza. Para otra SM preparada a partir de la misma D_2O_{gr} , ir al paso 7) y continuar hasta el 13).
- 14) Avanzar el papel, cortar la tirilla, identificarla con fecha y conservarla por posibles consultas futuras.
- 15) Comprobar que no se haya deslizado algún error al entrar los datos comparando los valores que aparecen en la tirilla con los datos originales.

En caso de haberse cometido alguna equivocación en el teclado de las cifras, volver al paso 7) y comenzar nuevamente con esa SM.

Al efectuar la secuencia de pasos comprendida entre el 6) y el 13) se obtiene una tirilla en la que aparece:

1er renglón	% D_2O del D_2O_{gr} usada
2do renglón	% pD_2O del D_2O_{gr} usada
3er renglón	CN% de la SM
4to renglón	masa de AD usada
5to renglón	masa de D_2O_{gr} usada
6to renglón	% pD_2O del D_2O_{gr} usada
espacio	
7mo renglón	% pD_2O de la SM
8vo renglón	error en la concentración de la SM expresado como % pD_2O
9no renglón	% mD_2O de la SM
10mo renglón	error en la concentración de la SM expresado como % mD_2O .

A manera de ejemplo, la tirilla que se obtiene al preparar la SM2 a partir de 130.83 g de D_2O gr 99.856 %m D_2O y 468.27 g de AD es:

99.8560 ***
99.8785 ***

20.00 ***
468.27 ***
130.8380 ***
99.8785 ***

21.9225 ***
0.0021 ***
20.0646 ***
0.0019 ***

Esta tirilla puede servir para comprobar el funcionamiento del programa y de la máquina. La obtención de una tirilla distinta pondría de manifiesto algún error; en este caso, consultar con el encargado de turno.

3.4.2. Cálculo para los patrones de trabajo

En caso que la calculadora no estuviese en funcionamiento o que tuviera cargado un programa distinto al de la Tarjeta # 1, efectuar los pasos 1) a 5) descritos en 3.4.1.; en caso de continuar la secuencia descrita en 3.4.1. hacer las operaciones que se detallan.

- 1) Teclear la concentración, expresada en %p D_2O , de la SM utilizada en la preparación del PT y presionar "STO A". En realidad

este paso es opcional, pero resulta cómodo si hay varios PT preparados a partir de la misma SM.

- 2) Presionar "A". Aparece "1.00" en el visor.
- 3) Teclear la CN% del PT (ver Tabla II) y presionar "R/S". Aparece "2.00" en el visor.
- 4) Teclear la masa de AD utilizada para preparar el PT, en g, y presionar "R/S". Aparece "3.00" en el visor.
- 5) Teclear la masa de SM utilizada para preparar el PT, en g, y presionar "R/S". Aparece "4.0000" en el visor.
- 6) Si se hizo el paso 1), presionar "RCL A" y luego "R/S"; si no se hizo el paso 1), teclear la concentración, expresada en %pD₂O, de la SM utilizada en la preparación del PT y presionar "R/S". En ambos casos aparece "5.0000" en el visor.
- 7) Teclear ".01" y presionar "R/S". Aparece "6.0000" en el visor.
- 8) Teclear el error en la concentración de la SM empleada para preparar el PT, expresado como %pD₂O, y presionar "R/S".
Fin del cálculo para el PT cuando el visor se estabiliza.
Para otro PT preparado a partir de la misma SM, ir al paso 2) y continuar hasta el 8). Para otro PT preparado a partir de otra SM, ir al paso 1) y continuar hasta el 8).
- 9) Avanzar el papel, cortar la tirilla, identificarla con fecha y conservarla por posibles consultas futuras.
- 10) Comprobar que no se haya deslizado algún error al entrar los datos comparando los valores que aparecen en la tirilla con los datos originales. En caso de haberse cometido alguna equivocación

en el tecleado de las cifras, volver al paso 2) y comenzar nuevamente con ese PT.

Al efectuar la secuencia de pasos comprendida entre el 2) y el 8) se obtiene una tirilla en la que aparece:

1er renglón	CN% del PT
2do renglón	masa de AD usada
3er renglón	masa de SM usada
4to renglón	%pD ₂ O de la SM usada
espacio	
5to renglón	%pD ₂ O del PT
6to renglón	error en la concentración del PT expresado como %pD ₂ O
7mo renglón	%mD ₂ O del PT
8vo renglón	error en la concentración del PT expresado como %mD ₂ O.

A manera de ejemplo, la tirilla que se obtiene al preparar el PT # 4 del A2 (ver Tabla II) a partir de 14.87 g de la SM2 que sirvió de ejemplo en 3.4.1. y 84.93 g de AD es:

3.00	***
84.93	***
14.8700	***
21.8225	***
3.2657	***
0.0022	***
3.9463	***
0.0020	***

Esta tirilla puede servir para comprobar el funcionamiento del programa y de la máquina. La obtención de una tirilla distinta pondría de manifiesto algún error; en este caso, consultar con el encargado de turno.

3.4.3. Recomendaciones para hacer las tirillas

Resulta conveniente hacer una tirilla para cada ámbito de trabajo, que contenga todos los PT de ese ámbito, y otra con las dos SM encabezada con la transformación de concentraciones del D_2O empleada.

De esta forma es posible preservar en 4 tirillas las características de cada PT por posibles consultas futuras.

3.5. Carga de las concentraciones en tarjetas-archivo

Después de calculadas las concentraciones en $\%mD_2O$ (CPM) de todos los PT, según lo explicado en 3.4.2., es conveniente preservarlas en tarjetas-archivo a fin de disponer de ellas rápidamente.

Para ello efectuar con la calculadora las operaciones que se detallan a continuación, leyendo de la tirilla correspondiente las CPM de los PT. Las diferencias operativas existentes entre los 3 ámbitos de trabajo han sido bien remarcadas a fin de que el operador no cometa errores en el manejo de la calculadora.

- 1) Si no lo está, poner la calculadora en funcionamiento llevando la llave de encendido a la posición "ON".
- 2) Comprobar que la llave selectora del modo de impresión esté en la posición "MAN" y que la llave selectora del modo de operación esté en "RUN".

- 3) Presionar "CLx".
- 4) Presionar "DSP 4". Aparece "0.0000" en el visor.
- 5) Presionar "f 2".
- 6) Presionar "f CLx".
- 7) Presionar "f 2".
- 8) Si se está en el A1, teclear el número "1".
Si se está en el A2, teclear el número "3.3".
Si se está en el A3, teclear el número "2.5".
En cualquiera de los tres casos presionar a continuación "STO 0".
- 9) Teclear la CPM del PT #1 del ámbito en cuestión y presionar "STO 1".
- 10) Teclear la CPM del PT # 2 del ámbito en cuestión y presionar "STO 2".
- 11) Seguir con este procedimiento hasta cargar en los registros las 6 CPM de los PT del ámbito en cuestión. El número del PT coincide con el número del registro en el que se guarda su CPM.
- 12) Una vez que las CPM de todos los PT de ese ámbito fueron guardadas en sus correspondientes registros, presionar "f ENG". Se obtiene una tirilla en la que aparecen impresos los valores cargados en los registros. Revisarlos, y de encontrarse algún valor cargado erróneamente, teclear el valor correcto y cargarlo en el registro en cuestión.
- 13) Una vez revisados los valores, descartar la tirilla y presionar "CLx". Aparece "0.0000" en el visor.

- 14) Presionar "f 0 ". Aparece "Crd" en el visor.
- 15) Si se está en el A1, pasar el lado 2 de la tarjeta #3.
Si se está en el A2, pasar el lado 1 de la tarjeta #6.
Si se está en el A3, pasar el lado 2 de la tarjeta #6.
En cualquiera de los tres casos aparece "0.0000" en el visor.
- 16) Para almacenar CPM de PT de otros ámbitos volver al paso 5) y seguir la secuencia hasta el 15).

De esta manera quedan almacenadas en tarjetas-archivo las CPM de los PT de los 3 ámbitos de trabajo; en el Capítulo 9. serán usadas para la determinación de las características de las rectas de calibración.

Cabe destacar que las operaciones descritas en esta Sección hay que ponerlas en práctica cada vez que se preparen nuevos PT.

4. TRATAMIENTO DE LAS MUESTRAS DE PLANTA

Debido a las características fisicoquímicas del sistema GS de producción de agua pesada, las muestras de planta (MP) que se sacan para analizar contienen material en suspensión, gases disueltos (H_2S , H_2 , etc.) e iones que pueden interferir con la medición IR.

Por esta razón es necesario tratar adecuadamente las MP a fin de obtener muestras que, manteniendo la relación isotópica original, estén libres de interferencias que puedan alterar el resultado. Estas muestras de proceso tratadas (MT) son entonces analizadas según las técnicas que se describirán en el Capítulo 7.

También resulta conveniente agrupar las MT para el análisis IR de acuerdo al ámbito al que pertenecen. El analista deberá entonces disponer de métodos rápidos para saber de antemano, en forma aproximada, la concentración de la MT a fin de clasificarla según su ámbito.

Los distintos tratamientos a que se someterán las MP y los métodos de clasificación de las MT por ámbitos son tareas aún no desarrolladas al presente en nuestro laboratorio. Al disponerse de muestras reales de planta en cantidad suficiente estos trabajos podrán ponerse a punto, por lo que serán relegados hasta la puesta en marcha de la planta.

5. OPERACIONES COMPLEMENTARIAS

En este Capítulo se describen tareas tales como llenado de celdas y cuidados operativos, que hacen al procedimiento analítico en sí.

Es necesario que el operador esté familiarizado con ellos y se ajuste a las técnicas dadas a fin de evitar errores en el análisis.

5.1. Llenado de celdas

Es conveniente que esta operación sea ensayada suficientemente por el analista, ya que si bien no es difícil requiere una cierta práctica; para ello usar AD y no PT.

- 1) Tomar la celda y retirar sus dos tapones.
- 2) Apoyarla sobre la mesada de trabajo de manera que quede levemente inclinada sobre uno de sus bordes, usando un soporte adecuado; con esto se trata de no ensuciar sus ventanas.
- 3) Agitar el recipiente que contiene la MAP a ser analizada a fin de homogeneizar su contenido.
- 4) Extraer 4 ml de la MAP mediante una jeringa con aguja, secas y a temperatura ambiente (descripción dada en 2.5). Para ello habrá que destapar el frasco que contiene la MAP; mantenerlo destapado el menor tiempo posible. Verificar que el freno del émbolo de la jeringa trabaje correctamente.
- 5) Con la aguja puesta y apuntando la jeringa hacia arriba, tirar del émbolo hacia abajo, de manera de tomar un poco de aire y desplazar el líquido que quedó en la aguja.

- 6) Retirar la aguja manteniendo la jeringa apuntada hacia arriba.
- 7) Despojar a la muestra de todas las burbujas que pueda contener mediante golpecitos dados con el dedo sobre el cuerpo de la jeringa.
- 8) Cuando se verifique la ausencia de burbujas en el seno del líquido, empujar el émbolo hacia arriba hasta que salga un poco de muestra por la punta de la jeringa; sacudirla para remover la gota que pueda quedar.
- 9) Tomar la celda de manera que se lea su inscripción e insertar la jeringa por su entrada inferior, manteniendo la celda vertical y la jeringa horizontal. La inserción de la jeringa se realiza dando media vuelta a la misma hasta notar una resistencia; no apretar demasiado pues puede romperse.
- 10) Volcar el conjunto, de manera de tener la jeringa apuntando hacia abajo.
- 11) Llenar la celda sobre una pileta imprimiendo cortos desplazamientos bruscos al émbolo de la jeringa. El líquido empezará a salir por el orificio libre de la celda; cuidar que no moje sus ventanas. Esta operación de bombeo tiene por objeto desplazar la muestra que llenaba originalmente la celda; continuarla hasta que quede 1 ml de muestra dentro de la jeringa.
- 12) Ahora empujar el émbolo suavemente hacia abajo, hasta que resten 0.5 ml de muestra en la jeringa.
- 13) Manteniendo la jeringa hacia abajo, tapar el orificio libre de la celda con uno de sus tapones.
- 14) Retirar la jeringa del orificio de entrada de la celda girándola suavemente media vuelta, mientras se mantiene hacia abajo.

- 15) Tapar el orificio con el otro tapón.
- 16) Verificar que no haya burbujas dentro de la celda. Si las hay, repetir toda la operación; es inadmisible la presencia de burbujas dentro de la celda en el análisis IR.

El operador debe ensayar esta técnica hasta que le resulte familiar y no tenga necesidad de acudir al texto para realizarla, comprendiendo la importancia que tiene en el resultado el llenado de la celda con la MAP.

Además debe estar lo suficientemente práctico como para hacer la operación completa en menos de un minuto y medio.

5.2. Cuidado de las celdas

Con respecto al manejo de las celdas que alojan a las MAP hay que tener en cuenta lo siguiente:

- 1) manipularlas de sus bordes, a fin de no tocar para nada las ventanas
- 2) el desarmarlas trae muchos problemas: búsqueda de espaciadores con espesor conveniente, cambios de pendiente y ordenada al origen de las rectas de calibración y cambios en el ajuste del espectrómetro, entre otros
- 3) las celdas van ubicadas en el compartimiento de la muestra del equipo IR en la forma que se pueda leer su inscripción; el colocarlas invertidas trae errores en la lectura
- 4) en caso que se verifique filtración de muestra entre la ventana superior y el soporte metálico que mantiene prensado el conjunto, consultar con el encargado de turno

- 5) luego de ser usadas, las celdas no se vacían; se guardan tapadas y cargadas con la última muestra que se analizó, la que será desplazada con una nueva muestra cuando se usen nuevamente.

Respecto a las ventanas de las celdas:

- 1) en caso de ser necesario limpiarlas por tener suciedades externas, hacerlo con un hisopo de algodón embebido en alcohol etílico o acetona, en movimientos circulares y de adentro hacia afuera
- 2) en caso de ser necesario limpiarlas por estar sucias internamente, consultar con el encargado de turno
- 3) es deseable que las ventanas no estén rayadas, aunque la incidencia de rayaduras en el análisis en sí no es importante
- 4) en caso que se mojen durante el llenado de la celda, no secarlas; en su lugar proceder a pulverizar el líquido que moja las ventanas mediante una manguera que traiga aire a presión (ver 2.11.).

5.3. Uso de la estufa y las jeringas

Como ya se explicó en 2.5., las MAP se extraen de los recipientes que las contienen mediante jeringas con aguja; éstas deben estar limpias, secas y a temperatura ambiente antes de entrar en contacto con las muestras que serán analizadas.

Por ello es necesario ajustarse a una cierta técnica en el uso de la estufa y las jeringas.

- 1) Una vez encendida la estufa, mantener abierta su puerta lo menos posible.

- 2) Las jeringas se secan a 130-140 °C desarmadas (émbolo, cuerpo y aguja por separado) por espacio de 10 minutos como mínimo.
- 3) Se usan 4 jeringas, marcadas con las siglas J1, J2, J3 y J4 sobre su cuerpo, para las MAP, y una jeringa marcada JR para usar con el agua destilada de referencia en el A1, para lo que se usa AD.
- 4) Los estantes de la estufa tendrán marcadas las mismas siglas a fin de poner las jeringas y las agujas a secar siempre en el mismo lugar. Esto contribuye a que no se mezcle el émbolo de una jeringa con el cuerpo o la aguja de otra.
- 5) Las jeringas y agujas calientes se sacan de la estufa mediante una pinza para crisoles que tenga sus extremos recubiertos con manguera de goma para mechero.
- 6) Las jeringas y agujas se dejan enfriar desarmadas sobre la mesada de trabajo, que deberá estar limpia y seca.
- 7) Procurar no mezclar partes de una jeringa con partes de otra.
- 8) Las jeringas J1 a J4 se usan y a continuación se ponen a secar en la estufa. En cambio la jeringa JR, usada sólo en el A1, se usa y se deja húmeda sobre la mesada.
- 9) Antes de poner una jeringa a secar en la estufa, desarmarla, sacudir su cuerpo para sacar el líquido remanente y colocarla desarmada sobre su sigla inscrita en el estante.
- 10) Al terminar la jornada de trabajo, guardar las 5 jeringas desarmadas y sus agujas dentro de la estufa y apagarla.

El procedimiento analítico para analizar MAP, que se describe en las secciones 7.2. , 7.3. y 7.4. , permite tener en todo momento

una jeringa lista para usar en el llenado de celdas, otra enfriándose sobre la mesada, otra lista para sacar de la estufa para que se enfríe y la última secándose en la estufa.

5.4. Uso del registrador del equipo infrarrojo

A través del registrador se dispone de una copia del espectro de la muestra que está siendo analizada.

Antes de ponerse a trabajar es necesario comprobar que el registrador tenga suficiente cantidad de papel en el rollo. A este fin el papel del registrador viene marcado sobre su margen derecho con números en negro que permiten conocer en todo momento la cantidad de papel disponible en la reserva; proceder al cambio de rollo cuando aparezca el número "02". Para hacerlo, referirse a (2), Figura 26, página 20.

Para ubicar la pluma del registrador sobre un dado sector del papel se usa la perilla situada atrás del compartimiento que aloja a la muestra, que actúa sobre el mecanismo de arrastre del papel; para hacerlo, primero se enrolla un poco de papel y luego se desenrolla lentamente, presionando levemente la pluma contra la escala a fin de detener el movimiento en el lugar exacto.

Mientras no se hagan análisis de MAP, las plumas que se usan con el registrador del equipo IR tienen que estar tapadas, a fin de que no se sequen. Esto también ayuda a cuidar su punta para conservar el trazo lo más fino posible; evitar que se golpeen.

5.5. Inscripciones sobre el papel del registrador

A fin de identificar los registros de las muestras que se analizan, es necesario escribir sobre el papel del registrador

ciertos datos que permitan en el futuro reconocer qué muestra ha sido analizada.

Con el equipo IR se usa papel "Beckman" P/N 566814/101282, que es continuo en la dirección del barrido y con divisiones gruesas espaciadas 1 pulgada; en la dirección del movimiento de la pluma está graduado de 0 a 100, siendo la división más pequeña 0.1 pulgada, equivalente a 1 unidad de la escala (Ver Fig. 1).

Para las inscripciones que se hagan sobre el papel del registrador usar letra de imprenta y marcador grueso e indeleble.

5.5.1. Inscripciones para rectas de calibración

Antes de comenzar a pasar los PT, dejar 3 pulgadas libres de papel para las siguientes inscripciones (Ver Fig. 2):

1er pulgada - comenzando desde la izquierda, las palabras "RECTA DE CALIBRACION"

- en la extrema derecha, fecha y momento del día (M, T o N según corresponda)

2da pulgada - en la extrema izquierda, ámbito (A1, A2 ó A3 según corresponda)

- en la extrema derecha, iniciales del operador

3ra pulgada - reservada para eventuales escrituras.

Comenzar a hacer los registros de los PT en la cuarta pulgada de papel.

Como se verá más adelante, en el A1 se registra cada PT por duplicado en pulgadas contiguas de papel; identificar cada registro mediante el número de PT, escribiéndolo en la extrema izquierda de la pulgada en que se ha registrado.

En los A2 y A3 se registran por duplicado un patrón sobre otro (Ver Fig. 2); efectuar las inscripciones identificatorias mediante el número del PT en la primer pulgada siguiente a donde finaliza el registro, a la altura del máximo de cada banda obtenida.

Al terminar de pasar todos los PT, dejar 1 pulgada libre de papel para que la hoja con los resultados obtenidos pueda ser archivada.

Es deseable que todos los PT que pertenezcan a un dado ámbito sean pasados por el mismo operador.

5.5.2. Inscripciones para muestras tratadas

Antes de comenzar el trabajo diario resulta conveniente agrupar las muestras para el análisis de acuerdo al ámbito al que pertenezcan; de esta manera es posible analizar un cierto número de MT sin hacer demasiados ajustes al equipo IR, que como se verá en el próximo capítulo, dependen del ámbito que se analiza.

Antes de empezar a analizar las MT, dejar 3 pulgadas libres de papel para las siguientes inscripciones (Ver Fig. 1):

- 1er pulgada - centrado, ámbito (A1, A2 ó A3 según corresponda)
- en la extrema derecha, fecha y momento del día (M, T o N según corresponda)

2da pulgada - en la extrema izquierda, la palabra "MUESTRAS"
- en la extrema derecha, iniciales del operador

3ra pulgada - reservada para eventuales escrituras.

Comenzar a hacer los registros de las muestras en la cuarta pulgada de papel.

Resulta conveniente registrar cada muestra por duplicado y en porciones consecutivas de papel; identificar cada registro mediante el número de la muestra, escribiéndolo en la extrema izquierda de la porción de papel usada (Ver Fig. 1).

Al terminar de pasar todas las muestras pertenecientes a un mismo ámbito, dejar una pulgada de papel libre y escribir en el medio el nuevo ámbito que será analizado.

Al terminar de pasar todas las muestras del día, dejar 1 pulgada libre de papel para que la hoja con los resultados obtenidos pueda ser archivada.

Si durante el pasaje de las muestras hay un cambio de operador, dejar 1 pulgada libre de papel y anotar en su extrema derecha las siglas del nuevo analista.

5.6. Temperatura de las muestras de agua pesada

Como se expresa en (1), es muy importante mantener un estricto control sobre la temperatura de las MAP que se analizan a fin de obtener resultados correctos en la medición. Es por eso que se mantiene bajo control la temperatura del recinto donde se hace la medición; el operador debe ajustarse rigurosamente

a los tiempos y las temperaturas que figuran en el procedimiento analítico, capítulo 7. .

El mantenimiento de las temperaturas que indica la técnica se ve favorecido al estar el ambiente en que se encuentra el equipo a temperatura controlada; no obstante, el operador tiene que estar preparado para contrarrestar fluctuaciones que puedan aparecer.

Las MP, luego del tratamiento a que se las somete, descrito en 4., deben permanecer un tiempo mínimo de 1 hora en el laboratorio en que se encuentra el equipo IR para alcanzar el equilibrio térmico con el ambiente.

La temperatura dentro del compartimiento de la muestra se puede regular o mantener cerrando, entreabriendo o abriendo totalmente su tapa de acrílico; este control debe efectuarse mientras no haya celdas en el interior del compartimiento, por ejemplo cuando se esté calentando el equipo al iniciar la tarea diaria o mientras se llenan las celdas con muestra. Una vez introducidas las celdas en el compartimiento de la muestra y hasta que finalice la medición, la tapa debe permanecer entreabierta.

6. AJUSTE DEL ESPECTROMETRO

Para poder hacer el análisis de MAP es necesario ajustar adecuadamente el instrumento de medida. Este ajuste es función del ámbito de concentraciones que se deseen medir, por lo que en este Capítulo se hará una distinción entre los tres ámbitos de trabajo mencionados en 1. .

A fin de indicar las operaciones a realizar sobre el equipo IR, los distintos controles del mismo se numerarán como lo están en la Figura 15, página 12 de la referencia (2). Todas las operaciones deberán ser hechas sin alterar el orden en el que aparecen. Cabe aclarar que cuando en una secuencia de operaciones se ignora la existencia de un control del equipo, la posición de este control carece de importancia para la verificación o determinación que se realiza.

Se comenzará este Capítulo describiendo las actividades semanales a realizar a fin de asegurar un correcto funcionamiento del instrumento; queda aclarado que las mismas no reemplazan a las pruebas de funcionamiento y rendimiento del equipo IR descritas en (3), Adjustments Section, páginas 96 a 102.

6.1. Actividades semanales

Las actividades semanales son comprobaciones que se realizan sobre el balance eléctrico del equipo (BALANCE), sobre la ganancia (GAIN), sobre el control de compensación para la expansión de ordenadas (OFFSET) y sobre la radiación transmitida a través de los atenuadores.

En caso que el espectrómetro esté desconectado de la línea de alimentación o si la fuente de radiación IR no está encendida, realizar las siguientes operaciones para encenderla (caso contrario pasar a 6.1.1.):

- 1) comprobar que el botón 10 (STBY) de la botonera MODE esté presionado
- 2) girar el potenciómetro 33 (100% ADJUST) hasta la mitad de su recorrido (marca roja para arriba)
- 3) comprobar que el selector 26 (GAIN) esté en la posición "1X"
- 4) destrabar el potenciómetro 25 (GAIN) con la llavecita negra colocada sobre el mismo, girándola hacia arriba; girar el potenciómetro 25 totalmente en sentido contrario al de las agujas del reloj, de manera que se lea en la ventanita superior del mismo "0" y en su dial "0"
- 5) conectar el cordón que alimenta al equipo IR y al visor digital en un toma de 220 V- 50 Hz con tierra electrónica; se ilumina el botón 10 (STBY)
- 6) presionar el botón 12 (PEN) de la botonera MODE; éste se ilumina y se apaga el 10
- 7) colocar la llave 37 (START/RUN) en la posición "START" durante 4 minutos
- 8) llevar la llave 37 a la posición "RUN" al cabo de esos 4 minutos; en operación normal del instrumento, la llave 37 debe permanecer siempre en posición "RUN"
- 9) presionar el botón 10 (STBY); éste se ilumina y se apaga el 12 (PEN).

SALVO PERIODOS PROLONGADOS DE INACTIVIDAD (MESES), EL EQUIPO DEBE PERMANECER EN ESTAS CONDICIONES
--

6.1.1. Comprobación sobre el balance eléctrico

- 1) Comprobar que el botón 10 (STBY) de la botonera MODE esté presionado. Este botón se ilumina al estar presionado.
- 2) Colocar la llave 17 (SB/DB) en la posición "DB".
- 3) Comprobar que el selector 26 (GAIN) esté en la posición "1X".
- 4) Destrabar el potenciómetro 25 (GAIN) con la llavecita negra colocada sobre el mismo, girándola hacia arriba; llevar el potenciómetro 25 a una posición tal que se lea en la ventanita superior del mismo "0" y en su dial "60", de manera que la lectura final sea "060".
- 5) Llevar el selector 27 (PERIOD) a la posición "1 sec".
- 6) Comprobar que el potenciómetro 21 (SENSITIVITY) esté en "0".
- 7) Comprobar que el selector 22 (CHART FORMAT) esté en la posición "IR 9,12".
- 8) Llevar el selector 19 (ORDINATE SCALE) a la posición "100%".
- 9) Girar la perilla 9 (WAVENUMBER ADJUST) hasta que en la ventana 7 (WAVENUMBER cm^{-1}) aparezca "3000" (zona amarilla).
- 10) Destrabar la perilla 1 (SLIT ADJUST) mediante la llave 2 (selectora de ranura programada o manual), tirando suavemente de ésta para adelante (posición "MANUAL").
- 11) Girar la perilla 1 hasta que en la ventana 8 (SLIT-mm) aparezca ".3" (zona amarilla).

- 12) Girar el potenciómetro 33 (100% ADJUST) hasta la mitad de su recorrido (marca roja para arriba).
- 13) Comprobar que el registrador del equipo IR tenga una pluma en su soporte y suficiente cantidad de papel.
- 14) Comprobar que en el compartimiento 36 (compartimiento de la muestra) no haya ninguna celda, atenuador u objeto interpuesto en los haces de radiación IR.
- 15) Presionar el botón 12 (PEN) de la botonera MODE y esperar un minuto antes de proseguir. Este botón se ilumina y se apaga el 10 (STBY).
- 16) Girar el potenciómetro 33 (100% ADJUST) hasta que la pluma indique "50" sobre la escala del papel del registrador.
- 17) Bloquear simultáneamente y en rápida operación ambos haces de radiación IR con algún cartón o material opaco. La pluma debería permanecer estacionaria cerca de la posición en que estaba antes del bloqueo. Si es así, seguir con el paso 20).
- 18) Si no fuese así, eliminar la tendencia de la pluma a ir para uno u otro lado de la escala con el potenciómetro 23 (BALANCE) mientras permanecen bloqueados los haces. Desbloquear, retirando el cartón.
- 19) Repetir el paso 17) y eventualmente el 18).
- 20) Desbloquear ambos haces y presionar el botón 10 (STBY) de la botonera MODE. Se enciende el botón 10 y se apaga el 12 (PEN).

6.1.2. Comprobación de la ganancia

- 1) Efectuar las operaciones 1) a 15) descritas en 6.1.1. .
- 2) Girar el potenciómetro 33 (100% ADJUST) hasta que la pluma indique exactamente "100" sobre la escala del papel del registrador; para efectuar esta operación, presionar la pluma levemente contra la escala del papel.
- 3) Colocar la llave 17 (SB/DB) en la posición "SB".
- 4) Destabar el potenciómetro 25 (GAIN) y llevarlo suavemente a una posición tal que la pluma indique exactamente "100" sobre la escala del papel. En estas condiciones la lectura sobre el potenciómetro 25 tendría que ser aproximadamente "080" pero nunca mayor que "150"; caso contrario consultar con el encargado de turno.
- 5) Colocar la llave 17 (SB/DB) en la posición "DB". La pluma tendría que marcar nuevamente "100" sobre la escala del papel; si no fuese así, repetir las operaciones 2) a 4) nuevamente.
- 6) Presionar el botón 10 (STBY).

6.1.3. Comprobación sobre el control OFFSET

- 1) Efectuar las operaciones 1) y 2) descritas en 6.1.2. .
- 2) Llevar el selector 19 (ORDINATE SCALE) a la posición "50%", luego a la "20%" y luego a la "10%". En ningún caso la pluma se tiene que apartar más de 2 unidades de la escala del papel respecto de la posición que tenía cuando el selector 19 estaba en "100%".

SI ESTO SE VERIFICA, NO TÓCAR PARA NADA EL POTENCIÓMETRO 18 (OFFSET) NI SU TRABA Y CONTINUAR CON EL PASO 8); CONSIDERAR QUE CUANTO MENOS SE TOQUE EL POTENCIÓMETRO 18, MEJOR.

- 3) Si no se verifica lo expuesto en 2), proceder así: destrabar el potenciómetro 18 (OFFSET) con la llavecita negra colocada sobre el mismo, girándola hacia arriba; llevar el selector 19 (ORDINATE SCALE) a la posición "10%".
- 4) Girar el potenciómetro 18 media vuelta en sentido contrario al de las agujas del reloj. La pluma se moverá hacia la izquierda y comenzará a actuar el embrague del registrador, produciendo un ruido característico.
- 5) Trabar parcialmente el potenciómetro 18 mediante su llavecita y girarlo muy lentamente en el sentido de movimiento de las agujas del reloj, hasta ubicar la pluma sobre "100" en la escala del papel.
- 6) Trabar totalmente el potenciómetro 18 girando su llavecita hacia abajo.
- 7) Llevar el selector 19 (ORDINATE SCALE) paso a paso hasta la posición "100%" y luego otra vez hasta la posición "10%". Si la pluma se apartase más de 2 unidades de la escala del papel del "100" de la escala, hacer nuevamente los pasos 3) a 7).
- 8) Llevar el selector 19 a la posición "100%" y presionar el botón 10 (STBY).

6.1.4. Comprobación sobre los atenuadores

Si bien los atenuadores no pertenecen en sí al equipo IR, se da aquí el modo de controlarlos y eventualmente de calibrarlos por razones de ordenamiento del Manual.

Se usan tres atenuadores, uno para cada ámbito de trabajo; las operaciones de control y calibrado son idénticas para todos, aunque el porcentaje de radiación que transmiten (%T) varía de uno a otro. Por esta razón se explicará en forma genérica las operaciones a efectuar y luego se indicará el %T que debe tener cada uno de ellos.

- 1) Efectuar las operaciones 1) a 4) descritas en 6.1.2. .
- 2) Colocar el atenuador en el haz de la muestra, marcado como "S", usando el soporte que a tal fin está situado sobre el lado izquierdo del compartimiento de la muestra; no usar el soporte central, destinado a contener a las celdas.
- 3) Verificar que la lectura de la pluma del registrador esté a $\pm 0.5\%T$ del valor estipulado para el atenuador.

EN ESTE CASO SEGUIR CON EL PASO 6); CONSIDERAR QUE
CUANTO MENOS SE TOQUEN LOS CONTROLES DEL ATENUADOR,
MEJOR

- 4) Si no se cumple 3), destrabar el mecanismo de variación mediante el tornillo del atenuador; mover suavemente la ruedita que tiene el atenuador hasta que la lectura de la escala esté a $\pm 0.5\%T$ del valor estipulado para el atenuador en cuestión.

- 5) Trabar el atenuador mediante su tornillo y comprobar que la lectura de la pluma sobre la escala sigue estando a $\pm 0.5 \%T$ respecto del valor del atenuador. Si no fuese así, repetir los pasos 4) y 5).
- 6) Colocar la llave 17 (SB/DB) en la posición "DB" y retirar el atenuador del compartimiento de la muestra.
- 7) Presionar el botón 10 (STBY).

Los valores estipulados para los atenuadores son los siguientes:

AT1S : 48.5 %T
AT2R : 12.5 %T
AT3R : 6.5 %T.

Seguir con 6.2., 6.3. ó 6.4. según corresponda.

6.2. Ajuste para el ámbito 1

- 1) En caso que el espectrómetro esté desconectado de la línea de alimentación o si la fuente de radiación IR no está encendida, realizar las operaciones descritas en 6.1.; caso contrario ir al paso siguiente.
- 2) Comprobar que el botón 10 (STBY) de la botonera MODE esté presionado. Este botón se ilumina al estar presionado.
- 3) Comprobar que el botón marcado "300" de la botonera 15 (SCAN SPEED) esté presionado. Este botón se ilumina al estar presionado.

- 4) Colocar la llave 17 (SB/DB) en posición "DB".
- 5) Llevar el contador 32 (v INCREMENT) a la posición "040".
- 6) Comprobar que la llave 30 (REVERSE) esté en la posición inferior.
- 7) Llevar el selector 29 (llave selectora del modo de barrido repetitivo) a la posición "MAN". Se ilumina el botón 13 (SCAN) de la botonera MODE.
- 8) Comprobar que el selector 26 (GAIN) esté en posición "1X".
- 9) Destrabar el potenciómetro 25 (GAIN) con la llavecita negra colocada sobre el mismo, girándola hacia arriba; llevar el potenciómetro a una posición tal que se lea en la ventanita superior del mismo "0" y en su dial "50"; a continuación llevar esta lectura hasta "80", de manera que la lectura final sea "080". Trabar el potenciómetro girando su llavecita hacia abajo.
- 10) Llevar el selector 27 (PERIOD) a la posición "18sec".
- 11) Llevar el selector 24 (CHART EXPANSION) a la posición ".4X".
- 12) Comprobar que el potenciómetro 21 (SENSITIVITY) esté en "0".
- 13) Comprobar que el selector 22 (CHART FORMAT) esté en la posición "IR 9,12".
- 14) Llevar el selector 19 (ORDINATE SCALE) a la posición "1A".
- 15) Girar el potenciómetro 33 (100% ADJUST) en sentido contrario al de las agujas del reloj hasta notar una resistencia al giro.

- 16) Girar la perilla 9 (WAVENUMBER ADJUST) hasta que en la ventana 7 (WAVENUMBER cm^{-1}) aparezca "3000" (Zona amarilla); a continuación girar muy suavemente la perilla 9 de manera que la línea vertical de la ventana 7 coincida exactamente con "2800". En caso de fallar este ajuste, repetir el paso 16) nuevamente.
- 17) Destrabar la perilla 1 (SLIT ADJUST) mediante la llave 2 (selector de ranura programada o manual), tirando suavemente de ésta para adelante (posición "MANUAL").
- 18) Girar la perilla 1 hasta que en la ventana 8 (SLIT-mm) aparezca ".5"; a continuación girar muy suavemente la perilla 1 hasta que la línea vertical de la ventana 8 coincida exactamente con "1".
- 19) Trabar la perilla 1 mediante la llave 2, llevándola suavemente hacia atrás (posición "PROGRAM").
- 20) Comprobar que el registrador del equipo IR tenga suficiente cantidad de papel.
- 21) Tener preparadas una pluma roja y una negra para usar con el registrador.
- 22) Retirar del compartimiento 36 (compartimiento de la muestra) cualquier celda, atenuador u objeto interpuesto en los haces de radiación IR.
- 23) Colocar el atenuador AT1S en el rayo de la muestra, marcado como "S", usando el soporte que a tal fin está situado sobre el lado izquierdo del compartimiento 36 (compartimiento de la muestra); no usar el soporte central, destinado a contener a las celdas.

Seguir las instrucciones que figuran en 7.1. .

6.3. Ajuste para el ámbito 2

- 1) En caso que el espectrómetro esté desconectado de la línea de alimentación o si la fuente de radiación IR no está encendida, realizar las operaciones descritas en 6.1.; caso contrario ir al paso siguiente.
- 2) Comprobar que el botón 10 (STBY) esté presionado.
- 3) Comprobar que el botón marcado "300" de la botonera 15 (SCAN SPEED) esté presionado.
- 4) Colocar la llave 17 (SB/DB) en la posición "SB".
- 5) Llevar el contador 32 (v INCREMENT) a la posición "013".
- 6) Llevar el selector 28 (SERIAL/OVERLAY) a la posición "SERIAL".
- 7) Comprobar que la llave 30 (REVERSE) esté en la posición inferior.
- 8) Llevar el selector 29 (llave selectora del modo del barrido repetitivo) a la posición "MAN".
- 9) Comprobar que el selector 26 (GAIN) esté en la posición "1X".
- 10) Destrabar el potenciómetro 25 (GAIN) y llevarlo a la posición en que se lea "040"; a continuación girarlo lentamente hasta que la lectura sea "070". Trabrar el potenciómetro 25.
- 11) Llevar el selector 27 (PERIOD) a la posición "1 sec".
- 12) Llevar el selector 24 (CHART EXPANSION) a la posición "4X".

- 13) Comprobar que el potenciómetro 21 (SENSITIVITY) esté en "0".
- 14) Comprobar que el selector 22 (CHART FORMAT) esté en la posición "IR 18,20".
- 15) Llevar el selector 19 (ORDINATE SCALE) a la posición "50%".
- 16) Girar el potenciómetro 33 (100% ADJUST) en sentido contrario al de las agujas del reloj hasta notar una resistencia al giro.
- 17) Girar la perilla 9 (WAVENUMBER ADJUST) hasta que en la ventana 7 (WAVENUMBER cm^{-1}) aparezca "3000"; a continuación girar muy suavemente la perilla 9 de manera que en la ventana 7 se lea exactamente "2750". En caso de fallar este ajuste, repetir el paso 17) nuevamente.
- 18) Destrabar la perilla 1 (SLIT ADJUST) mediante la llave 2 (selecc-
tor de ranura programada o manual), llevándola a la posición "MANUAL".
- 19) Girar la perilla 1 hasta que en la ventana 8 (SLIT-mm) aparezca ". 5"; a continuación girar muy suavemente la perilla 1 hasta que en la ventana 8 se lea exactamente ".95".
- 20) Trabar la perilla 1 mediante la llave 2, llevando ésta a la po-
sición "PROGRAM".
- 21) Comprobar que el registrador del equipo IR tenga suficiente can-
tidad de papel.
- 22) Tener preparadas una pluma roja y una negra para usar con el re-
gistrador.

- 23) Retirar del compartimiento de la muestra cualquier celda, atenuador u objeto interpuesto en los haces de radiación IR.
- 24) Colocar el atenuador AT2R en el rayo de referencia, marcado como "R", usando el soporte que a tal fin está situado sobre el lado izquierdo del compartimiento de la muestra; no usar el soporte central, destinado a contener a las celdas.

Seguir con las instrucciones que figuran en 7.1. .

6.4. Ajuste para el ámbito 3

- 1) En caso que el espectrómetro esté desconectado de la línea de alimentación o si la fuente de radiación IR no está encendida, realizar las operaciones descritas en 6.1.; caso contrario ir al paso siguiente.
- 2) Comprobar que el botón 10 (STBY) esté presionado.
- 3) Comprobar que el botón marcado "300" de la botonera 15 (SCAN SPEED) esté presionado.
- 4) Colocar la llave 17 (SB/DB) en la posición "SB".
- 5) Llevar el contador 32 (V INCREMENT) a la posición "007".
- 6) Llevar el selector 28 (SERIAL/OVERLAY) a la posición "SERIAL".
- 7) Comprobar que la llave 30 (REVERSE) esté en la posición inferior.
- 8) Llevar el selector 29 (llave selectora del modo del barrido repetitivo) a la posición "MAN".

- 9) Comprobar que el selector 26 (GAIN) esté en la posición "1X".
- 10) Destrabar el potenciómetro 25 (GAIN) y llevarlo a la posición en que se lea "040"; a continuación girarlo lentamente hasta que la lectura sea "070". Trabar el potenciómetro 25.
- 11) Llevar el selector 27 (PERIOD) a la posición "1 sec".
- 12) Llevar el selector 24 (CHART EXPANSION) a la posición "4X".
- 13) Comprobar que el potenciómetro 21 (SENSITIVITY) esté en "0".
- 14) Comprobar que el selector 22 (CHART FORMAT) esté en la posición "IR 18,20".
- 15) Llevar el selector 19 (ORDINATE SCALE) a la posición "50%".
- 16) Girar el potenciómetro 33 (100% ADJUST) en sentido contrario al de las agujas del reloj hasta notar una resistencia al giro.
- 17) Girar la perilla 9 (WAVENUMBER ADJUST) hasta que en la ventana 7 ($\text{WAVENUMBER cm}^{-1}$) aparezca "3000"; a continuación girar muy suavemente la perilla 9 de manera que en la ventana 7 se lea exactamente "2770". En caso de fallar este ajuste, repetir el paso 17) nuevamente.
- 18) Destrabar la perilla 1 (SLIT ADJUST) mediante la llave 2 (selecc- tora de ranura programada o manual), llevándola a la posición "MANUAL".
- 19) Girar la perilla 1 hasta que en la ventana 8 (SLIT-mm) aparezca ".5"; a continuación girar muy suavemente la perilla 1 hasta que en la ventana 8 se lea exactamente ".95".

- 20) Trabar la perilla 1 mediante la llave 2, llevando ésta a la posición "PROGRAM".
- 21) Comprobar que el registrador del equipo IR tenga suficiente cantidad de papel.
- 22) Tener preparadas una pluma roja y una negra para usar con el registrador.
- 23) Retirar del compartimiento de la muestra cualquier celda, atenuador u objeto interpuesto en los haces de radiación IR.
- 24) Colocar el atenuador AT3R en el rayo de referencia, marcado como "R", usando el soporte que a tal fin está situado sobre el lado izquierdo del compartimiento de la muestra; no usar el soporte central, destinado a contener a las celdas.

Seguir con las instrucciones que figuran en 7.1. .

7. ANALISIS DE MUESTRAS DE AGUA PESADA

En este Capítulo se describen paso a paso las operaciones para analizar muestras de agua pesada por espectrometría en el infrarrojo, ya sean éstas muestras de planta tratadas de concentración incógnita o patrones de trabajo para hacer rectas de calibración.

SE RECOMIENDA NO ALTERAR EL ORDEN DE LAS OPERACIONES Y MANTENER UN BUEN CONTROL SOBRE LOS TIEMPOS Y LAS TEMPERATURAS INDICADAS

7.1. Tareas preliminares

A continuación se describen operaciones comunes a los 3 ámbitos de trabajo, que deben realizarse antes de comenzar a hacer los análisis.

- 1) Ajustar el equipo IR de acuerdo a 6.2., 6.3. ó 6.4., dependiendo del ámbito de concentraciones que se deseen medir.
- 2) Comprobar que el sensor del termómetro descrito en 2.2. esté ubicado dentro del compartimiento de la muestra en su parte central, entrando al mismo desde su parte de atrás. Se debe poder abrir, mantener abierta y cerrar bien la tapa de acrílico, y por supuesto el sensor no debe interceptar ninguno de los dos haces de radiación IR.
- 3) Comprobar que el sensor esté conectado al termómetro y que el termómetro lo esté a la línea de alimentación a través de su adaptador.
- 4) Poner en funcionamiento el termómetro.
- 5) Cerrar parcialmente el compartimiento de la muestra mediante su tapa de acrílico.

- 6) Presionar el botón 12 (PEN) de la botonera MODE. Este botón se ilumina. Es necesario que el compartimiento de la muestra esté a 32.0 ± 0.2 °C para poder empezar a hacer los análisis. Para ello, esperar 1 hora si el equipo no ha sido operado durante toda la noche; si ha sido operado en otro momento del día, tal vez alcance con dejarlo 30 minutos; puede darse el caso que sea necesario ventilar el compartimiento de la muestra si la temperatura supera la citada.
- 7) Comprobar que dentro de la estufa estén ubicadas las jeringas J1 a J4 y JR con sus agujas, desarmadas y en su lugar.
- 8) Mientras el equipo IR toma la temperatura adecuada, encender la estufa y regularla de manera que la temperatura de corte sea 130-140 °C.
- 9) Tener listo para ser usado el cronómetro, descrito en 2.8. .
- 10) Hacer sobre el papel las inscripciones que correspondan, teniendo en cuenta lo dicho en 5.5.1. y 5.5.2. .
- 11) Quince minutos antes de comenzar a hacer los análisis, y estando ya el compartimiento de la muestra a 32.0 ± 0.2 °C, sacar las jeringas J1 y J2 con sus agujas para que se enfríen (también sacar la JR si se van a hacer análisis en el A1).
- 12) Mientras se enfrían las jeringas, colocar en el haz de la muestra la celda que corresponda al ámbito de las MAP que se van a analizar, y dejarla durante 3 minutos (de ahora en adelante, medir todos los tiempos con el cronómetro y mantener la tapa del compartimiento de la muestra semiabierta). Si se van a hacer análisis en el A1, hacer lo mismo (en operación simultánea) con la CR, colocándola en el haz de referencia.

- 13) Al cabo de los 3 minutos la temperatura en el compartimiento de la muestra tendría que ser 33.0 ± 0.3 °C; sacar la o las celdas y dejarlas sobre la mesada durante 2 minutos.
- 14) Repetir los pasos 12) y 13) dos veces más, cuidando que al momento de introducir las celdas en el compartimiento de la muestra la temperatura sea 32.0 ± 0.2 °C.

Llegado este punto ya se está en condiciones de empezar a hacer los análisis. Seguir con 7.2., 7.3. ó 7.4, de acuerdo al ámbito de concentraciones a medir.

Es necesario destacar aquí que con respecto a los tiempos y su forma de medirlos se adoptó la siguiente convención:

- los minutos son simbolizados con un apóstrofe (') y los segundos con comillas ("); así, 3 minutos 50 segundos se simbolizan 3'50"
- la operación "poner el cronómetro en cero" lleva implícita las siguientes: detener el funcionamiento del cronómetro, llevar su lectura a cero y ponerlo en marcha nuevamente.

7.2. Análisis en el ámbito 1

- 1) Realizar las operaciones descritas en 7.1. .
- 2) Armar la JR y llenar la CR con AD según la técnica descrita en 5.1.. Una vez hecho esto, dejar la JR sobre la mesada de trabajo para posteriores usos.

- 3) Armar la J1 y llenar la C1 con una MAP según la técnica descrita en 5.1. .
- 4) Introducir ambas celdas en el compartimiento de la muestra, que está a 32.0 ± 0.2 °C, y dejarlas en los soportes correspondientes durante 3.5 minutos. Comenzar a medir tiempos con el cronómetro y mantener la tapa del compartimiento semiabierta.
- 5) Mientras tanto poner a secar la J1 y sacar la J3 de la estufa.
- 6) Antes que la lectura en el cronómetro sea 3'20" hacer lo siguiente:
 - a) colocar una pluma roja en el soporte del registrador
 - b) ubicar la pluma sobre el papel; hacerlo de manera tal que el trazo comience en la primera línea fina inmediatamente superior a una línea gruesa (ver Fig. 1)
 - c) llevar el selector 27 (PERIOD) a la posición "2 sec"
 - d) comprobar que la lectura en la ventana 7 (WAVENUMBER cm^{-1}) sea "2800"; si no es así, forzar algo la perilla 9 (WAVENUMBER ADJUST) hasta llevarla al valor correcto
 - e) comprobar que la lectura en la ventana 8 (SLIT-mm) sea "1"; si no es así, girar un poco la perilla 1 (SLIT ADJUST) hasta llevarla al valor correcto
 - f) llevar el selector 28 (SERIAL/OVERLAY) a la posición "OVERLAY".
- 7) Cuando la lectura en el cronómetro sea 3'30" apretar el botón 31 (START). Esta operación inicia el barrido, poniéndose en marcha el registrador del equipo IR; la temperatura en el compartimiento de la muestra tendría que ser 33.5 ± 0.3 °C.
- 8) Cuando el equipo termina de medir, esperar que el monocromador retorne al punto de partida.

- 9) Llevar el selector 27 (PERIOD) a la posición "18 sec".
- 10) Retirar del compartimiento de la muestra las celdas C1 y CR cuando la lectura del cronómetro sea 5'20", dejando abierta la tapa de acrílico hasta que la temperatura en el compartimiento descienda hasta 31.0 ± 0.2 °C; luego cerrar parcialmente la tapa.
- 11) Llenar la CR con AD usando la JR.
- 12) Llenar la C1 con la misma MAP que se usó en 3), usando la J2, a fin de hacer un duplicado. Al terminar de llenar la C1, la lectura en el cronómetro tiene que ser menor que 8'20".
- 13) Introducir ambas celdas en el compartimiento de la muestra, que debe estar a 32.0 ± 0.2 °C, cuando la lectura en el cronómetro sea 8'30", y dejarlas en los soportes correspondientes durante 3.5 minutos. Poner el cronómetro en cero y mantener la tapa del compartimiento semiabierta.
- 14) Mientras tanto, poner a secar la J2 y sacar la J4 de la estufa.
- 15) Antes que la lectura en el cronómetro sea 3'20", hacer lo siguiente:
 - a) cambiar la pluma roja del registrador por una negra
 - b) llevar el selector 27 (PERIOD) a la posición "2 sec"
 - c) comprobar que la nueva pluma esté ubicada al comienzo del trazo rojo obtenido anteriormente
 - d) comprobar que la lectura en la ventana 7 (WAVENUMBER cm^{-1}) sea "2800"; si no es así, forzar algo la perilla 9 (WAVENUMBER ADJUST) hasta llevarla al valor correcto
 - e) comprobar que la lectura en la ventana 8 (SLIT-mm) sea "1"; si no es así, girar un poco la perilla 1 (SLIT ADJUST) hasta llevarla al valor correcto

- f) llevar el selector 28 (SERIAL/OVERLAY) a la posición "SERIAL".
- 16) Cuando la lectura en el cronómetro sea 3'30" apretar el botón 31 (START); la temperatura en el compartimiento de la muestra tendría que ser 33.5 ± 0.3 °C.
- 17) Cuando el equipo termina de medir, esperar que el monocromador retorne al punto de partida.
- 18) Llevar el selector 27 (PERIOD) a la posición "18 sec".
- 19) Retirar del compartimiento de la muestra las celdas C1 y CR cuando la lectura del cronómetro sea 5'20", dejando abierta la tapa de acrílico hasta que la temperatura en el compartimiento descienda hasta 31.0 ± 0.2 °C; luego cerrar parcialmente la tapa.
- 20) Hacer sobre el papel la identificación de los registros obtenidos, escribiendo en la extrema izquierda el número del PT o de la MT analizada.
- 21) Llenar la CR con AD usando la JR.
- 22) Llenar la C1 con una nueva MAP, usando la J3. Al terminar de llenar la C1, la lectura en el cronómetro tiene que ser menor que 8'20".
- 23) Introducir ambas celdas en el compartimiento de la muestra, que debe estar a 32.0 ± 0.2 °C, cuando la lectura en el cronómetro sea 8'30", y dejarlas en los soportes correspondientes durante 3.5 minutos. Poner el cronómetro en cero y mantener la tapa del compartimiento semiabierta.
- 24) Mientras tanto, poner a secar la J3 y sacar la J1 de la estufa.
- 25) Antes que la lectura en el cronómetro sea 3'20" hacer lo siguiente:

- a) colocar una pluma roja en el soporte del registrador
 - b) ubicar la pluma sobre el papel; hacerlo de manera tal que el trazo comience en la primera línea fina inmediatamente superior a una línea gruesa y en la pulgada contigua al último registro
 - c) llevar el selector 27 (PERIOD) a la posición "2 sec"
 - d) comprobar que la lectura en la ventana 7 (WAVENUMBER cm^{-1}) sea "2800"; si no es así, forzar algo la perilla 9 (WAVENUMBER ADJUST) hasta llevarla al valor correcto
 - e) comprobar que la lectura en la ventana 8 (SLIT-mm) sea "1"; si no es así, girar un poco la perilla 1 (SLIT ADJUST) hasta llevarla al valor correcto
 - f) llevar el selector 28 (SERIAL/OVERLAY) a la posición "OVERLAY".
- 26) Cuando la lectura en el cronómetro sea 3'30" apretar el botón 31 (START); la temperatura en el compartimiento de la muestra tendría que ser 33.5 ± 0.3 °C.
- 27) Cuando el equipo termina de medir, esperar que el monocromador retorne al punto de partida.
- 28) Llevar el selector 27 (PERIOD) a la posición "18 sec".
- 29) Retirar del compartimiento de la muestra las celdas C1 y CR cuando la lectura del cronómetro sea 5'20", dejando abierta la tapa de acrílico hasta que la temperatura en el compartimiento descienda hasta 31.0 ± 0.2 °C; luego cerrar parcialmente la tapa.
- 30) Llenar la CR con AD usando la JR.
- 31) Llenar la C1 con la misma MAP que se usó en 22), usando la J4, a fin de hacer un duplicado. Al terminar de llenar la C1, la lectura en el cronómetro tiene que ser menor que 8'20".

- 32) Introducir ambas celdas en el compartimiento de la muestra, que debe estar a 32.0 ± 0.2 °C, cuando la lectura en el cronómetro sea 8'30", y dejarlas en los soportes correspondientes durante 3.5 minutos. Poner el cronómetro en cero y mantener la tapa del compartimiento semiabierta.
- 33) Mientras tanto, poner a secar la J4 y sacar la J2 de la estufa.
- 34) Antes que la lectura en el cronómetro sea 3'20" hacer lo siguiente:
- a) cambiar la pluma roja del registrador por una negra
 - b) llevar el selector 27 (PERIOD) a la posición "2 sec"
 - c) comprobar que la nueva pluma esté ubicada al comienzo del trazo rojo obtenido anteriormente
 - d) comprobar que la lectura en la ventana 7 (WAVENUMBER cm^{-1}) sea "2800"; si no es así, forzar algo la perilla 9 (WAVENUMBER ADJUST) hasta llevarla al valor correcto
 - e) comprobar que la lectura en la ventana 8 (SLIT-mm) sea "1"; si no es así, girar un poco la perilla 1 (SLIT ADJUST) hasta llevarla al valor correcto
 - f) llevar el selector 28 (SERIAL/OVERLAY) a la posición "SERIAL".
- 35) Cuando la lectura en el cronómetro sea 3'30" apretar el botón 31 (START); la temperatura en el compartimiento de la muestra tendría que ser 33.5 ± 0.3 °C .
- 36) Cuando el equipo termina de medir esperar que el monocromador retorne al punto de partida.
- 37) Llevar el selector 27 (PERIOD) a la posición "18 sec".
- 38) Retirar del compartimiento de la muestra las celdas C1 y CR cuando la lectura del cronómetro sea 5'20", dejando abierta la tapa de acrílico hasta que la temperatura en el compartimiento descienda hasta 31.0 ± 0.2 °C; luego cerrar parcialmente la tapa.

- 39) Hacer sobre el papel la identificación de los registros obtenidos, escribiendo en la extrema izquierda el número del PT o de la MT analizada.
- 40) Para seguir analizando otras MAP, ir al paso 2) y continuar la secuencia hasta completar el ciclo con el paso 39).
- 41) Una vez terminadas de analizar todas las MAP correspondientes al A1, presionar el botón 10 (STBY) y guardar las celdas C1 y CR.
- 42) Si se siguen haciendo análisis en otros ámbitos, seguir las instrucciones 7.1. .
- 43) Si no se van a hacer más análisis, guardar todas las jeringas desarmadas en la estufa y apagarla . Seguir con la Sección 8.1. para interpretar los registros obtenidos.

En caso que por alguna razón los análisis se viesan interrumpidos por más de 10 minutos, volver a hacer el preacondicionamiento de las celdas C1 y CR como se explicó en 7.1., pasos 12) a 14).

En caso que por alguna razón se deba interrumpir el análisis durante la operación de barrido, pasos 7), 16), 26) ó 35), detener el funcionamiento del espectrómetro llevando el selector 29 (llave selectora del modo de barrido repetitivo) a la posición "OFF"; para volver a las condiciones previas al barrido, hacer lo siguiente:

- a) llevar el selector 27 (PERIOD) a la posición "18 sec"
- b) retirar del compartimiento de la muestra las celdas C1 y CR
- c) girar la perilla 9 (WAVENUMBER ADJUST) hasta que en la ventana 7 (WAVENUMBER cm^{-1}) aparezca "3000"; a continuación girar muy suavemente la perilla 9 de manera que en la ventana se lea exactamente "2800"

- d) llevar el selector 29 (llave selectora del modo del barrido repetitivo) a la posición "MAN"
- e) si la interrupción resulta prolongada, volver a hacer el preacondicionamiento de las celdas C1 y CR como se explicó en 7.1, pasos 12) a 14)
- f) llenar la CR con AD y la C1 con la MAP que estaba siendo analizada; esta última operación se hace mediante la jeringa que esté fría, lista para usar en el llenado
- g) volver a la etapa en que se introducen las celdas en el compartimiento de la muestra, pasos 4), 13), 23) ó 32) de la presente técnica, según corresponda, y seguir adelante con el análisis,

7.3. Análisis en el ámbito 2

- 1) Realizar las operaciones descritas en 7.1. .
- 2) Armar la J1 y llenar la C2 con una MAP según la técnica descrita en 5.1. .
- 3) Introducir la celda en el compartimiento de la muestra, que está a 32 ± 0.2 °C, y dejarla en el soporte correspondiente durante 3.5 minutos. Comenzar a medir tiempos con el cronómetro y mantener la tapa del compartimiento semiabierta.
- 4) Mientras tanto, poner a secar la J1 y sacar la J3 de la estufa.
- 5) Antes que la lectura en el cronómetro sea 3'20" hacer lo siguiente:
 - a) colocar una pluma roja en el soporte del registrador
 - b) ubicar la pluma sobre el papel; hacerlo de manera tal que el trazo comience sobre una línea gruesa

- c) comprobar que la lectura en la ventana 7 (WAVENUMBER cm^{-1}) sea "2750"; si no es así, forzar algo la perilla 9 (WAVENUMBER ADJUST) hasta llevarla al valor correcto
 - d) comprobar que la lectura en la ventana 8 (SLIT-mm) sea ".95"; si no es así, girar un poco la perilla 1 (SLIT ADJUST) hasta llevarla al valor correcto
 - e) colocar la llave 17 (SB/DB) en la posición "DB"
 - f) llevar el selector 22 (CHART FORMAT) a la posición "IR 9,12".
-
- 6) Cuando la lectura en el cronómetro sea 3'30" apretar el botón 31 (START). Esta operación inicia el barrido, poniéndose en marcha el registrador del equipo IR; la temperatura en el compartimiento de la muestra tendría que ser 33.5 ± 0.3 °C.
 - 7) Cuando el equipo termina de medir, esperar que el monocromador retorne al punto de partida.
 - 8) Llevar el selector 22 (CHART FORMAT) a la posición "IR 18,20".
 - 9) Colocar la llave 17 (SB/DB) en la posición "SB".
 - 10) Retirar del compartimiento de la muestra la celda C2 cuando la lectura en el cronómetro sea 4'10", dejando abierta la tapa de acrílico hasta que la temperatura en el compartimiento descienda hasta 31.0 ± 0.2 °C; luego cerrar parcialmente la tapa.
 - 11) Llenar la C2 con la misma MAP que se usó en 2), usando la J2, a fin de hacer un duplicado. Al terminar de llenar la C2, la lectura en el cronómetro tiene que ser menor que 5'50".
 - 12) Introducir la celda en el compartimiento de la muestra, que debe estar a 32.0 ± 0.2 °C, cuando la lectura en el cronómetro sea 6'00", y dejarla en el soporte correspondiente durante 3.5 minutos. Poner el cronómetro en cero y mantener la tapa del compartimiento semiabierta.

- 13) Mientras tanto, poner a secar la J2 y sacar la J4 de la estufa.
- 14) Antes que la lectura en el cronómetro sea 3'20" hacer lo siguiente:
 - a) cambiar la pluma roja del registrador por una negra
 - b) enrollar un poco de papel y luego desenrollarlo lentamente, de manera que la nueva pluma quede ubicada exactamente al comienzo del trazo rojo obtenido anteriormente
 - c) comprobar que la lectura en la ventana 7 (WAVENUMBER cm^{-1}) sea "2750"; si no es así, forzar algo la perilla 9 (WAVENUMBER ADJUST) hasta llevarla al valor correcto
 - d) comprobar que la lectura en la ventana 8 (SLIT-mm) sea ".95"; si no es así, girar un poco la perilla 1 (SLIT ADJUST) hasta llevarla al valor correcto
 - e) colocar la llave 17 (SB/DB) en la posición "DB"
 - f) llevar el selector 22 (CHART FORMAT) a la posición "IR 9,12".
- 15) Cuando la lectura en el cronómetro sea 3'30" apretar el botón 31 (START); la temperatura en el compartimiento de la muestra tendría que ser 33.5 ± 0.3 °C.
- 16) Cuando el equipo termina de medir, esperar que el monocromador retorne al punto de partida.
- 17) Llevar el selector 22 (CHART FORMAT) a la posición "IR 18,20".
- 18) Colocar la llave 17 (SB/DB) en la posición "SB".
- 19) Retirar del compartimiento de la muestra la celda C2 cuando la lectura del cronómetro sea 4'10", dejando abierta la tapa de acrílico hasta que la temperatura en el compartimiento descienda hasta 31.0 ± 0.2 °C; luego cerrar parcialmente la tapa.
- 20) Hacer sobre el papel la identificación de los registros obtenidos, escribiendo el número del PT o de la MT analizada.

- 21) Llenar la C2 con una nueva MAP, usando la J3. Al terminar de llenar la C2, la lectura en el cronómetro tiene que ser menor que 5'50".
- 22) Introducir la celda en el compartimiento de la muestra, que debe estar a 32.0 ± 0.2 °C, cuando la lectura en el cronómetro sea 6'00" y dejarla en el soporte correspondiente durante 3.5 minutos. Poner el cronómetro en cero y mantener la tapa del compartimiento semiabierta.
- 23) Mientras tanto, poner a secar la J3 y sacar la J1 de la estufa.
- 24) Antes que la lectura en el cronómetro sea 3'20" hacer lo siguiente:
 - a) colocar una pluma roja en el soporte del registrador
 - b) ubicar la pluma sobre el papel; hacerlo de manera tal que el trazo comience sobre una línea gruesa y en la pulgada contigua al último registro si se analizan MT; si se pasan PT, la pluma debe quedar ubicada exactamente al comienzo del registro anterior
 - c) comprobar que la lectura en la ventana 7 (WAVENUMBER cm^{-1}) sea "2750"; si no es así, forzar algo la perilla 9 (WAVENUMBER ADJUST) hasta llevarla al valor correcto
 - d) comprobar que la lectura en la ventana 8 (SLIT-mm) sea ".95"; si no es así, girar un poco la perilla 1 (SLIT ADJUST) hasta llevarla al valor correcto
 - e) colocar la llave 17 (SB/DB) en la posición "DB"
 - f) llevar el selector 22 (CHART FORMAT) a la posición "IR 9,12".
- 25) Cuando la lectura en el cronómetro sea 3' 30" apretar el botón 31 (START); la temperatura en el compartimiento de la muestra tendría que ser 33.5 ± 0.3 °C.
- 26) Cuando el equipo termina de medir, esperar que el monocromador retorne al punto de partida.

- 27) Llevar el selector 22 (CHART FORMAT) a la posición "IR 18,20".
- 28) Colocar la llave 17 (SB/DB) en la posición "SB".
- 29) Retirar del compartimiento de la muestra la celda C2 cuando la lectura en el cronómetro sea 4'10", dejando abierta la tapa de acrílico hasta que la temperatura en el compartimiento descienda hasta 31.0 ± 0.2 °C; luego cerrar parcialmente la tapa.
- 30) Llenar la C2 con la misma MAP que se usó en 21), usando la J4, a fin de hacer un duplicado. Al terminar de llenar la C2, la lectura en el cronómetro tiene que ser menor que 5'50".
- 31) Introducir la celda en el compartimiento de la muestra, que debe estar a 32.0 ± 0.2 °C, cuando la lectura en el cronómetro sea 6'00", y dejarla en el soporte correspondiente durante 3.5 minutos. Poner el cronómetro en cero y mantener la tapa del compartimiento semiabierta.
- 32) Mientras tanto, poner a secar la J4 y sacar la J2 de la estufa.
- 33) Antes que la lectura en el cronómetro sea 3'20" hacer lo siguiente:
 - a) cambiar la pluma roja del registrador por una negra
 - b) enrollar un poco de papel y luego desenrollarlo lentamente, de manera que la nueva pluma quede ubicada exactamente al comienzo del trazo rojo obtenido anteriormente
 - c) comprobar que la lectura en la ventana 7 (WAVENUMBER cm^{-1}) sea "2750"; si no es así, forzar algo la perilla 9 (WAVENUMBER ADJUST) hasta llevarla al valor correcto
 - d) comprobar que la lectura en la ventana 8 (SLIT-mm) sea ".95"; si no es así, girar un poco la perilla 1 (SLIT ADJUST) hasta llevarla al valor correcto
 - e) colocar la llave 17 (SB/DB) en la posición "DB"
 - f) llevar el selector 22 (CHART FORMAT) a la posición "IR 9,12".

- 34) Cuando la lectura en el cronómetro sea 3'30" apretar el botón 31 (START); la temperatura en el compartimiento de la muestra tendría que ser 33.5 ± 0.3 °C.
- 35) Cuando el equipo termina de medir, esperar que el monocromador retorne al punto de partida.
- 36) Llevar el selector 22 (CHART FORMAT) a la posición "IR 18,20".
- 37) Colocar la llave 17 (SB/DB) en la posición "SB".
- 38) Retirar del compartimiento de la muestra la celda C2 cuando la lectura en el cronómetro sea 4'10", dejando abierta la tapa de acrílico hasta que la temperatura en el compartimiento descienda hasta 31.0 ± 0.2 °C; luego cerrar parcialmente la tapa.
- 39) Hacer sobre el papel la identificación de los registros obtenidos, escribiendo el número del PT o de la MT analizada.
- 40) Para seguir analizando otras MAP, ir al paso 2) y continuar la secuencia hasta completar el ciclo con el paso 39).
- 41) Una vez terminadas de analizar todas las MAP correspondientes al A2, presionar el botón 10 (STBY) y guardar la celda C2.
- 42) Si se siguen haciendo análisis en otros ámbitos, seguir las instrucciones 7.1. .
- 43) Si no se van a hacer más análisis, guardar todas las jeringas desarmadas en la estufa y apagarla. Seguir con la Sección 8.2. para interpretar los registros obtenidos.

En caso que por alguna razón los análisis se viesen interrumpidos por más de 10 minutos, volver a hacer el preacondicionamiento de la celda C2 como se explicó en 7.1., -pasos 12) a 14).

En caso que por alguna razón se deba interrumpir el análisis durante la operación de barrido, pasos 6), 15), 25), ó 34), detener el funcionamiento del espectrómetro llevando el selector 29 (llave selectora del modo de barrido repetitivo) a la posición "OFF"; para volver a las condiciones previas al barrido, hacer lo siguiente:

- a) llevar el selector 22 (CHART FORMAT) a la posición "IR 18,20"
- b) colocar la llave 17 (SB/DB) en la posición "SB"
- c) retirar del compartimiento de la muestra la celda C2
- d) girar la perilla 9 (WAVENUMBER ADJUST) hasta que en la ventana 7 (WAVENUMBER cm^{-1}) aparezca "3000"; a continuación girar muy suavemente la perilla 9 de manera que en la ventana 7 se lea exactamente "2750"
- e) llevar el selector 29 (llave selectora del modo del barrido repetitivo) a la posición "MAN"
- f) si la interrupción resulta prolongada, volver a hacer el preacondicionamiento de la celda C2 como se explicó en 7.1. pasos 12) a 14).
- g) llenar la C2 con la MAP que estaba siendo analizada; esta última operación se hace mediante la jeringa que esté fría, lista para usar en el llenado
- h) volver a la etapa en que se introduce la celda en el compartimiento de la muestra, pasos 3), 12), 22) ó 31) de la presente técnica según corresponda, y seguir adelante con el análisis.

7.4. Análisis en el ámbito 3

- 1) Realizar las operaciones descritas en 7.1. .
- 2) Armar la J1 y llenar la C3 con una MAP según la técnica descrita en 5.1. .
- 3) Introducir la celda en el compartimiento de la muestra, que está a 32.0 ± 0.2 °C, y dejarla en el soporte correspondiente durante 3.5 minutos. Comenzar a medir tiempos con el cronómetro y mantener la tapa del compartimiento semiabierta.

- 4) Mientras tanto, poner a secar la J1 y sacar la J3 de la estufa.
- 5) Antes que la lectura en el cronómetro sea 3'20" hacer lo siguiente:
 - a) colocar una pluma roja en el soporte del registrador
 - b) ubicar la pluma sobre el papel; hacerlo de manera tal que el trazo comience seis líneas finas más arriba a una línea gruesa (ver Fig.2)
 - c) comprobar que la lectura en la ventana 7 (WAVENUMBER cm^{-1}) sea "2770"; si no es así, forzar algo la perilla 9 (WAVENUMBER ADJUST) hasta llevarla al valor correcto
 - d) comprobar que la lectura en la ventana 8 (SLIT-mm) sea ".95"; si no es así, girar un poco la perilla 1 (SLIT ADJUST) hasta llevarla al valor correcto
 - e) colocar la llave 17 (SB/DB) en la posición "DB"
 - f) llevar el selector 22 (CHART FORMAT) a la posición "IR 9,12".
- 6) Cuando la lectura en el cronómetro sea 3'30" apretar el botón 31 (START). Esta operación inicia el barrido, poniéndose en marcha el registrador del equipo IR; la temperatura en el compartimiento de la muestra tendría que ser 33.5 ± 0.3 °C.
- 7) Cuando el equipo termina de medir, esperar que el monocromador retorne al punto de partida.
- 8) Llevar el selector 22 (CHART FORMAT) a la posición "IR 18,20".
- 9) Colocar la llave 17 (SB/DB) en la posición "SB".
- 10) Retirar del compartimiento de la muestra la celda C3 cuando la lectura en el cronómetro sea 4'00", dejando abierta la tapa de acrílico hasta que la temperatura en el compartimiento descienda hasta 31.0 ± 0.2 °C; luego cerrar parcialmente la tapa.

- 11) Llenar la C3 con la misma MAP que se usó en 2), usando la J2, a fin de hacer un duplicado. Al terminar de llenar la C3, la lectura en el cronómetro tiene que ser menor que 5'50".
- 12) Introducir la celda en el compartimiento de la muestra, que debe estar a 32.0 ± 0.2 °C, cuando la lectura en el cronómetro sea 6'00", y dejarla en el soporte correspondiente durante 3.5 minutos. Poner el cronómetro en cero y mantener la tapa del compartimiento semiabierta.
- 13) Mientras tanto, poner a secar la J2 y sacar la J4 de la estufa.
- 14) Antes que la lectura en el cronómetro sea 3'20" hacer lo siguiente:
 - a) cambiar la pluma roja del registrador por una negra
 - b) enrollar un poco de papel y luego desenrollarlo lentamente, de manera que la nueva pluma quede ubicada exactamente al comienzo del trazo rojo obtenido anteriormente
 - c) comprobar que la lectura en la ventana 7 (WAVENUMBER cm^{-1}) sea "2770"; si no es así, forzar algo la perilla 9 (WAVENUMBER ADJUST) hasta llevarla al valor correcto
 - d) comprobar que la lectura en la ventana 8 (SLIT-mm) sea ".95"; si no es así, girar un poco la perilla 1 (SLIT ADJUST) hasta llevarla al valor correcto
 - e) colocar la llave 17 (SB/DB) en la posición "DB"
 - f) llevar el selector 22 (CHART FORMAT) a la posición "IR 9,12".
- 15) Cuando la lectura en el cronómetro sea 3'30" apretar el botón 31 (START); la temperatura en el compartimiento de la muestra tendría que ser 33.5 ± 0.3 °C.
- 16) Cuando el equipo termina de medir, esperar que el monocromador retorne al punto de partida.
- 17) Llevar el selector 22 (CHART FORMAT) a la posición "IR 18,20".

- 18) Colocar la llave 17 (SB/DB) en la posición "SB".
- 19) Retirar del compartimiento de la muestra la celda C3 cuando la lectura en el cronómetro sea 4'00", dejando abierta la tapa de acrílico hasta que la temperatura en el compartimiento descienda hasta 31.0 ± 0.2 °C; luego cerrar parcialmente la tapa.
- 20) Hacer sobre el papel la identificación de los registros obtenidos, escribiendo el número del PT o de la MT analizada.
- 21) Llenar la C3 con una nueva MAP, usando la J3. Al terminar de llenar la C3, la lectura en el cronómetro tiene que ser menor que 5'50".
- 22) Introducir la celda en el compartimiento de la muestra, que debe estar a 32.0 ± 0.2 °C, cuando la lectura en el cronómetro sea 6'00", y dejarla en el soporte correspondiente durante 3.5 minutos. Poner el cronómetro en cero y mantener la tapa del compartimiento semiabierta.
- 23) Mientras tanto, poner a secar la J3 y sacar la J1 de la estufa.
- 24) Antes que la lectura en el cronómetro sea 3'20" hacer lo siguiente:
 - a) colocar una pluma roja en el soporte del registrador
 - b) ubicar la pluma sobre el papel; hacerlo de manera tal que el trazo comience seis líneas finas más arriba a una línea gruesa y en la pulgada contigua al último registro si se analizan MT; si se pasan PT, la pluma debe quedar ubicada exactamente al comienzo del registro anterior (ver Fig. 2)
 - c) comprobar que la lectura en la ventana 7 (WAVENUMBER cm^{-1}) sea "2770"; si no es así, forzar algo la perilla 9 (WAVENUMBER ADJUST) hasta llevarla al valor correcto
 - d) comprobar que la lectura en la ventana 8 (SLIT-mm) sea ".95"; si no es así, girar un poco la perilla 1 (SLIT ADJUST) hasta llevarla al valor correcto
 - e) colocar la llave 17 (SB/DB) en la posición "DB".
 - f) llevar el selector 22 (CHART FORMAT) a la posición "IR 9,12".

- 25) Cuando la lectura en el cronómetro sea 3'30" apretar el botón 31 (START); la temperatura en el compartimiento de la muestra tendría que ser 33.5 ± 0.3 °C.
- 26) Cuando el equipo termina de medir, esperar que el monocromador retorne al punto de partida.
- 27) Llevar el selector 22 (CHART FORMAT) a la posición "IR 18,20".
- 28) Colocar la llave 17 (SB/DB) en la posición "SB".
- 29) Retirar del compartimiento de la muestra la celda C3 cuando la lectura en el cronómetro sea 4'00", dejando abierta la tapa de acrílico hasta que la temperatura en el compartimiento descienda hasta 31.0 ± 0.2 °C; luego cerrar parcialmente la tapa.
- 30) Llenar la C3 con la misma MAP que se usó en 21), usando la J4, a fin de hacer un duplicado. Al terminar de llenar la C3, la lectura en el cronómetro tiene que ser menor que 5'50".
- 31) Introducir la celda en el compartimiento de la muestra, que debe estar a 32.0 ± 0.2 °C, cuando la lectura en el cronómetro sea 6'00", y dejarla en el soporte correspondiente durante 3.5 minutos. Poner el cronómetro en cero y mantener la tapa del compartimiento semi-abierta.
- 32) Mientras tanto, poner a secar la J4 y sacar la J2 de la estufa.
- 33) Antes que la lectura en el cronómetro sea 3'20" hacer lo siguiente:
 - a) cambiar la pluma roja del registrador por una negra
 - b) enrollar un poco de papel y luego desenrollarlo lentamente, de manera que la nueva pluma quede ubicada exactamente al comienzo del trazo rojo obtenido anteriormente

- c) comprobar que la lectura en la ventana 7 (WAVENUMBER cm^{-1}) sea "2770"; si no es así, forzar algo la perilla 9 (WAVENUMBER ADJUST) hasta llevarla al valor correcto
 - d) comprobar que la lectura en la ventana 8 (SLIT-mm) sea ".95"; si no es así, girar un poco la perilla 1 (SLIT ADJUST) hasta llevarla al valor correcto
 - e) colocar la llave 17 (SB/DB) en la posición "DB"
 - f) llevar el selector 22 (CHART FORMAT) a la posición "IR 9,12".
- 34) Cuando la lectura en el cronómetro sea 3'30" apretar el botón 31 (START); la temperatura en el compartimiento de la muestra tendría que ser 33.5 ± 0.3 °C.
- 35) Cuando el equipo termina de medir, esperar que el monocromador retorne al punto de partida.
- 36) Llevar el selector 22 (CHART FORMAT) a la posición "IR 18,20".
- 37) Colocar la llave 17 (SB/DB) en la posición "SB".
- 38) Retirar del compartimiento de la muestra la celda C3 cuando la lectura en el cronómetro sea 4'00", dejando abierta la tapa de acrílico hasta que la temperatura en el compartimiento descienda hasta 31.0 ± 0.2 °C; luego cerrar parcialmente la tapa.
- 39) Hacer sobre el papel la identificación de los registros obtenidos, escribiendo el número del PT o de la MT analizada.
- 40) Para seguir analizando otras MAP, ir al paso 2) y continuar la secuencia hasta completar el ciclo con el paso 39).
- 41) Una vez terminadas de analizar todas las MAP correspondientes al A3, presionar el botón 10 (STBY) y guardar la celda C3.

- 42) Si se siguen haciendo análisis en otros ámbitos, seguir las instrucciones 7.1. .
- 43) Si no se van a hacer más análisis, guardar todas las jeringas desarmadas en la estufa y apagarla. Seguir con la sección 8.2. para interpretar los registros obtenidos.

En caso que por alguna razón los análisis se viesen interrumpidos por más de 10 minutos, volver a hacer el preacondicionamiento de la celda C3 como se explicó en 7.1., pasos 12) a 14).

En caso que por alguna razón se deba interrumpir el análisis durante la operación de barrido, pasos 6), 15), 25) ó 34), detener el funcionamiento del espectrómetro llevando el selector 29 (llave selectora del modo de barrido repetitivo) a la posición OFF; para volver a las condiciones previas al barrido hacer lo siguiente:

- a) llevar el selector 22 (CHART FORMAT) a la posición "IR 18,20"
- b) colocar la llave 17 (SB/DB) en la posición "SB"
- c) retirar del compartimiento de la muestra la celda C3
- d) girar la perilla 9 (WAVENUMBER ADJUST) hasta que en la ventana 7 (WAVENUMBER cm^{-1}) aparezca "3000"; a continuación girar muy suavemente la perilla 9 de manera que en la ventana 7 se lea exactamente "2770"
- e) llevar el selector 29 (llave selectora del modo de barrido repetitivo) a la posición "MAN"
- f) si la interrupción resulta prolongada, volver a hacer el preacondicionamiento de la celda C3 como se explicó en 7.1., pasos 12) a 14)
- g) llenar la C3 con la MAP que estaba siendo analizada; esta última operación se hace mediante la jeringa que esté fría, lista para usar en el llenado
- h) Volver a la etapa en que se introduce la celda en el compartimiento de la muestra, pasos 3), 12), 22) ó 31) de la presente técnica, según corresponda, y seguir adelante con el análisis.

8. INTERPRETACION DE LOS REGISTROS

En base al registro obtenido al analizar las muestras de planta tratadas es posible obtener su concentración incógnita. Para ello hay que hacer una transformación entre las unidades de la escala del papel y las unidades que se usarán luego en el tratamiento de los resultados.

Es importante que el operador esté entrenado en la lectura sobre el papel del registrador y que tenga en cuenta el espesor del trazo de la pluma; por razones prácticas se toma la lectura en la mitad del espesor del trazo.

Para cada muestra se hacen duplicados, obteniéndose un trazo rojo y otro negro; cada trazo se considera por separado, promediándose luego los resultados. En general la concordancia entre uno y otro trazo es buena, obteniéndose entre ellos diferencias máximas de 1 unidad de la escala del papel; asimismo el trazo no presenta ruido en las condiciones de operación encontradas (ver Fig. 1 y 2). Cualquier anomalía descubierta en cuanto a concordancia de trazos o ruido electrónico debe ser comunicada inmediatamente al encargado de turno.

Todas las anotaciones concernientes a la medición IR deben quedar asentadas en un cuaderno de uso común, con la fecha y las iniciales del operador que las efectúe. Allí figurarán los resultados de cada muestra, la preparación y corrida de patrones de trabajo cuando se hacen rectas de calibración, el tratamiento estadístico de esos resultados y cualquier otra información que pueda resultar de utilidad conocer.

CUALQUIER MODIFICACION DE LAS TECNICAS DE ANALISIS Y LOS
REEMPLAZOS DE PIEZAS EN EL EQUIPO IR DEBERAN ESTAR ASEN-
TADAS CON LA FIRMA DEL SUPERVISOR DE TURNO APROBANDO EL
CAMBIO

En lo que respecta a los registros, se confeccionan tablas cuyo título llevará la información de su contenido, es decir las palabras "MUESTRAS" o "RECTA DE CALIBRACION" y el ámbito de trabajo, además de la fecha y las iniciales del operador.

8.1. Lectura en el ámbito 1

A fin de comprender el procedimiento, ver la Figura 1. En este ámbito la concentración de la MAP está relacionada con la diferencia de absorbancias entre el máximo y mínimo de absorción. Para volcar los resultados obtenidos se prepara una tabla que debe contener las siguientes columnas:

- 1) MT # / PT#
- 2) A_{2R}
- 3) A_{1R}
- 4) y_R
- 5) A_{2N}
- 6) A_{1N}
- 7) y_N
- 8) $\frac{y_N}{y_R}$

El subíndice 1 ó 2 identifica al primer o segundo pico del espectro obtenido, los subíndices R y N al color del trazo, la letra A representa la absorbancia, máxima o mínima según corresponda, leída sobre la escala del papel y el símbolo "y" representa la diferencia entre estas últimas. Hay que tener en cuenta que en el A1 el cero del papel equivale a cero de A y el 100 del papel equivale a $A=1$, por lo que en este ámbito la unidad de escala del papel (U) está representada por :

$$1U \equiv 0.01 A.$$

A manera de ejemplo, los valores que se obtienen de la Figura 1 son :

MT#	A _{2R}	A _{1R}	y _R	A _{2N}	A _{1N}	y _N	$\bar{y}$
057/3	0.456	0.203	0.253	0.456	0.205	0.251	0.252
691/1	0.668	0.213	0.455	0.660	0.209	0.451	0.453

Tener en cuenta que todos los valores de la tabla deben tener 3 cifras significativas.

A partir de $\bar{y}$ es posible obtener la concentración como porcentaje en moles (CPM) de la MT con la ayuda de la calculadora y teniendo los parámetros a y b de la línea de regresión, como se verá en 10.2.

8.2. Lectura en los ámbitos 2 y 3

En estos ámbitos la concentración de la MAP está relacionada con la absorbancia medida en el máximo de la banda obtenida (ver Fig. 2). Para volcar los resultados obtenidos se prepara una tabla que debe contener las siguientes columnas:

- 1) MT# / PT#
- 2) U_R
- 3) %T_R
- 4) y_R
- 5) U_N
- 6) %T_N
- 7) y_N
- 8) $\bar{y}$.

Hay que tener en cuenta que en los A2 y A3 el cero del papel equivale a 50 %T y el 100 del papel equivale a 100 %T, por lo que para transformar U en %T se usa la siguiente fórmula:

$$\%T = U/2 + 50 .$$

La transformación entre %T y absorbancia ("y") se hace a través de la fórmula que los relaciona o más rápidamente con ayuda de una tabla de conversión.

A manera de ejemplo, los valores que se obtienen de la Figura 2 son los siguientes:

PT#	U_R	$\%T_R$	y_R	U_N	$\%T_N$	y_N	$\bar{y}$
1	93.9	96.95	0.0134	94.2	97.10	0.0128	0.0131
6	37.7	68.85	0.1621	38.3	69.15	0.1602	0.1612

En los A2 y A3 el símbolo "y" tiene el significado de absorbancia y no el de diferencia de absorbancias. Tener en cuenta que los valores de U deben tener 3 cifras significativas, mientras que los de %T y los de "y" deben tener 4.

Los cálculos para obtener la CPM de la MT se basan aquí también en $\bar{y}$ (ver 10.2).

9. RECTAS DE CALIBRACION

A fin de obtener las CPM de las MT es necesario tener los parámetros a y b de la recta de regresión, que vincula concentraciones con absorbancias en el ámbito en particular que se analiza. Para poder calcularlos se miden las absorbancias de todos los PT preparados, tratándolas con la calculadora de manera de obtener, además de a y b , otras características de la recta de regresión.

En este Capítulo se ha considerado conveniente no discriminar las operaciones según el ámbito de trabajo; las pequeñas diferencias operativas existentes entre uno y otro ámbito han sido bien remarcadas a fin de que el operador no cometa errores en el manejo de la calculadora.

Para entender qué se está haciendo al presionar las distintas teclas de la calculadora, y para el manejo de los programas de cálculo, consultar las instrucciones para el usuario (User Instructions) correspondientes.

9.1. Regresión lineal

Una vez medidas las absorbancias de todos los PT con la técnica descrita en 7.2. , 7.3. ó 7.4. , hacer una tabla como la que aparece en 8.1. o en 8.2. según el ámbito en que se trabaje. A partir de los valores y_R e y_N es posible calcular la recta de regresión con la calculadora.

Para hacerlo es necesario primero cargar en sus registros 1 a 6 las CPM de los PT usados en la calibración.

9.1.1. Carga de los registros de la calculadora

- 1) Si no lo está, poner la calculadora en funcionamiento llevando la llave de encendido a la posición "ON".
- 2) Comprobar que la llave selectora del modo de operación esté en "RUN" y que la llave selectora del modo de impresión esté en "MAN".
- 3) Presionar "CLx".
- 4) Si se está en el A1 pasar el lado 2 de la Tarjeta #3 .
Si se está en el A2 pasar el lado 1 de la Tarjeta #6 .
Si se está en el A3 pasar el lado 2 de la Tarjeta #6 .
En cualquier caso, cuando el visor se estabiliza aparece "0.00".

La última operación carga en los registros 1 a 6 de la calculadora las CPM de los PT usados en la calibración. Seguir con 9.1.2. sin interrumpir el funcionamiento de la máquina ni cargar otros valores en sus registros.

9.1.2. Cálculo de la recta

- 5) Pasar ambos lados de la Tarjeta #2. Aparece "0.0000" en el visor.
- 6) Presionar "fB". Aparece "1." en el visor.
- 7) Entrar la CPM del PT #1 presionando "RCL 1 ENTER".
- 8) Teclear el valor y_R del PT #1 y presionar "A". Aparece "2." en el visor y se obtiene un registro con la CPM del PT y su absorbancia.

SI SE COMETE ALGUN ERROR EN LAS ENTRADAS, EFECTUAR LA CORRECCION CUANDO SE LLEGUE AL PASO 17).

- 9) Entrar la CPM del PT #2 presionando "RCL 2 ENTER".
- 10) Teclear el valor y_R del PT #2 y presionar "A". Aparece "3." en el visor y se obtiene el registro correspondiente.
- 11) Continuar con los pasos 9) y 10) hasta cargar los 6 pares de valores correspondientes a y_R , llamando siempre al PT por su número; al finalizar estas operaciones aparece "7." en el visor.
- 12) Entrar nuevamente el PT #1 presionando "RCL 1 ENTER".
- 13) Teclear el valor y_N del PT #1 y presionar "A". Aparece "8." en el visor y se obtiene el registro correspondiente.
- 14) Entrar nuevamente el PT #2 presionando "RCL 2 ENTER".
- 15) Teclear el valor y_N del PT #2 y presionar "A". Aparece "9." en el visor y se obtiene el registro correspondiente.
- 16) Continuar con los pasos 14) y 15) hasta cargar los 6 pares de valores correspondientes a y_N , llamando siempre al PT por su número; al finalizar estas operaciones aparece "13." en el visor.
- 17) Avanzar el papel un espacio y revisar los valores impresos; si se encuentra algún error, hacer lo siguiente con cada par mal entrado:
 - a) teclear la CPM del PT del par erróneo y presionar "ENTER"
 - b) teclear el valor "y" del par erróneo y presionar "B"; se imprimen ambos números precedidos por "-1" y aparece "12." en el visor
 - c) teclear nuevamente la CPM en cuestión y presionar "ENTER"
 - d) teclear correctamente la absorbancia en cuestión y presionar "A"; aparece "13." en el visor y se imprimen ambos números.

- 18) Una vez comprobado que están bien cargados todos los pares de valores, presionar "C"; se obtiene una tirilla en la que aparecen, aparte de los valores de las entradas, los siguientes parámetros de la recta de calibración (ver nomenclatura usada al final del trabajo):

1er renglón r^2

2do renglón a

3er renglón b

4to renglón s_0^2

5to renglón s_0

6to renglón $\bar{Y}$

7mo renglón D

8vo renglón $\bar{X}$

- 19) Avanzar el papel, cortar la tirilla, encabezarla con el título "RECTA DE CALIBRACION", identificarla con fecha y ámbito y conservarla para posibles consultas sobre las características de la recta obtenida.

- 20) Presionar "f 0". Aparece "Crd" en el visor.

- 21) Si se está en el A1, pasar el lado 2 de la Tarjeta #3.

Si se está en el A2, pasar el lado 1 de la Tarjeta # 6.

Si se está en el A3, pasar el lado 2 de la Tarjeta #6.

Estas dos últimas operaciones permiten guardar en una tarjeta las características de la línea de regresión obtenida y las CPM de los PT usados en la calibración.

A manera de ejemplo, la tirilla que se obtiene al cargar los pares (5, 140), (6,149), (7,159) y (9,175) con el programa de la Tarjeta # 2, teniendo almacenado el valor "1" en el registro 0, es la siguiente:

5.0000	***
140.0000	***
6.0000	***
149.0000	***
7.0000	***
159.0000	***
9.0000	***
175.0000	***
0.987713	***
96.542857	***
0.771429	***
0.771430	***
0.678311	***
155.750000	***
6.750000	***
6.750000	***

Esta tirilla puede servir para comprobar el funcionamiento del programa y de la máquina. La obtención de una tirilla distinta pondría de manifiesto algún error; en este caso, consultar con el encargado de turno.

Proseguir con 9.2. sin interrumpir el funcionamiento de la calculadora ni cargar otros valores en sus registros.

10. CALCULO DE CONCENTRACIONES DE MUESTRAS TRATADAS

Para finalizar se da en este Capítulo la secuencia operativa para calcular la concentración, expresada en $\%mD_2O$, de las muestras tratadas y el error asociado a este resultado, a partir del registro obtenido con el equipo IR y teniendo los parámetros de la recta de calibración.

Como en el Capítulo anterior, no se ha discriminado aquí las operaciones según el ámbito de trabajo; sin embargo, las diferencias han sido remarcadas.

10.1. Tabla de valores

A fin de volcar los resultados que se obtienen en el cálculo, se prepara una tabla que debe contener las siguientes columnas (ver nomenclatura empleada al final del trabajo):

- 1) MT #
- 2) FE
- 3) FA
- 4) $\bar{y}$
- 5) $\hat{CPM}$
- 6) CL ($\hat{CPM}$)
- 7) % CL
- 8) Inf
- 9) Sup

La tabla se llena a partir de los valores que aparecen impresos en las tirillas, obtenidas por el método que se da a continuación.

10.2. Procedimiento del cálculo

- 1) Si no lo está, poner la calculadora en funcionamiento llevando la llave de encendido a la posición "ON".

- 2) Comprobar que la llave selectora del modo de operación esté en "RUN" y que la llave selectora del modo de impresión esté en "MAN".
- 3) Presionar "CLx".
- 4) Pasar el lado 1 de la Tarjeta # 3. Aparece "0.000" en el visor.
- 5) Si se está en el A1, pasar el lado 2 de la tarjeta # 3.
Si se está en el A2, pasar el lado 1 de la tarjeta # 6.
Si se está en el A3, pasar el lado 2 de la tarjeta # 6.
En cualquier caso aparece "0.000" en el visor.
- 6) Teclear el valor $\bar{y}$ de la MT cuya CPM hay que calcular. El valor se obtiene de la tabla descrita en 8.1. o en 8.2., según el ámbito en que se trabaje.
- 7) Presionar "B" .
Si el número de pares de valores (CPM,y) empleados en el cálculo de regresión, Sección 9.1., fueron 12, seguir con el paso 8).
En caso contrario el programa se detendrá y aparecerá en el visor "12.000"; teclear el valor de t adecuado (para ello consultar con el encargado de turno) y presionar "R/S".

- 8) Se obtiene una tirilla en la que aparece:

1er renglón	$\bar{y}$	
2do renglón	$\hat{CPM}$	
	espacio	
3er renglón	CL	
4to renglón	% CL	
	espacio	
5to renglón	$\hat{CPM} - CL$	(Inf)
6to renglón	$\hat{CPM} + CL$	(Sup)

- 9) Para hacer cálculos sobre otra MT en el mismo ámbito, ir al paso 6).

Para hacer cálculos sobre MT pertenecientes a otros ámbitos, ir al paso 5).

- 10) De obtenerse resultados que parezcan erróneos o carentes de sentido, comprobar si los valores almacenados en los registros son los correctos mediante las siguientes operaciones:

a) "DSP 6"

b) "f ENG" .

Con la tirilla que se obtiene verificar si los valores de los registros 0,7,8,9,A,B y C coinciden con los correspondientes a la recta de calibración que se está usando en el ámbito en cuestión.

- 11) Una vez hechos los cálculos sobre todas las MT, llenar la tabla de valores de la Sección 10.1. y descartar la tirilla.

El valor CL es calculado por el programa para un nivel de confianza del 95%.

Si los registros de la máquina contienen los siguientes valores:

REG 0 = 2.5

REG 7 = 0.0011

REG 8 = 0.7

REG 9 = 2

REG A = -0.42

REG B = 0.23

REG C = 12 ,

la tirilla que se obtiene al efectuar los pasos 1) a 4) de 10.2., tecleando el valor "0.25" en el paso 6) y presionando luego "B" es la siguiente:

0.2500 ***
14.483 ***

0.177 ***
1.2 ***

14.308 ***
14.660 ***

Esta tirilla puede servir para comprobar el funcionamiento del programa y de la máquina. La obtención de una tirilla distinta pondría de manifiesto algún error; en este caso, consultar con el encargado de turno.

RECONOCIMIENTOS

El trabajo experimental que permitió la redacción del presente Manual se hizo en la Sede Central de CNEA entre Julio y Diciembre de 1981, bajo la supervisión de los Doctores E.A. ROJO, Jefe de la División Fisicoquímica, y M. BOTBOL, ambos pertenecientes al Dpto. de Química.

Se agradece la colaboración prestada por el Sr. Alberto TORRES en la preparación de patrones de trabajo, manejo del equipo IR para establecer rectas de calibración y demás tareas afines a la determinación.

El autor del trabajo también reconoce la ayuda brindada por la Sra. Stella D'ONOFRIO y su máquina de escribir al pasar los ilegibles manuscritos para hacer la primera versión mecanografiada.

REFERENCIAS

- (1) H.D.BUSCEMI: Análisis de agua pesada por espectrofotometría infrarroja. Informe interno CNEA PQ-Q-FQ-52, 1980.
- (2) A.PRICE: Instruction Manual for the Beckman IR 4200-Series Infrared Spectrophotometers. Beckman Instructions 015-082221-B, 1978.
- (3) BECKMAN TECHNICAL SUPPORT CENTER: Model 4200-Series Infrared Spectrophotometers. Service Manual. Beckman Instructions 015-559706-E, 1978.
- (4) K.E.STINE: Modern Practices in Infrared Spectroscopy. Laboratory Manual. Beckman Instructions 015-082070-B, 1973.
- (5) H.D.BUSCEMI: Establecimiento de métodos infrarrojos para analizar agua pesada entre 0.05 y 16% (en preparación).
- (6) A.ZONIS y E.GAUTIER: Eliminación de sulfuro de hidrógeno en muestras líquidas. Informe interno CNEA PQ-Q-FQ-67, 1982.
- (7) HEWLETT-PACKARD COMPANY: The HP-97 Programmable Printing Calculator. Owner's Handbook and Programming Guide. Publication 00097-90001, Sept. 1978.

FIGURAS

FIGURA 1: Espectros obtenidos al pasar 2 MT, por duplicado, pertenecientes al A1. Se muestra cómo deben ser hechas las inscripciones sobre el papel del registrador y la forma de medir las absorbancias (diferencia entre máximos y mínimos).

FIGURA 2: Espectros obtenidos al pasar 2 PT, por duplicado, pertenecientes a una recta de calibración en el A3. Las absorbancias se miden en el máximo de las bandas obtenidas.

FIGURA

1

691/1
057/3

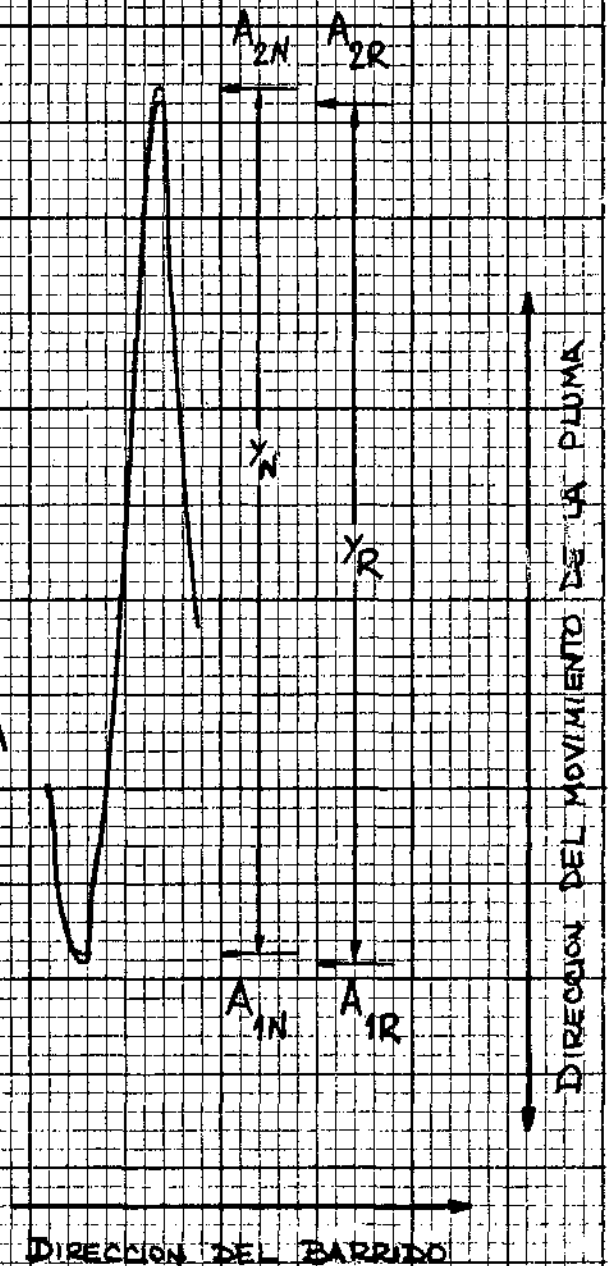
MOESTRAS

A1

19/11/81 T

HOB

100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0



A3

RECTA DE CALIBRACION

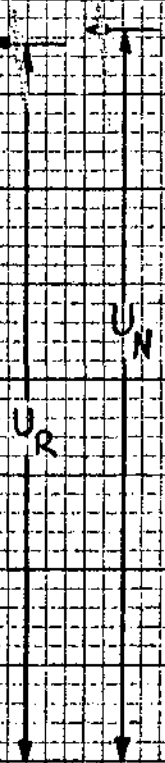
2/12/84M

#DB

#1

FIGURA
2

#6



TABLAS

TABLA I: Cantidades de agua para dilución y agua pesada grado reactor a pesar para la preparación de las soluciones madre.

TABLA II: Cantidades de agua para dilución y solución madre a pesar para la preparación de PT de los 3 ámbitos.

Tabla I

	SM1 (1 %)	SM2 (20 %)
D ₂ O _{gr} (g)	4.4 (*)	130.7
AD (g)	396	470

(*) Pesada en balanza analítica; demás cantidades pesadas en balanza granataria.

Tabla II

A1			A2			A3		
PT - CN%	SM1(g)	AD (g)	PT - CN%	SM2 (g)	AD(g)	PT - CN%	SM2(g)	AD (g)
#1 - 0.05	5	95	#1 - 0.6	3	97	#1 - 6.5	35	70
#2 - 0.1	10	90	#2 - 1	5	95	#2 - 8	40	60
#3 - 0.2	20	80	#3 - 2	10	90	#3 - 11	55	45
#4 - 0.4	40	60	#4 - 3	15	85	#4 - 14	70	30
#5 - 0.5	50	50	#5 - 4	20	80	#5 - 15	75	25
#6 - 0.6	60	40	#6 - 5	25	75	#6 - 16	80	20

NOMENCLATURA USADA

a	ordenada al origen de la recta de calibración
A	absorbancia
A ₁	mínimo de absorbancia medida en el 1er pico en el A1
A ₂	máximo de absorbancia medida en el 2do pico en el A1
AD	agua para dilución
AT1S	atenuador usado en el haz de la muestra en el A1
AT2R	atenuador usado en el haz de referencia en el A2
AT3R	atenuador usado en el haz de referencia en el A3
A1	ámbito de concentraciones comprendido entre 0.05 y 0.6%
A2	ámbito de concentraciones comprendido entre 0.6 y 5%
A3	ámbito de concentraciones comprendido entre 6.5 y 16%
b	pendiente correspondiente a la recta de calibración
BCD	del inglés Binary-Coded Decimal
CL	intervalo de confianza del resultado, calculado en base a un nivel de significación del 95%
CN%	concentración nominal porcentual de una MAP
CPM	concentración de una MAP expresada como %mD ₂ O
CR	celda usada en el haz de referencia en el A1
C1	celda para la muestra en el A1
C2	celda para la muestra en el A2
C3	celda para la muestra en el A3
D	sumatoria de las desviaciones al cuadrado de los valores x de los PT ($\sum (x - \bar{X})^2$) (ver User Instructions Tarjeta #2)

D ₂ O _{gr}	agua pesada grado reactor (concentración >99.75 %mD ₂ O)
EIR	espectrometría en el infrarrojo
FA	fecha y hora de análisis
FE	fecha y hora de extracción de la MP
F ₁	variable de Snedecor experimental usada en la verificación de linealidad
IR	infrarrojo/a
JR	jeringa usada para llenar la celda CR con AD
J1 a J4	jeringas usadas para llenar celdas con muestras
M	trabajo hecho por la mañana
MAP	muestra de agua pesada
MP	muestra de planta
MT	muestra de planta que ha sido tratada adecuadamente para el análisis IR
N	trabajo hecho por la noche
N	como subíndice, indica color negro del registro
PT	patrón de trabajo
%CL	intervalo de confianza porcentual, referido a $\hat{C}_{PM}$
%mD ₂ O	concentración de una MAP expresada como porcentaje en moles de agua pesada
%pD ₂ O	concentración de una MAP expresada como porcentaje en peso de agua pesada
%T	porcentaje de transmitancia
r ²	coeficiente de correlación de la recta de calibración elevado al cuadrado

R	como subíndice, indica color rojo del registro
s_0	error de la regresión
s_0^2	varianza de la regresión
s_0^2	varianza promedio correspondiente a la dispersión de los puntos respecto a la línea de regresión
s_1^2	varianza de reproducibilidad
s_2^2	varianza correspondiente a la dispersión de los valores $\bar{y}$ respecto a la línea de regresión
SM	solución madre en forma genérica
SM1	solución madre para el A1
SM2	solución madre para el A2 y A3
T	trabajo hecho por la tarde
U	unidad del papel del registrador
$\bar{X}$	valor medio de los valores x de los PT(ver User Instructions Tarjeta #2)
y	diferencia entre A_2 y A_1 en el A1; absorbancia medida en el máximo de la banda obtenida en el A2 y A3
$\hat{y}$	valor de "y" estimado a partir de la recta de calibración
$\bar{y}$	promedio entre y_R e y_N
$\bar{Y}$	valor medio de los valores "y" de los PT