

03.03.08

COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA

DIRECCION INVESTIGACION Y DESARROLLO

GERENCIA PROCESOS QUIMICOS

Departamento Química

DETERMINACION DE VESTIGIOS DE H_2S Y SO_2 EN AIRE

A. Ramírez

1983

DETERMINACION DE VESTIGIOS DE H_2S Y SO_2 EN AIRE

REVISION N°: 1

FECHA:

APLICACION: -----

CONDICIONES DE VALIDEZ: -----

	FIRMA	ACLARACION	FECHA
AUTORES		A. Ramírez.....	
		-----	
		-----	

SUPERVISOR: E.A. Rojo

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

APROBACION: FIRMA	ACLARACION	FECHA
.....		

I N D I C E

1. INTRODUCCION
2. ANALIZADOR AIR MONITOR IV
 - 2.1. Descripción
 - 2.2. Instalación
 - 2.3. Operación
 - 2.4. Apagado
3. DETERMINACION DE H_2S
 - 3.1. Manifold y conexiones
 - 3.2. Reactivos
 - 3.3. Condiciones de operación
 - 3.4. Expresión de resultados
4. DETERMINACION DE SO_2
 - 4.1. Manifold y conexiones
 - 4.2. Reactivos
 - 4.3. Condiciones de operación
 - 4.4. Expresión de resultados

APENDICE A: Calibración del Rotámetro

APENDICE B: Diámetro de mangueras

APENDICE C: Electrogenerador

APENDICE D: Notas operativas de importancia y esquema general de trabajo

1. INTRODUCCION

En este Manual se describen los métodos y equipos a utilizar para la determinación de H_2S y SO_2 en aire.

La determinación se lleva a cabo mediante un equipo analizador "Technicon Air Monitoring IV" (A.M.IV) el cual estará instalado en un laboratorio móvil, teniendo por objeto la evaluación del impacto ambiental en la zona de Atucha debido a la instalación de la P.E.A.P., como así también el aporte de datos para Seguridad e Higiene.

El laboratorio móvil está provisto de un electrogenerador para la alimentación del A.M.IV, equipos para la determinación de parámetros meteorológicos en el lugar y momento de la medición y el material necesario para calibración y operación de estos equipos.

El método de análisis se basa en ambos casos en reacciones colorimétricas, posterior lectura de absorbancias y graficación. Todos estos procesos son llevados a cabo en forma automática y continua por el A.M.IV. En la Fig. 1.1. se muestra un esquema básico de funcionamiento del mismo.

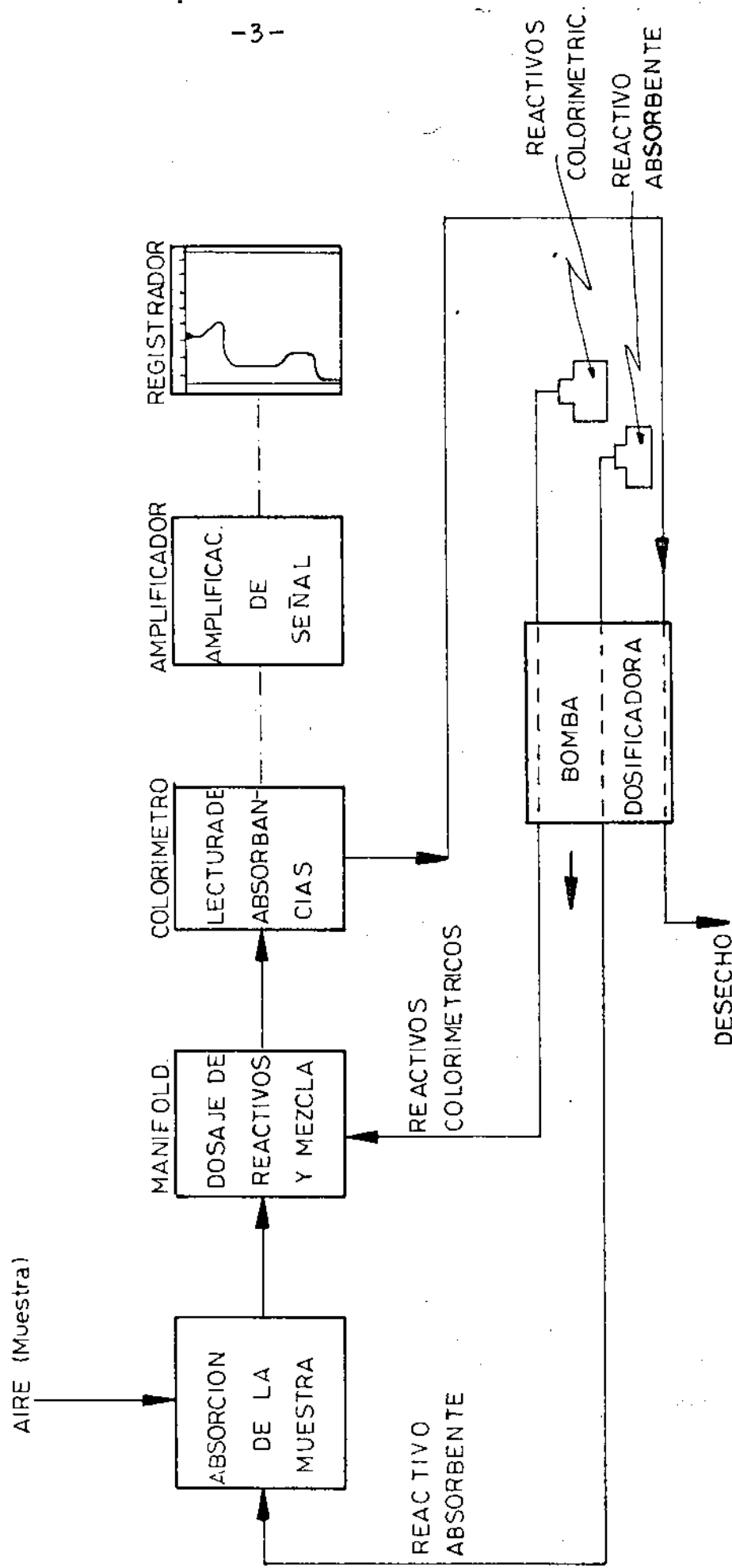


FIGURA 1.1 ESQUEMA BASICO DE FUNCIONAMIENTO
DEL ANALIZADOR "A.M. IV"

2. ANALIZADOR AIR MONITORING IV

2.1. Descripción

2.1.1. Gabinete: El gabinete posee una puerta superior y otra posterior y una tapa lateral que porveen acceso a todos los componentes del sistema. Montados en la parte frontal del gabinete se encuentran los controles e indicadores necesarios para la operación del equipo.

2.1.2. Componentes del sistema: En la Tabla 2.I se detallan los principales componentes del sistema y la función de los mismos

2.1.3. Controles: En la Tabla 2.II se enumeran (de acuerdo al nombre con que figuran en el panel frontal) los controles e indicadores del sistema como así también la función de los mismos.

El equipo posee además una serie de controles que no se encuentran a la vista. Estos se describen en la Tabla 2.III.

En las figuras 2.1, 2.2. y 2.3 se indica esquemáticamente la ubicación de los elementos mencionados en este capítulo.

TRANSFORMADOR	Alimentación del equipo (220 V - 110 V)
BOMBA DOSIFICADORA	Dosaje de reactivos
MANIFOLD DE MEZCLA	Acondicionamiento de la muestra y mezcla con reactivos
BAÑO TERMOSTATICO	Controla temperatura de reacción
BOMBA DE VACIO	Provee vacío para la absorción de la muestra
COLORIMETRO	Medición de absorbancias
AMPLIFICADOR	Amplifica señal que sale del colorímetro
REGISTRADOR	Registro de señal
TIMER Y VALVULA SOLENOIDE	Verifica la calibración en forma automática

Tabla 2.1: Principales componentes y su función

C O N T R O L	F U N C I O N	P O S I C I O N E S
POWER	Alimentación al sistema (general)	
VACUUM PUMP	Alimentación bomba de vacío	
PROPORTIONNING PUMP	Habilita bomba dosificadora (2 velocidades)	
POWER ON	Encendido del colorímetro	
STD.CAL	Ajuste de pendiente	Potenciómetro graduado de 0.00 a 10.00
BASELINE	Ajuste de línea de base	Potenciómetro de 10 vueltas
DISPLAY ROTARY SWITCH	Conmuta modos de operación y provee señal para el ajuste del 0 y el 100% electrónico	Damp 1 Damp 2 Normal Zero Full Scale
TIMER	Activa en tiempos predeterminados switch para entrada de referencia y autocalibración	
SAMPLE FLOW	Regula el flujo de muestra (aire) que entra en el sistema	
ROTAMETRO	Indica caudal de muestra	
VACUOMETRO	Mide vacío en el sistema (cmHg)	

Tabla 2.II: Controles de panel frontal y sus funciones

Tabla 2.III

C O N T R O L	U B I C A C I O N	F U N C I O N
RECORDER ON-OFF	Lateral derecho del REGISTRADOR	Alimentación del REGISTRADOR
CHART DRIVE	Lateral izquierdo del REGISTRADOR	Avance de papel y motor del REGISTRADOR
VACUUM RELIEF VALVE	Sobre decantador de toma de vacío en el interior del gabinete	Ajuste del vacío del sistema
REVERSING TOGGLE SWITCH	Bajo tapa del colorímetro	Ajuste del colorímetro para determinaciones directas o indirectas
REFERENCE ON - OFF	Compartimiento del Timer	Accionamiento de válvula solenoide

2.2. Instalación

2.2.1. Ubicación: El analizador A.M. IV se instalará en un laboratorio móvil, el cual posee una mesada con las dimensiones necesarias para su ubicación (Fig. 2.4).

Las patas del equipo apoyarán sobre tacos antivibratorios a fin de absorber el máximo posible las vibraciones originadas por el grupo electrógeno y las posibles sacudidas durante el transporte (Fig. 2.5); tres tornillos pasantes fijarán el equipo a la mesada.

2.2.2. Alimentación eléctrica e infraestructura: En el laboratorio móvil se provee alimentación eléctrica de 220 V/50 Hz mediante un grupo electrógeno (ver detalles de su funcionamiento en el apéndice C). También existe la posibilidad de alimentar toda la instalación del laboratorio mediante una red externa (Tener en cuenta los requerimientos del analizador, acondicionador, iluminación y accesorios a utilizar).

La provisión de agua está asegurada mediante un tanque de 100 lts de capacidad, ubicado en la parte inferior delantera del carrozado (Fig. 2.6) y una bomba impulsora (Fig. 2.4) alimentada por una batería de 12 V cuya carga se efectúa por medio del electrogenerador.

Se cuenta además con provisión de gas, aire acondicionado y toda la infraestructura necesaria para la calibración y operación del sistema.

2.2.3. Toma de muestra: La toma de aire (muestra) se realiza a través de un orificio dispuesto a tal fin sobre el lateral izquierdo del carrozado. De allí el aire es aspirado por el sistema a través de una manguera plástica (u otro material inerte).

Sobre la toma de muestra se instalará un filtro para insectos construido con tela metálica de malla fina y a continuación un filtro para partículas, construido con lana de vidrio levemente compactada, de forma tal que se produzca la menor pérdida de carga posible.

2.3. OPERACION

Se presenta un procedimiento general válido para cualquiera de las dos técnicas. Los parámetros particulares se fijan en los capítulos referentes a las técnicas de análisis específicas (Capítulos 3 y 4).

2.3.1. Procedimientos preliminares

2.3.1.1. Preparar los reactivos según las técnicas descriptas en los capítulos 3 y 4.

2.3.1.2. Verificar que las conexiones hidráulicas estén en un todo de acuerdo con el diagrama de flujo de la técnica.

LA LINEA DE DESECHOS QUE PROVIENE DE LA CELDA DEL COLORIMETRO SE DEBERA CONECTAR DE FORMA TAL QUE LOS MISMOS SE EVACUEN POR GRAVEDAD, EVITANDO DOBLECES EN U Y DISTANCIAS LARGAS.

2.3.1.3. Verificar que se encuentren instalados los filtros del colorímetro apropiados.

2.3.2. Encendido

- 2.3.2.1. Presionar el botón "POWER" (1 en Fig. 2.1). La lámpara indicadora del botón deberá permanecer encendida.
- 2.3.2.2. Presionar el botón "POWER ON" (4 en Fig. 2.1). La lámpara indicadora del botón deberá permanecer encendida (colorímetro encendido). Tiempo mínimo de estabilización : 30 minutos.
- 2.3.2.3. Presionar el botón "VACUUM PUMP" (2 en Fig. 2.1). La lámpara indicadora del botón deberá permanecer encendida.
- 2.3.2.4. Sacar el registrador del gabinete y llevar la perilla "RECORDER ON-OFF" (16 en Fig. 2.1) a posición ON. Tiempo mínimo de estabilización: 20 minutos.
- 2.3.2.5. Regular el vacío con el sistema de la siguiente forma:
 - i) Quitar el decantador de vidrio que cubre la válvula reguladora de vacío (3 en Fig. 2.3). Se accede a la misma por la apertura superior del gabinete.
 - ii) Usando una llave fija de 13 mm aflojar la contratuerca de la válvula y ajustar (con una llave de 11 mm) la válvula de forma tal que el vacuómetro indique aproximadamente 31 cm de Hg (Fig. 2.7).
 - iii) Ajustar la contratuerca y enroscar el decantador en su posición.
- 2.3.2.6. Regular el flujo de aire de acuerdo a las necesidades de la técnica con la perilla "SAMPLE FLOW" (13 en Fig. 2.1). Este se mide en el rotámetro (14 en Fig. 2.1).

LAS UNIDADES INSCRIPTAS EN EL ROTAMETRO REPRESENTAN ALTURA (EN CM). PARA DETERMINAR EL FLUJO DE AIRE EN ℓ/min VER LA CURVA DE CALIBRACION DEL MISMO EN APENDICE A.

- 2.3.2.7. Enganchar los extremos del conjunto de tubos de la bomba dosificadora en su posición de trabajo y asegurar el mecanismo de impulsión
- 2.3.2.8. Llevar la perilla "PROPORTIONING PUMP (3 en Fig. 2.1) a la posición STD. Una vez que los reactivos hayan recorrido todo el circuito llevar la perilla a posición LO.

SE OBSERVARA EN LOS DIAGRAMAS DE FLUJO DE LAS TECNICAS QUE LA BOMBA DOSIFICADORA INTRODUCE PEQUEÑAS CANTIDADES DE AIRE (BURBUJAS) EN EL FLUJO DE MUESTRA ABSORBIDA. ESTAS BURBUJAS SEPARAN ALICUOTAS DE MUESTRA SOBRE LAS CUALES SE DESARROLLA COLOR. EN LA ENTRADA A LA CELDA DEL COLORIMETRO LAS BURBUJAS SE SEPARAN Y SE REALIZA LA LECTURA SOBRE UN FLUJO LIQUIDO CONSTANTE.

DE LO DICHO SE DEDUCE QUE SI EL PATRON DE BURBUJAS NO ES CONSTANTE, TAMPOCO LO SERAN LAS ALICUOTAS, OBSERVANDOSE ENTONCES UN GRAFICO RUIDOSO DEBIDO A LOS PEQUEÑOS SALTOS DE CONCENTRACION (ABSORBANCIA). ES, POR LO TANTO, DE GRAN IMPORTANCIA CONTROLAR EL PATRON DE BURBUJAS EL CUAL SE PUEDE VER ALTERADO POR EL DESGASTE DE LOS TUBOS DE LA BOMBA DOSIFICADORA (VARIACIONES DE CAUDAL) RETENCION DE LAS BURBUJAS EN LOS CONECTORES POR FENOMENOS DE TENSION SUPERFICIAL, ETC.

- 2.3.2.9. Llevar la perilla "RECORDER CHART DRIVE" (17 en Fig. 2.1) a posición ON.

2.3.3. Línea de base

- 2.3.3.1. Llevar el selector (Display Rotary Switch) a la posición "ZERO".

- 2.3.3.2. Con un destornillador mover el ajuste del cero (8 en Fig. 2.1) hasta que la pluma coincida con el cero del papel.

EL CERO DEL PAPEL NO DEBERA COINCIDIR CON EL CERO MECANICO,
A FIN DE PODER APRECIAR LAS DEFLEXIONES DEL REGISTRO HACIA
VALORES NEGATIVOS

- 2.3.3.3. Llevar el selector (D.R.S.) a la posición "FULL SCALE"
- 2.3.3.4. Con un destornillador mover el tornillo de ajuste "FULL SCALE" de forma tal que la pluma marque sobre el 100 % del papel.
- 2.3.3.5. Llevar manualmente el switch "REFERENCE ON-OFF" (11 en Fig.2.1) a posición ON.
- 2.3.3.6. Introducir reactivo absorbente en el sistema a través de la entrada de referencia de la válvula solenoide (6 en Fig.2.2).
Esperar aproximadamente 15 minutos hasta que se purgue el sistema (Ver Apéndice D).
- 2.3.3.7. Verificar que el "REVERSING TOGGLE-SWITCH" R.T.S. (3 en Fig. 2.3) se encuentre en la posición indicada en la técnica particular.
- 2.3.3.8. Llevar el selector (D.R. S.) a posición "NORMAL".
- 2.3.3.9. Destrabar el potenciómetro STD,CAL (5 en Fig. 2.1), llevar a la posición 1,00 y volver a trabar,
- 2.3.3.10. Llevar el control "BASELINE" (7 en Fig. 2.1) al centro de su rotación (5 vueltas a partir de cualquiera de los extremos).

- 2.3.3.11. Rotar totalmente en el sentido de las agujas del reloj la perilla de ajuste de diafragma (2 en fig 2.3) del canal de muestra.

PARA EL REVERSING TOGGLE SWITCH EN POSICION I, EL CANAL A ES REFERENCIA Y EL B MUESTRA. PARA EL R.T.S. EN POSICION D EL CANAL A ES MUESTRA Y EL B REFERENCIA

- 2.3.3.12. Rotar la perilla de ajuste de diafragma del canal de referencia tal que la pluma marque cero sobre el papel del recorder.
- 2.3.3.13. Destrabar el potenciómetro STD.CAL y llevar a la posición 10,00. Si la pluma no se mantiene en el cero, llevar a dicha posición con el control baseline.

2.3.4. Calibración

- 2.3.4.1. Introducir en el sistema el patrón de mayor valor, a través de la entrada de referencia de la válvula solenoide.
- 2.3.4.2. Esperar que el registro se estabilice en la nueva posición (aproximadamente 25 minutos) y luego mover el potenciómetro STD.CAL de manera tal que la pluma marque sobre el 100 (cien) del registro.
- 2.3.4.3. Introducir nuevamente reactivo-absorbente en el sistema. La pluma deberá volver al cero.
- 2.3.4.4. Introducir en el sistema el patrón de menor concentración. Una vez estabilizado el registro, anotar en el mismo el valor del patrón correspondiente.

2.3.4.5. Repetir el punto 2.3.4.4. para cada uno de los patrones preparados.

2.3.5. Calibración del flujo de reactivo absorbente (R.A.).

2.3.5.1. Introducir una burbuja de aire en el tubo que pasa por el canal 1 (uno) de la bomba dosificadora.

2.3.5.2. Con un cronómetro medir el tiempo que tarda la burbuja en atravesar la pipeta de medición de caudal de R.A. (1 en Fig. 2.2).

2.3.5.3. Calcular el caudal dividiendo el volumen de la pipeta (1 ml) por el tiempo determinado en 2.3.5.2. (en minutos). Se obtiene el caudal en ml/min.

2.3.6. Mediciones

2.3.6.1. Llevar el switch "REFERENCE ON-OFF" a posición OFF.

2.3.6.2. Si se desea hacer autocorrección, poner el timer en hora y ubicar las marcas en las horas que se desee la autocorrección.

DURANTE LAS MEDICIONES EL SELECTOR (D.R.S.) PERMANECE EN POSICION NORMAL. CUANDO EN EL REGISTRO SE OBSERVEN RUIDOS NO CONTROLABLES SE PODRA PONER EL SELECTOR EN LAS POSICIONES DAMP1 O DAMP2. EN ESTAS POSICIONES, LA SEÑAL PROVENIENTE DEL COLORIMETRO SE PROMEDIA SOBRE UNA BASE DE TIEMPO DE 2 y 10 seg RESPECTIVAMENTE, LO QUE REDUCE CONSIDERABLEMENTE EL RUIDO EN EL REGISTRO.

2.3.7. Autocorrección

El modo autocorrección permite efectuar correcciones automáticas de la línea de base o de pendiente en ausencia del operador. La periodicidad de la autocorrección se fija mediante el TIMER del equipo, pudiendo ser de hasta 3 veces en 24 horas.

Cuando se inicia el proceso de corrección, el TIMER actúa sobre la válvula solenoide, a través de la cual ingresa al sistema una solución de referencia. Cuando esta solución alcanza el colorímetro, la señal que sale de este es comparada con una señal electrónica prefijada, equivalente a la concentración de la referencia. Si existen diferencias, un sistema de embrague mueve un potenciómetro que restituye la salida del colorímetro al valor fijado originalmente.

En las condiciones actuales del equipo, este sistema no se puede usar (Ver apéndice D, punto 1.1), razón por la cual no se dan en este Manual indicaciones en cuanto a su operación.

2.4. Apagado

2.4.1. Apagado normal

2.4.1.1. Llevar la perilla "RECORDER CHART DRIVE" a posición OFF.

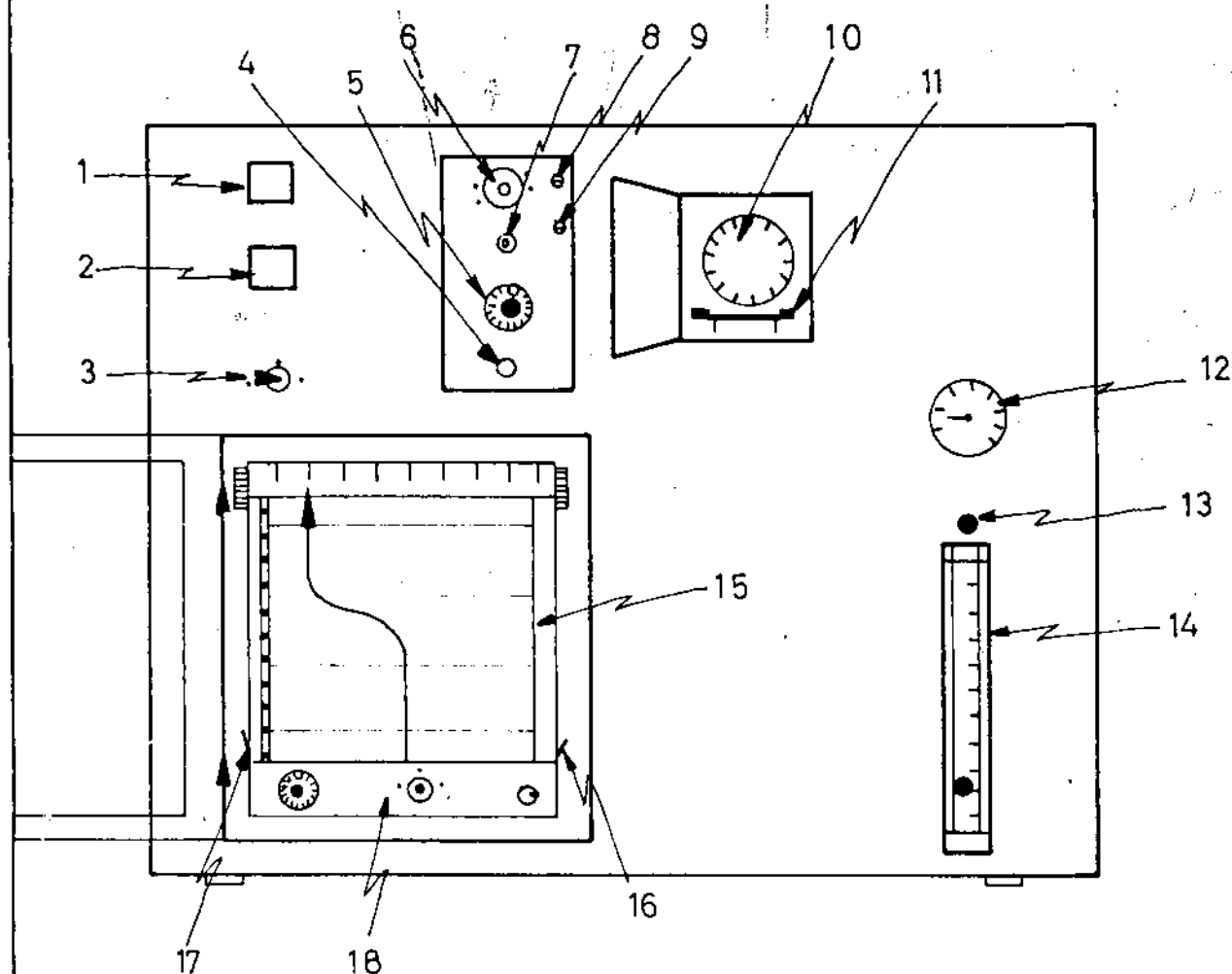
cada técnica, durante 30 minutos con cada solución, con la bomba.

2.4.1.2. Lavar el sistema hidráulico con las soluciones aconsejadas en cada técnica, durante 30 minutos con cada solución, con la bomba dosificadora en posición STD.

2.4.1.3. Pasar aire por el sistema hidráulico (durante 30 minutos).

2.4.1.4. Llevar la perilla "PROPORTIONING PUMP" a posición OFF.

- 2.4.1.5. Desenganchar los rodillos de la bomba dosificadora y liberar los extremos del conjunto de mangueras.
- 2.4.1.6. Llevar todos los botones y perillas a posición "OFF" (Recorder Vacuum Pump, colorímetro, power).
- 2.4.1.7. Apagar el transformador.
- 2.4.2. Apagado rápido (Emergencia)
 - 2.4.2.1. Llevar la perilla de la bomba dosificadora a posición OFF.
 - 2.4.2.2. Accionar el dispositivo de "apagado rápido" (9 en Fig. 2.2) de forma tal que todas las mangueras queden comprimidas para evitar el retroceso de los reactivos.
 - 2.4.2.3. Desenganchar los rodillos de la bomba dosificadora y liberar los extremos del conjunto de mangueras.
 - 2.4.3.4. Llevar todos los botones y perillas a posición OFF.



- 1 POWER (Alimentación)
- 2 VACUUM PUMP (Bomba de vacío)
- 3 PROPORTIONING PUMP (Bomba dosificadora)
- 4 POWER ON (Alimentación colorímetro)
- 5 STD. CAL. (Control sensibilidad)
- 6 DISPLAY ROTARY SWITCH (Selector)
- 7 BASELINE (Ajuste línea de base)
- 8 AJUSTE DEL CERO
- 9 AJUSTE FULL SCALE
- 10 TIMER
- 11 REFERENCE ON OFF SWITCH (Control válvula solenoide)
- 12 VACUOMETRO
- 13 SAMPLE FLOW (Ajuste flujo de muestra)
- 14 ROTAMETRO
- 15 REGISTRADOR
- 16 RECORDER ON-OFF (Alimentación registrador)
- 17 RECORDER CHART DRIVE (Avance de papel)
- 18 PAPEL DE AUTOCORRECCION

FIGURA 2.1 ESQUEMA DE VISTA FRONTAL DEL ANALIZADOR "A.M. IV"

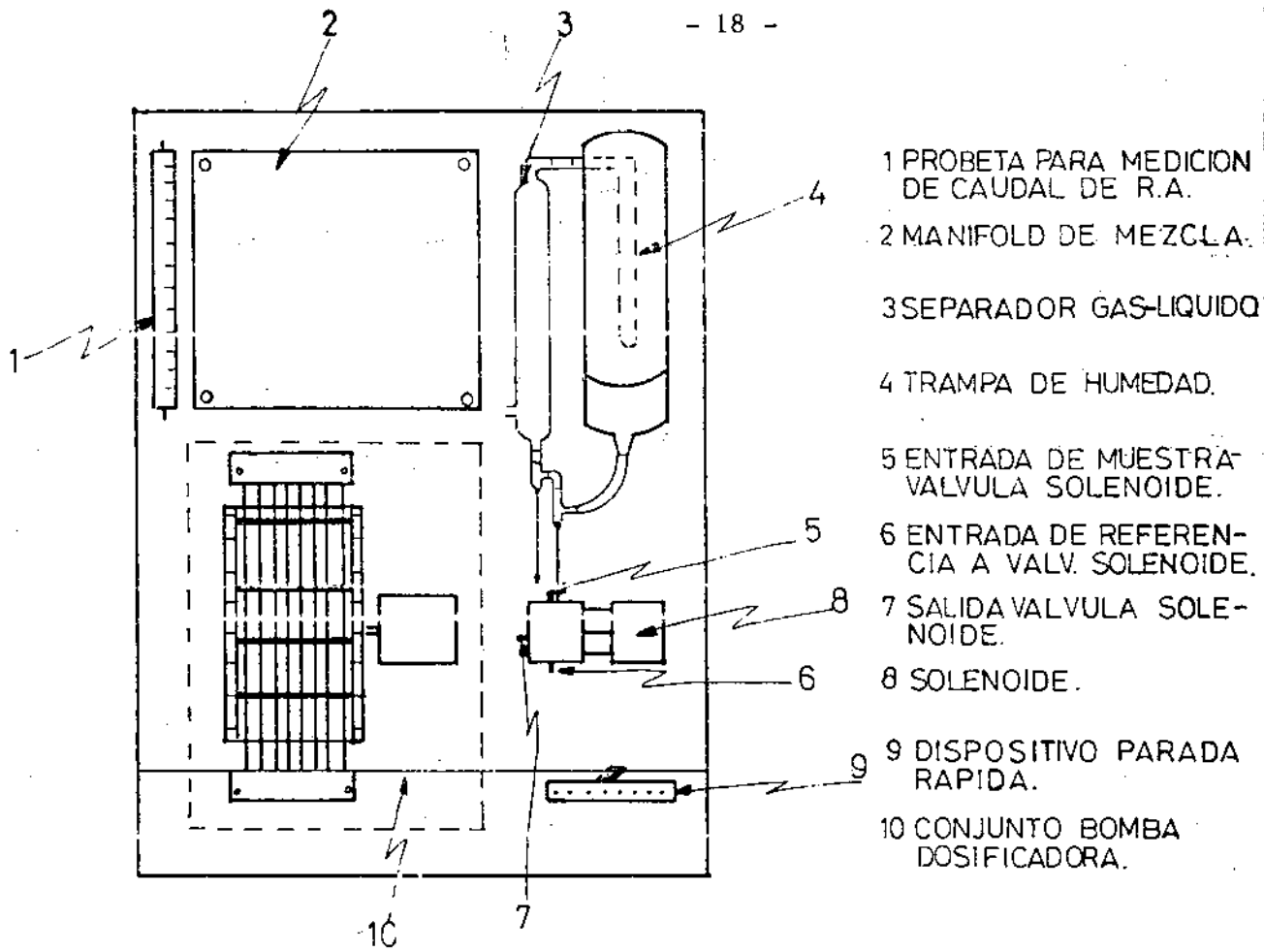


FIGURA 2.2 ESQUEMA (VISTA LATERAL) ANALIZADOR A.M.I.V.

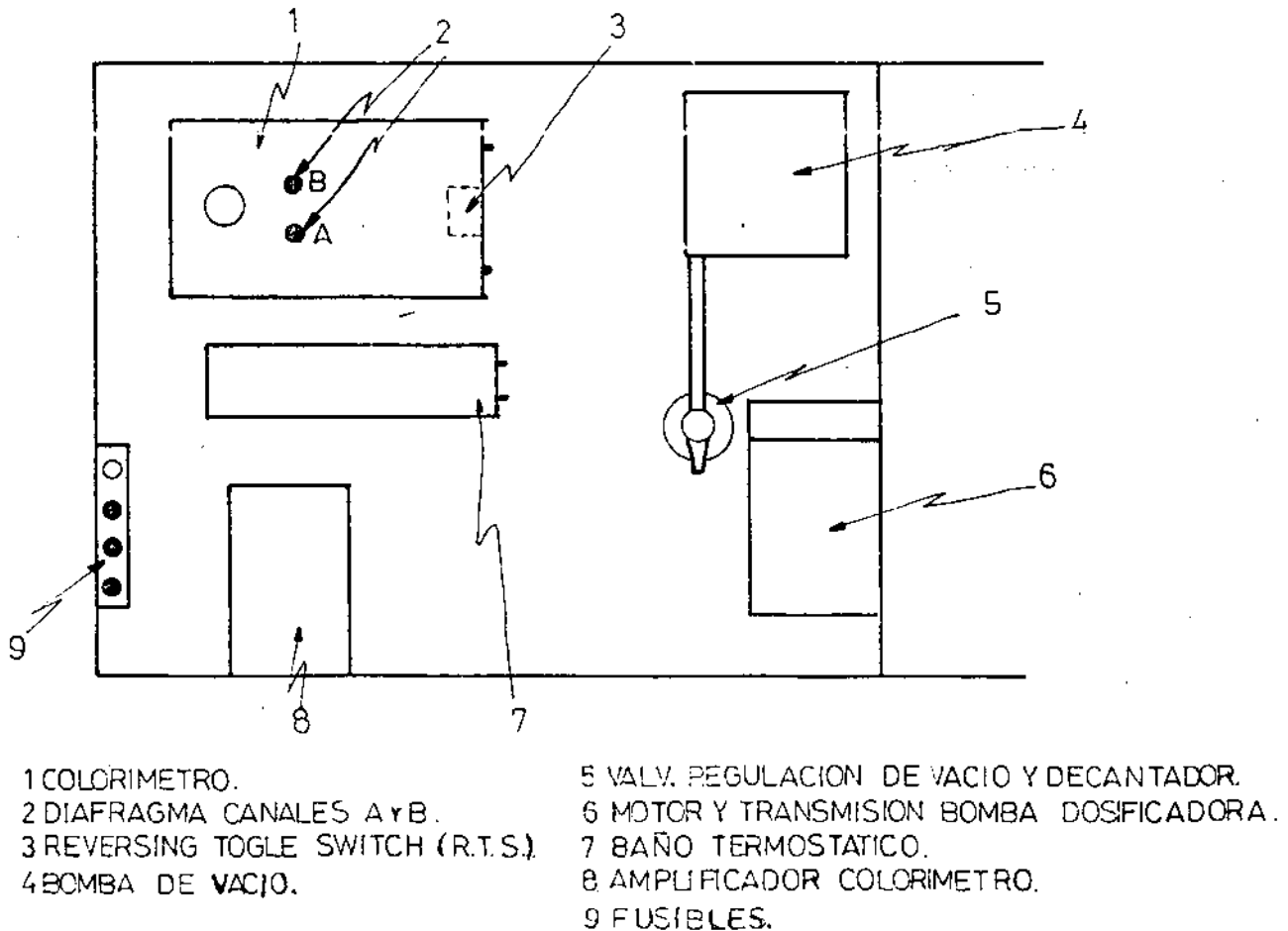
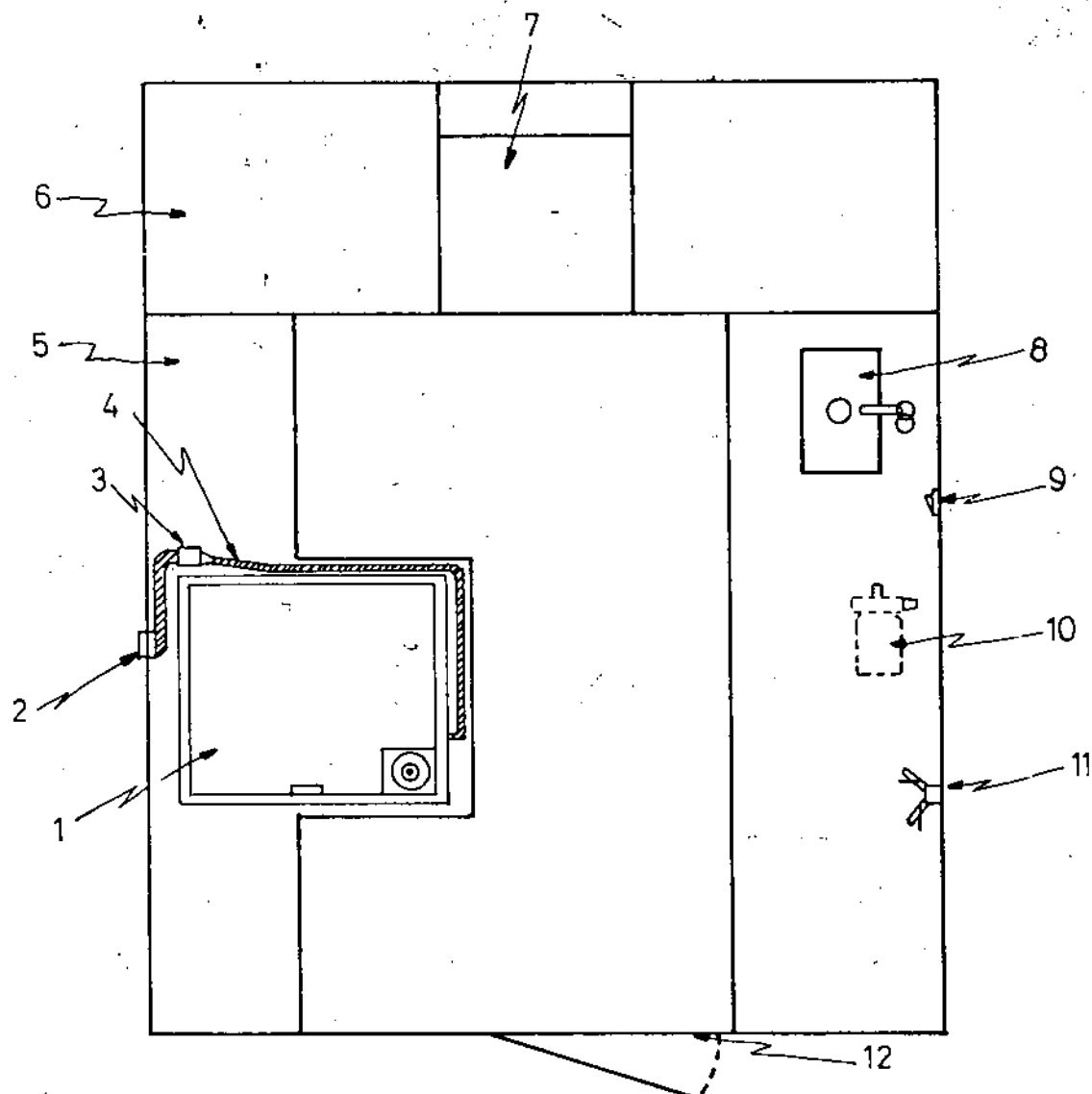


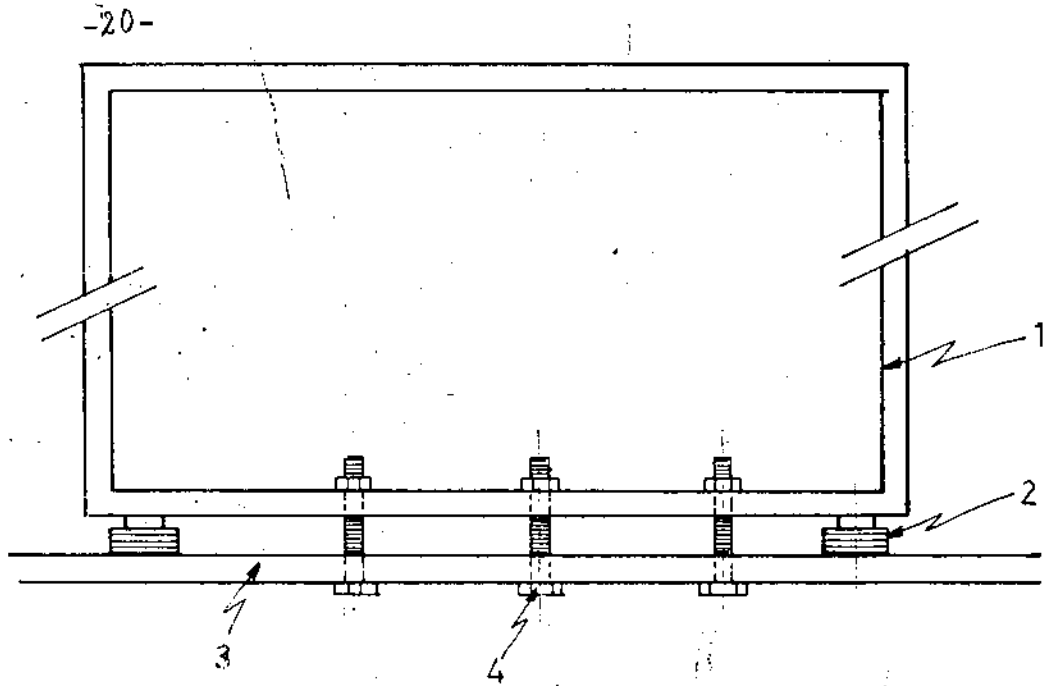
FIGURA 2.3 ESQUEMA (VISTA SUPERIOR TAPA ABIERTA) ANALIZADOR "A.M.I.V."



REFERENCIAS

- 1 ANALIZADOR A.M. VI
- 2 TOMA DE AIRE EXTERIOR
- 3 FILTRO PARTICULAS
- 4 MANGUERA Øint. 3mm.
- 5 MESADA
- 6 BUCHE
- 7 ACONDICIONADOR DE AIRE
- 8 PILETA
- 9 INTERRUPTOR BOMBA DE AGUA
- 10 BOMBA DE AGUA (BAJO MESADA)
- 11 PICOS PROVISION DE GAS
- 12 PUERTA DE ACCESO

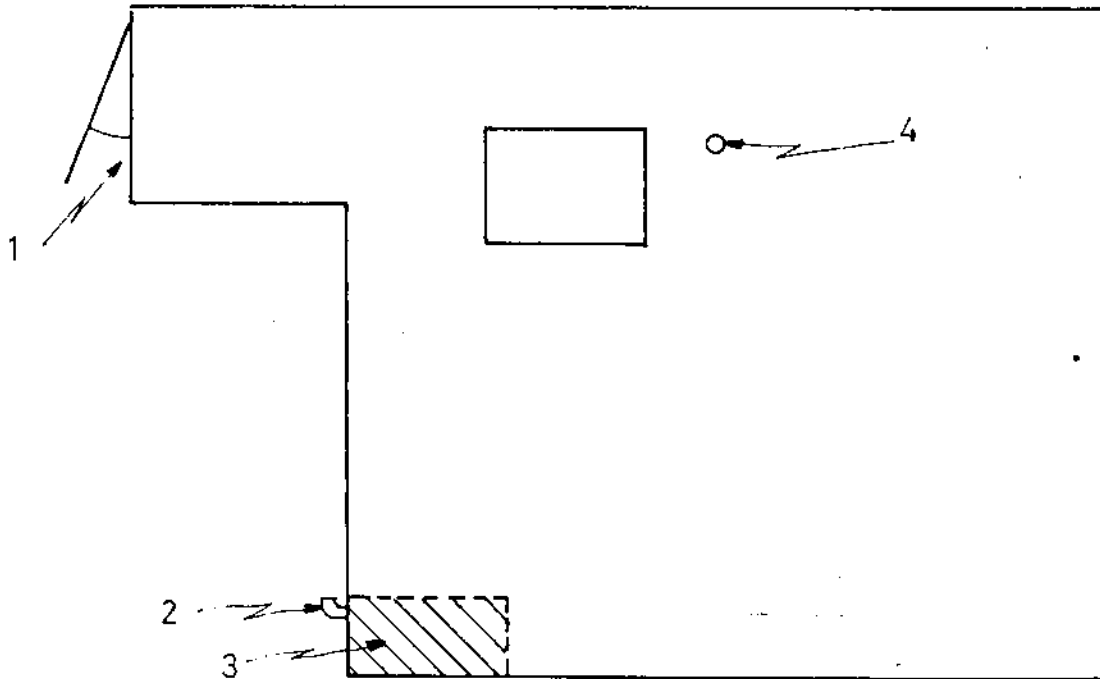
FIGURA 2.4 LABORATORIO MOVIL-VISTA EN PLANTA



REFERENCIAS

- 1 GABINETE ANALIZADOR A.M. IV
- 2 TACO ANTIVIBRATORIO
- 3 MESADA
- 4 BULON

FIGURA 2.5 ESQUEMA DE INSTALACION DE ANALIZADOR A.M. IV
SOBRE MESADA DEL LABORATORIO MOVIL.

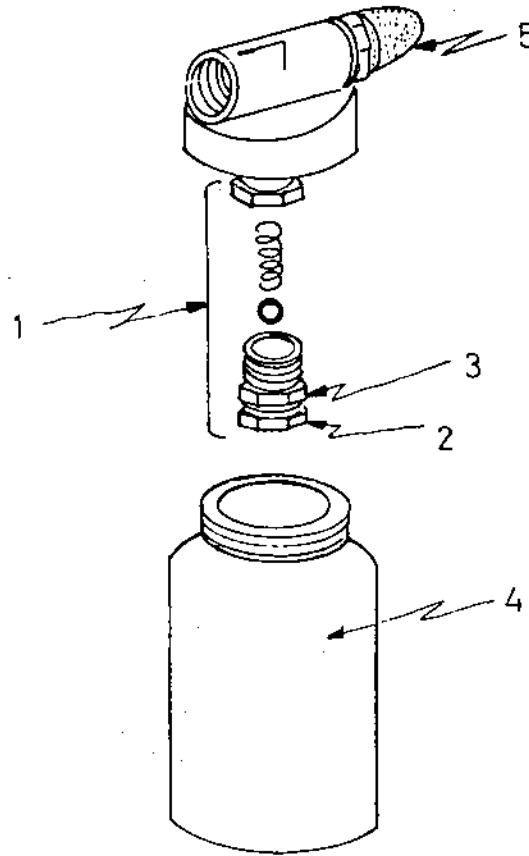


REFERENCIAS

- 1 ENTRADA AIRE PARA ACONDICIONADOR.
- 2 BOCA TANQUE DE AGUA
- 3 TANQUE DE AGUA
- 4 TOMA DE MUESTRA

FIGURA 2.6 ESQUEMA DEL LATERAL DERECHO DEL CARROZADO.

-21-



REFERENCIAS

- 1 DESARME DE LA VALVULA.
- 2 TUERCA DE AJUSTE DE VACIO
- 3 CONTRA TUERCA
- 4 FRASCO DECANTADOR
- 5 ENTRADA DE AIRE

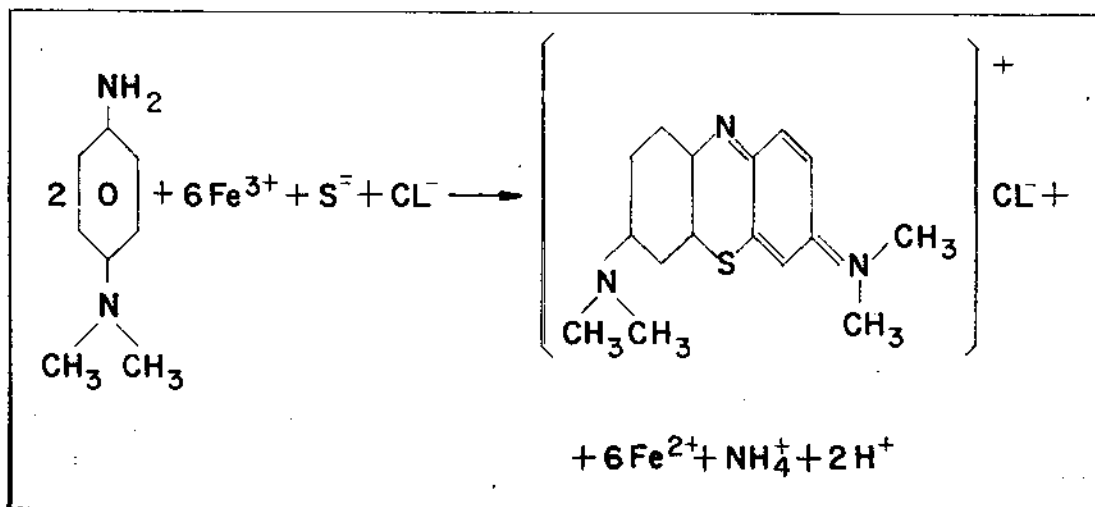
FIGURA 2.7 VALVULA DE REGULACION DE VACIO

3. DETERMINACION DE SULFURO DE HIDROGENO (H₂S)

Introducción

El sulfuro de hidrógeno del aire se absorbe en una suspensión alcalina de cadmio; una alícuota del sulfuro absorbido se introduce en el sistema analítico, donde reacciona con p-aminodimetilanilina y cloruro férrico para dar azul de metileno. Se mide la absorbancia de la muestra a 600 μm .

- Reacción de coloración



- Manifold y conexiones

En la Fig. 3.1 se presenta el diagrama de flujo correspondiente a la técnica. La Fig. 3.2. es un esquema del manifold a usar y las conexiones.

El diámetro de los tubos que pasan por la bomba peristáltica determina el caudal de los reactivos, debiéndose por lo tanto, poner especial atención en su estado (estiramientos, deformaciones) como así también en las conexiones.

En la Tabla 3.I se detallan los tubos que pasan por cada canal de la bomba dosificadora, su identificación (según apéndice B) y el reactivo a que está destinado.

Tabla 3.I.

CANAL	CAUDAL*	IDENTIFICACION	SUSTANCIA
1	0.40	Azul-Azul	Reactivo Absorbente
2	0.30	Amarillo-Amarillo	Muestra absorbida
3	0,08	Negro-Negro	P-amino dimetil anilina
4	0,06	Naranja-Blanco	Aire (burbujas de separación)
5	0,08	Negro-Negro	Cloruro férrico
6	0,25	Gris-Gris	Desecho de colorímetro
7	0,63	Violeta-Violeta	Desecho de separador y trampa humedad
8	---	---	---

(*) Caudal en c.c.min^{-1} , para velocidad de bomba dosificadora lenta (Lo).

Esta técnica no requiere estabilización del color por lo que no se conectará al sistema el baño termostático.

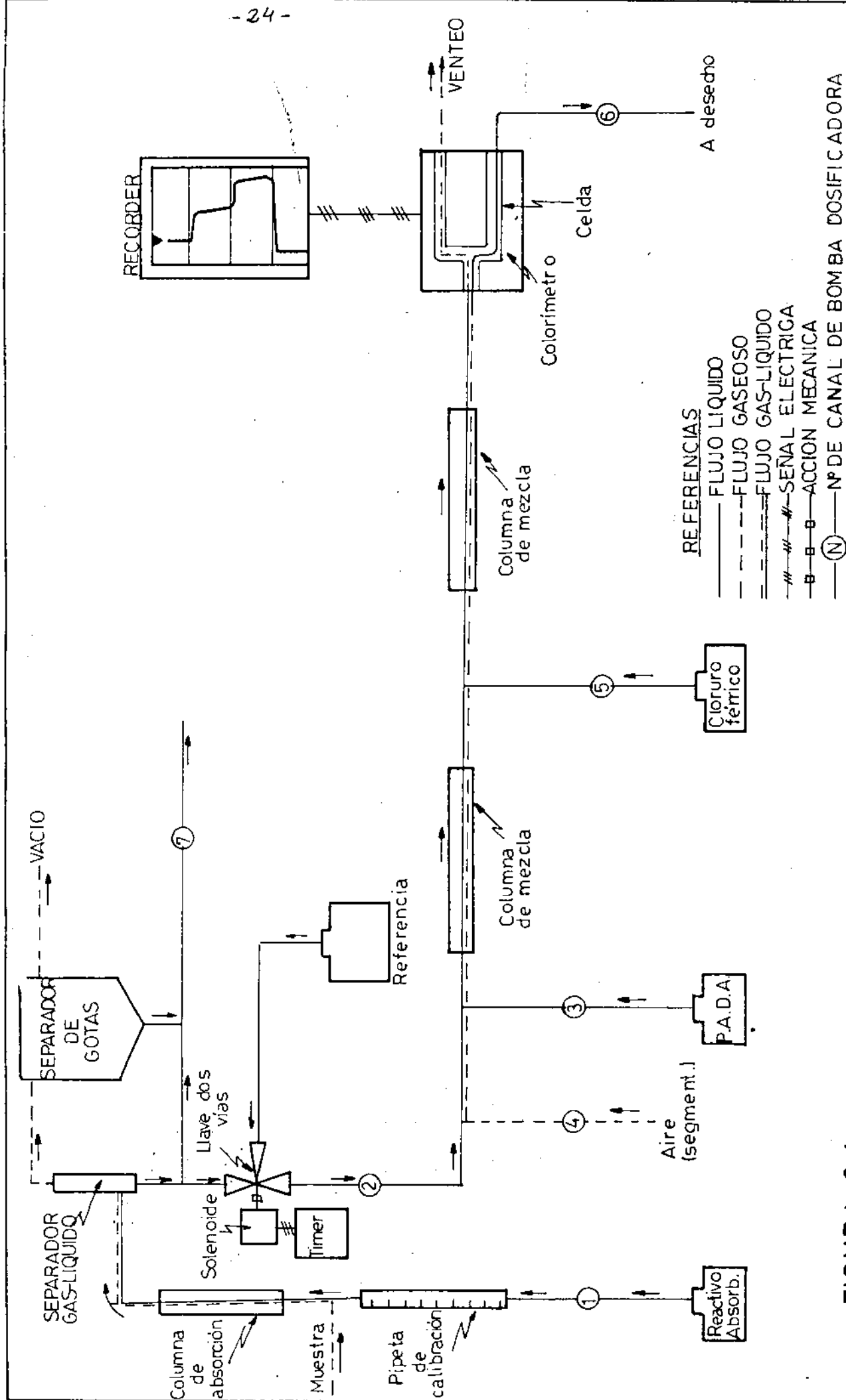
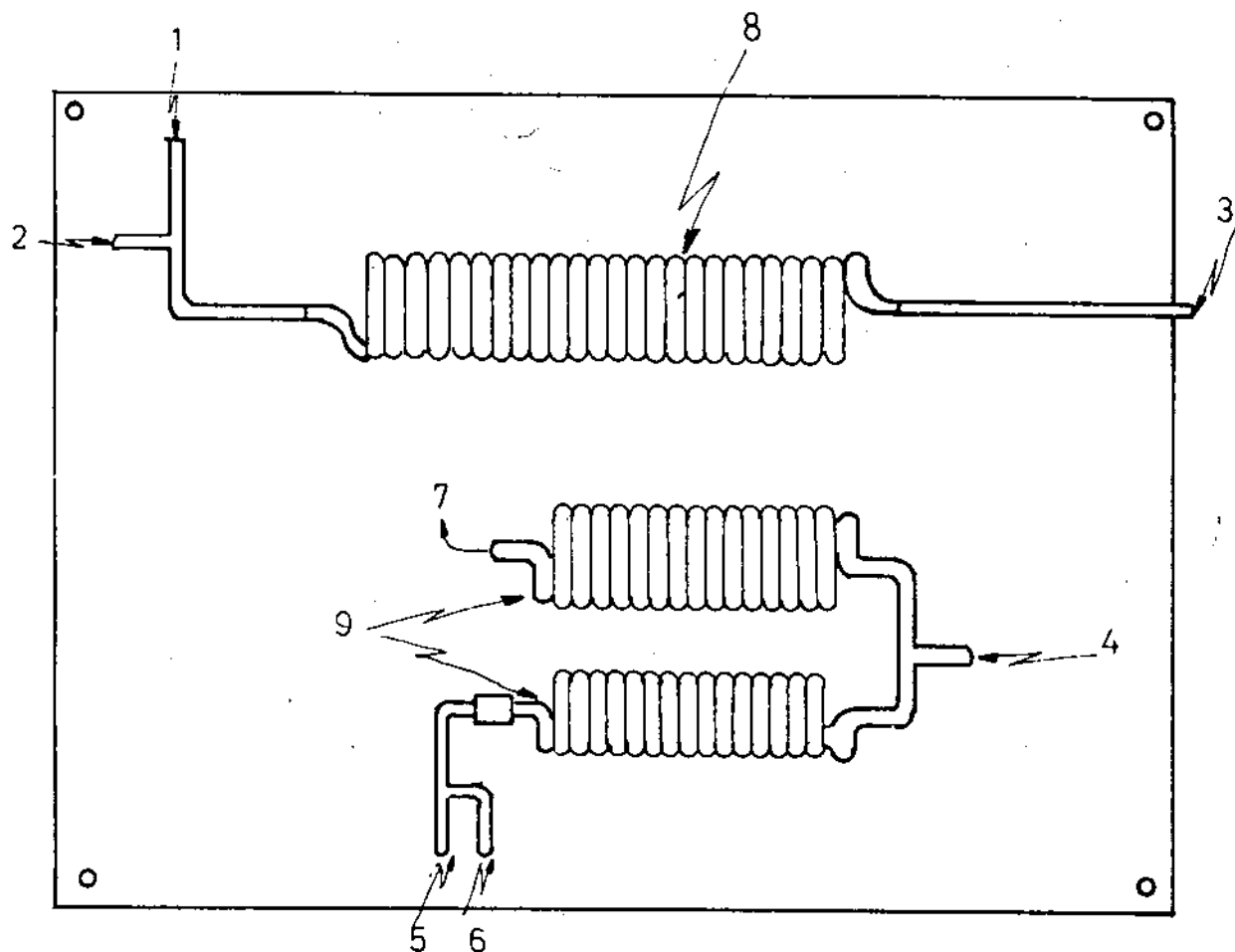


FIGURA 3.1 DETERMINACION DE H_2S : ESQUEMA DE CONEXIONES.



REFERENCIAS

- 1 ENTRADA DE AIRE (Muestra)
- 2 ENTRADA DE REACTIVO ABSORBENTE
- 3 MUESTRA ABSORBIDA (Hacia separador gas-líquido)
- 4 DOSAJE DE CLORURO FÉRICO (De bomba dosificadora)
- 5 MUESTRA ABSORBIDA (De bomba dosificadora) CON BURBUJAS DE SEGMENTACION.
- 6 DOSAJE DE β -AMINO-DIMETILANILINA (De bomba dosificadora)
- 7 MUESTRA COLOREADA (Hacia colorímetro)
- 8 COLUMNA DE ABSORCIÓN (Espirale de tubo de vidrio)
- 9 COLUMNA DE MEZCLA (Espirale de tubo de vidrio)

FIGURA 3.2 ESQUEMA DE L MANIFOLD DE MEZCLA
PARA LA DETERMINACION DE H_2S

3.2. Reactivos

EN LA PREPARACION DE TODOS LOS REACTIVOS, SE TENDRA EL MAXIMO CUIDADO EN LA LIMPIEZA DEL MATERIAL A USAR, PREVIENIENDO LA POSIBLE CONTAMINACION CON SUSTANCIAS OXIDANTES. TODOS LOS REACTIVOS A UTILIZAR SON DE CALIDAD P.A.

3.2.1. Reactivo Absorbente (R.A)

Reactivos necesarios:

Carboximetil celulosa sódica	1,0 g
Sulfato de cadmio ($3\text{CdSO}_4 \cdot 8 \text{H}_2\text{O}$)	2,0 g
Sulfato de amonio ($(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$)	20 g
Hidróxido de sodio (NaHO), 1 N	20 ml
Acido sulfúrico (H_2SO_4), 1 N	20 ml
Agua destilada c.s.p.	4000 ml

Preparación

Solución A: Agregar lentamente y agitando 1,0 g de carboximetil celulosa sódica a 3000 ml de agua destilada tibia (50 °C). Esperar la disolución total y luego agregar 20 g de sulfato de amonio.

LA DISOLUCION DE LA CARBOXIMETIL CELULOSA SODICA ES LENTA; AGITAR HASTA OBSERVAR DISOLUCION TOTAL.

Solución B: Disolver 2.0 g de sulfato de cadmio en 50 ml de agua destilada.

Solución de trabajo: Mezclar las soluciones A y B. Agregar 3.2 ml de sol. 1 N de hidróxido de sodio y llevar a 4000 ml con agua destilada; el pH de la solución final deberá ser 8.8 ± 0.2 . Si fuera necesario ajustar el pH con HONa 1 N ó SO_4H_2 1 N. La solución final puede presentar leve turbidez; no filtrar. Conservar en recipiente limpio y opaco. Tiempo máximo de duración = 1 mes.

3.2.2. Cloruro férrico

Reactivos necesarios:

Cloruro férrico ($\text{FeCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$)	13,5 g
Acido clorhídrico (HCl), sol. 6 N	500 ml
Agua destilada	1000 ml

Preparación:

Solución madre: Disolver 13,5 g de cloruro férrico en 500 ml de ácido clorhídrico 6 N (250 ml de ClH. conc. llevados a 500 ml con agua destilada). Guardar en recipiente limpio y opaco: Duración = 1 mes.

Solución de trabajo: Tomar 190 ml de solución madre y llevar a 1000 ml con agua destilada. Guardar en recipiente limpio y opaco. Duración=1 semana.

3.2.3. P-amino dimetilanilina

Reactivos necesarios:

Clorhidrato de p-aminodimetilanilina (P.A.D.A)	1 g
Acido clorhídrico (HCl), sol. 6 N	500 ml
Agua destilada	1000 ml

Preparación:

Solución madre: disolver 1 g de clorhidrato de p-aminodimetilanilina en 500 ml de ácido clorhídrico 6 N. Guardar en recipiente limpio, opaco y bien cerrado. Duración: 1 mes.

Solución de trabajo: Tomar 190 ml de la solución madre y llevar a 1000 ml con agua destilada. Guardar en recipiente limpio y opaco.
Duración : 1 semana.

3.2.4. Soluciones patrón

3.2.4.1. Solución madre "A"

Reactivos necesarios:

Sulfuro de sodio ($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9 \text{H}_2\text{O}$) P.A.	0.95 g
Agua destilada	1000 ml

Preparación:

Disolver 0.95 g de sulfuro de sodio en 1000 ml de agua destilada. Se elegirán cristales largos y transparentes, lavados con pequeñas porciones de agua destilada y secados sobre papel de filtro. Guardar en recipiente limpio y opaco. Duración: 1 semana

3.2.4.2. Solución madre "B"

Reactivos necesarios:

Solución madre "A"	100 ml
Solución de reactivo absorbente	1000 ml

Preparación:

Tomar 100.0 ml de solución madre A y llevar a 1000.0 ml con solución de reactivo absorbente (3.2.1).

Valorar la solución obtenida según el método detallado en 3.2.5. Duración: 1 semana.

3.2.4.3. Solución madre "C"

Reactivos necesarios:

Solución madre "B"	10.0 ml
Solución reactivo absorbente	100.0 ml

Preparación:

Medir exactamente 10.0 ml de solución madre B y llevar a 100.0 ml con reactivo absorbente en matraz aforado calibrado. Esta solución debe prepararse fresca cada vez que se requiera su uso. (Duración máxima: 1 día).

3.2.4.4. Patrones de trabajo

Medir exactamente los volúmenes de solución madre C que se especifican en la Tabla 3.II y llevar a volumen con reactivo absorbente en matraz aforado calibrado de 100 ml.

Tabla 3.II

PATRON	VOL. SOL. MADRE C (ml)
1	2.0
2	5.0
3	10.0
4	20.0

La concentración de los patrones se calcula aplicando la siguiente fórmula:

$$P = \frac{X \times V \times 0.1}{V_f}$$

donde:

P = concentración del patrón de trabajo ($\mu\text{l H}_2\text{S/ml sol}$)

X = concentración de la solución madre "B" determinada según
3.2.5. ($\mu\text{l/ml}$)

V = volumen de solución madre "C" usado en la dilución (ml)

Vf= volumen corregido del matraz de 100 ml usado en la dilución
(ml)

EL USO DE VARIOS PATRONES SE REQUIERE PARA ESTABLE-
CER LA LINEARIDAD. PARA LA OPERACION DIARIA BASTA-
RA CON UN SOLO PATRON CERCANO A LA ZONA DE TRABAJO

3.2.5. Valoración de la solución madre "B"

La solución madre "B" se valora con una solución de tiosulfato, la cual a su vez se valora contra una solución de bi-iodato de potasio (patrón primario).

3.2.5.1. Preparación de la solución 0.025 N de tiosulfato de sodio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$).

Disolver 25 g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$ en un litro de agua destilada fresca y recién hervida. Agregar 5 ml de cloroformo y agitar para preservarla de la acción microbiológica.

Tomar 250 ml de esta solución y llevar a 1000 ml con agua destilada fresca y recién hervida para obtener la solución 0.025 N. En esta dilución no se hará tratamiento bactericida.

3.2.5.2. Preparación de la solución 0.025 N de bi-iodato de potasio $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$.

Secar la droga en estufa a 105°C durante 12 horas y dejar enfriar en desecador. Pesar lo más exactamente posible 1,6247 g y llevarlos a 500.0 ml con agua destilada en matraz aforado calibrado, obteniéndose así una solución 0.100 N. Para obtener

una solución 0.025 N, tomar 50.0 ml de la solución 0.100 N y llevar a 200.0 ml con agua destilada en matraz aforado calibrado.

3.2.5.3. Valoración de la solución 0.025 N de tiosulfato de sodio.

En un erlenmeyer de 250 ml que contiene aproximadamente 100 ml de agua destilada, se disuelven 2 g de ioduro de potasio (KI) libre de iodatos y se agregan luego 10 ml de ácido sulfúrico (H_2SO_4) 1:10 y 20.0 ml de solución 0.025 N de bi-iodato de potasio. Titular con la solución de $Na_2S_2O_3$ 0.025 N, agregando 2 ml de solución de almidón al 0.5 % en las cercanías del punto final, hasta observar la completa desaparición del color azul.

La normalidad exacta de la solución de tiosulfato se calcula aplicando la siguiente fórmula:

$$N_S = \frac{V_I \cdot N_I}{V_S}$$

donde:

V_I = volumen (ml) de solución de bi-iodato de potasio

N_I = normalidad de la solución

V_S = volumen (ml) de solución de tiosulfato usado en la titulación

N_S = normalidad de la solución de tiosulfato

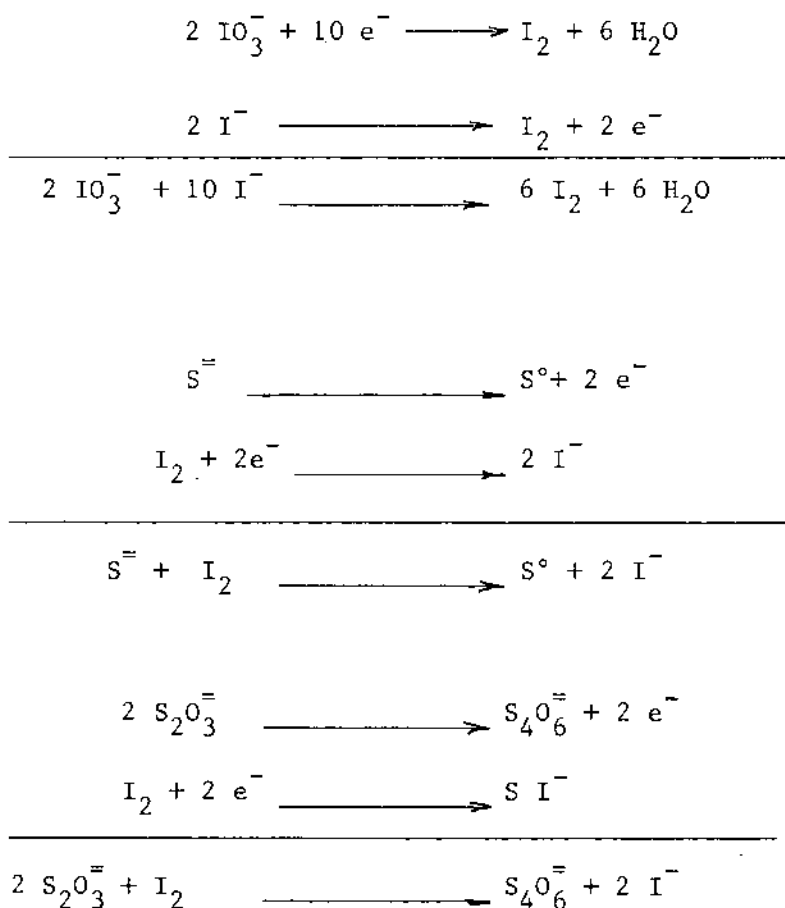
VALORAR DOS VECES POR SEMANA

3.2.5.4. Procedimiento para la valoración de la solución madre "B"

En un erlenmeyer de 250 ml con tapón esmerilado conteniendo 30 ml de agua destilada, se disuelve 1 g de ioduro de potasio libre de iodatos, agregándose luego 10 ml de H_2SO_4 1:10 y 10.0 ml de solución 0.025 N de $KH(IO_3)_2$. Entonces se agregan

100.0 ml de solución madre "B" de Na_2S , sumergiendo el pico de la pipeta en la solución contenida en el erlenmeyer, evitando la exposición al aire.

Se titula rápidamente con solución 0.025 N de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, agregando 2 ml de solución de almidón al 0.5 % en las cercanías del punto final. Se continúa la titulación hasta desaparición del color azul. Las reacciones que se suceden son las siguientes:



Se lleva a cabo un ensayo en blanco sustituyendo los 100 ml de solución madre por 100 ml de reactivo absorbente.

La determinación se realiza por duplicado. La concentración de la solución madre "B" se calcula aplicando la siguiente fórmula:

$$X = (V_B - V_M) \cdot N_S \cdot 122.5$$

donde:

X = concentración de solución madre "B" ($\mu\text{l H}_2\text{S} \cdot \text{ml}^{-1}$ sol a 25 °y
760 mm de Hg)

V_B = volumen (ml de solución 0.025 N de tiosulfato usado en la titulación
del blanco

V_M = volumen (ml) de solución 0.025 N de tiosulfato usado en la titulación
de la muestra

N_S = normalidad de la solución de tiosulfato determinada en 3.2.5.3.

LA SOLUCION MADRE "B" DEBERA SER VALORADA CADA VEZ QUE
SE REQUIERA SU USO

3.3. Condiciones de Operación

3.3.1. Performance

Tiempo de respuesta (ver Fig. 3.3.)	12 min.
Tiempo de retardo (ver Fig. 3.3.)	8 "
Tiempo de ascenso (ver Fig. 3.3)	4
Tiempo de caída (ver Fig. 3.3.)	8 "
Límite de detección	2 ppb
Consumo de reactivos	
Reactivo absorbente	575 ml/día
P-amino dimetil anilina	115 ml/día
Cloruro férrico	115 ml/día
Eficiencia de absorción	100 %

LA EFICIENCIA DE ABSORCIÓN SE MANTIENE SOLO PARA LAS CONDICIONES DE AJUSTE ESPECIFICADAS EN 3.3.2. SI ESTAS VARIAN LA EFICIENCIA DEBE- RA SER RECALCULADA

3.3.2. Ajuste del equipo

Velocidad de la bomba dosificadora	Lo (baja)
Flujo de reactivo absorbente	0.4 ml.min ⁻¹ ver 2.3.1
Flujo de aire (muestra)	0.76 l.min ⁻¹ a 25 °y
	760 mm Hg
Colorímetro: Canal A:	Referencia; sin celda
Canal B:	Muestra; celda de 50 mm x 2.0 mm Ø
Rev. Togle switch	I
Filtros:	660 nm en ambos canales

3.3.3. Lavado del sistema hidráulico

Lavar con agua destilada durante 30 minutos.

3.4. Expresión de resultados

La concentración de los patrones de trabajo puede ser expresada como una concentración de H₂S en muestra gaseosa aplicando la siguiente expresión:

$$G = \frac{P \times A \times 10^5}{B \times C}$$

donde:

G = concentración equivalente de H₂S en muestra gaseosa en ppb (µl H₂S/1000 l muestra).

P = concentración del patrón líquido en µl. ml⁻¹

A = flujo de reactivo absorbente calibrado (ml.min⁻¹)

B = eficiencia de absorción (3.3.1)

C = flujo de aire (muestra) calibrado ($l. \min^{-1}$).

Con los registros obtenidos al correr los patrones se construye una curva de calibración (ordenadas: porcentaje de registro; abscisas: concentración equivalente en muestra gaseosa).

La concentración de H_2S en aire se obtiene por interpolación en la curva de calibración con los valores de registro obtenidos para las muestras.

4. DETERMINACION DE ANHIDRIDO SULFUROSO (SO_2)

El SO_2 atmosférico se absorbe en una solución de tetracloromercuriato potásico formando un complejo no volátil (diclorosulfito mercuriato). Una alícuota de esta solución entra al sistema analítico en el cual se combina con solución de rosanilina decolorada y con formaldehído para formar el ácido metil sulfónico de p-rosanilina, el cual se dosa colorimétricamente a $560 \mu m$.

Se dosa además en el sistema solución de ácido sulfamílico para eliminar el NO_2 que podría estar presente, interfiriendo en el desarrollo del color y EDTA sódico (incorporado al reactivo absorbente) para evitar la interferencia de los metales pesados. Previamente a la lectura de absorbancia, la solución pasa por un baño termostatzado a 45° para estabilizar el color.

En la Tabla 4.I. se describe el tipo de tubo que pasa por cada canal de la bomba, su identificación (según apéndice B) y la solución a que está destinado.

Tabla 4.I.

CANAL	CAUDAL*	IDENTIFICACION	SOLUCION
1	0.40	Azul-Azul	Reactivo absorbente
2	0.30	Amarillo-Amarillo	Muestra
3	0.08	Negro-Negro	Aire (para burbujas de segmentación)
4	0.25	Gris-Gris	Acido sulfamílico
5	0.08	Negro-Negro	P- rosanilina
6	0.05	Naranja-blanco	Formaldehído
7	0.40	Azul-Azul	Desecho
8	0.63	Violeta-Violeta	Desecho

* Caudales en $\text{ml} \cdot \text{min}^{-1}$ correspondientes a velocidad de bomba dosificadora lenta (Lo).

SE DEBERAN EVITAR LAS CONEXIONES METALICAS YA QUE EL TETRACLO-
ROMERCURIATO PUEDE ATACARLAS. TODOS LOS TUBOS INTERMEDIOS
DEBERAN SER DE POLIETILENO (DIAMETRO INTERNO 0.034 PULGADAS).

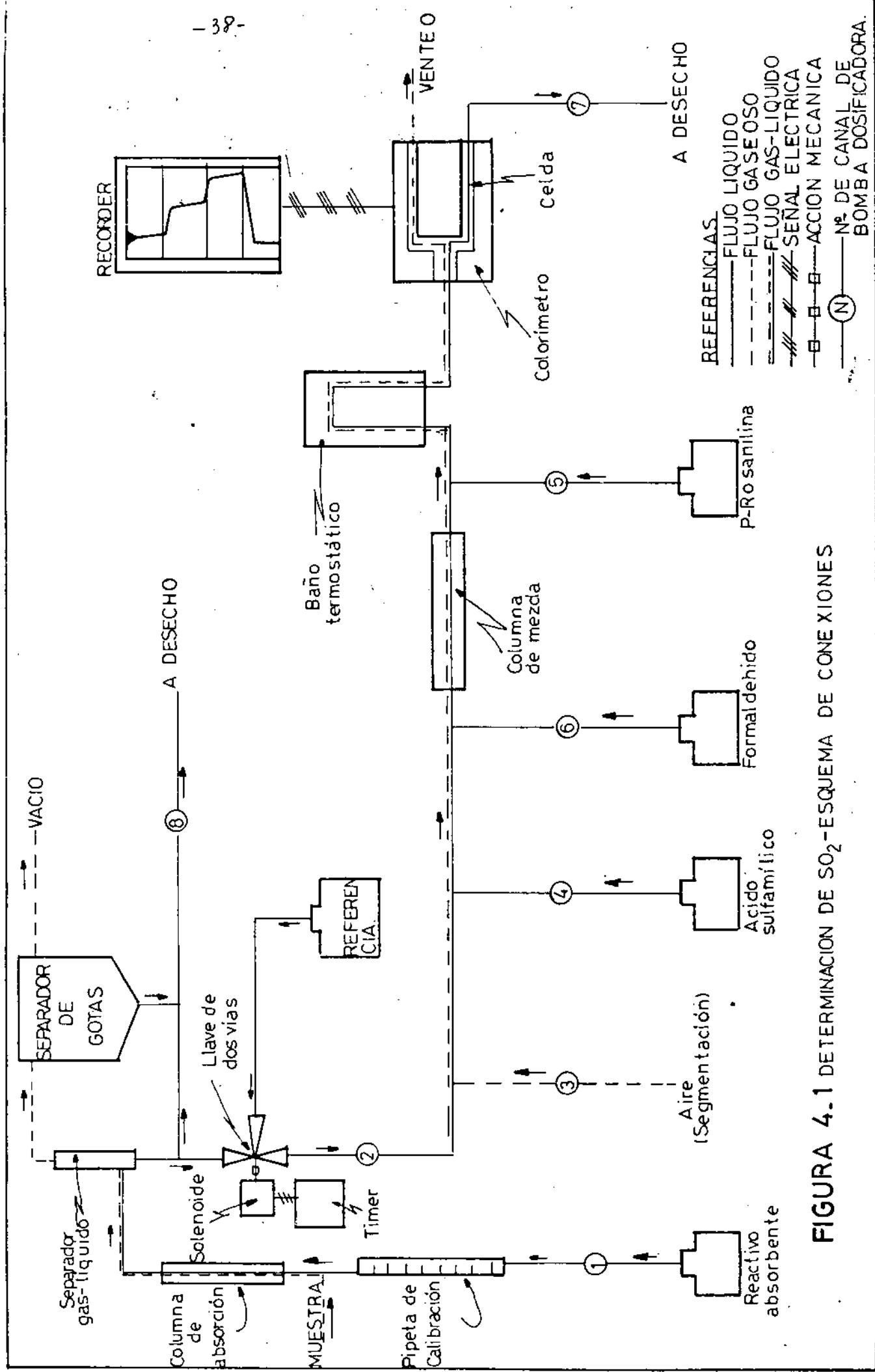


FIGURA 4.1 DETERMINACION DE SO_2 - ESQUEMA DE CONEXIONES

4.2. Reactivos

4.2.1. Reactivo absorbente (solución 0.04 M de Tetracloromercuriato potásico)

- Reactivos necesarios:

Cloruro mercúrico-forma cristalina (HgCl_2)	43.44 g
Cloruro de potasio (KCl)	24.00 g
EDTA sódico	0.264 g
Agua destilada c.s.p.	4.000 ml

- Preparación

Disolver 43.44 g de cloruro mercúrico, 24.00 g de cloruro de potasio y 0.264 g de EDTA Na_2 en aproximadamente 2 litros de agua y diluir a 4 lts. Guardar en recipiente limpio y opaco. Duración: 15 días.

ATENCIÓN: ESTE REACTIVO ES ALTAMENTE TOXICO Y SE ABSORBE CON FACILIDAD A TRAVES DE LA PIEL

4.2.2. Formaldehído

- Reactivos necesarios:

Formaldehído (HCHO) 37%	5.0 ml
Agua destilada c.s.p.	1000. ml

- Preparación:

Llevar 5.0 ml de formaldehído a 1000 ml con agua destilada. Guardar en recipiente limpio, opaco y de cierre hermético. Duración : 1 semana.

4.2.3. Acido sulfamílico

- Reactivos necesarios:

Acido sulfamílico ($\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}$)	2.0 g
Agua destilada c.s.p.	1000 ml

-Preparación

Disolver 2.0 g de ácido sulfamílico en aproximadamente 800 ml de agua destilada y llevar a 1000 ml. Guardar en recipiente limpio, opaco y de cierre hermético.

4.2.4. Solución de p-rosanilina

4.2.4.1. Solución madre

- Reactivos necesarios:

Clorhidrato de p-rosanilina	1.0 g
Agua destilada c.s.p.	500 ml

- Preparación

Disolver 1.0 g de clorhidrato de p-rosanilina en 500 ml de agua destilada. Mezclar y dejar en reposo durante tres días. Transcurrido este tiempo, filtrar la solución y guardar en recipiente limpio, opaco y de cierre hermético.

4.2.4.2. Solución de trabajo

- Reactivos necesarios

Solución madre (4.2.4.1.)	80 ml
Acido fosfórico (H_3PO_4)	125 ml
Agua destilada c.s.p.	1000 ml

- Preparación

Verter 80 ml de solución madre en un matraz aforado de 1000 ml. Agregar, lentamente y agitando, 125 ml de ácido fosfórico. Dejar

reposar la mezcla durante 5 minutos y luego llevar a volumen con agua destilada. Guardar en recipiente limpio, opaco y de cierre hermético.

4.2.5. Solución patrón

4.2.5.1. Solución madre "A"

- Reactivos necesarios

Metabisulfito de sodio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$)	385 mg
--	--------

Agua destilada c.s.p.	1000 ml
-----------------------	---------

- Preparación

Disolver 385 mg de metabisulfito de sodio en aproximadamente 500 ml de agua destilada y diluir a 1000,0 ml. Valorar según la técnica descrita en 4.2.6. Esta solución debe prepararse fresca cada vez que se requiera su uso.

4.2.5.2. Solución madre "B"

- Reactivos necesarios:

Solución madre "A" (4.2.5.1)	5.0 ml
------------------------------	--------

Reactivo absorbente (4.2.1.)c.s.p.	500 ml
------------------------------------	--------

- Preparación

Tomar 5.0 ml de solución madre "A" y llevar a 500.0 ml con reactivo absorbente. Usar material volumétrico calibrado.

4.2.5.3. Soluciones de trabajo

Medir exactamente los volúmenes de solución madre "B" (4.2.5.2.) que figuran en la Tabla 4.II y llevarlos a 100.0 ml con reactivo absorbente.

Tabla 4.II

PATRON	ml DE SOLUCION MADRE "B"
1	1.0
2	10.0
3	40.0
4	Sol. madre "B" sin diluir

La concentración de los patrones se calcula aplicando la siguiente fórmula:

$$P = \frac{X \cdot V \cdot 0.01}{v_f}$$

donde:

P = concentración del patrón de trabajo ($\mu\text{l} \cdot \text{ml}^{-1}$)

X = concentración de la solución madre "A" en $\mu\text{l} \cdot \text{ml}^{-1}$ (según 4.2.6.).

V = volumen (*) de solución madre "B" tomado para la dilución (ml).

Vf = volumen (*) final de la última dilución (ml).

(*) Si se trabaja con material calibrado incluir factores de corrección.

LOS PATRONES PREPARADOS SEGUN 4.2.5.3. SON PARA DETERMINACIONES EN EL AMBITO 0.01-1,00 ppm. SE PUEDE VARIAR EL AMBITO DE TRABAJO MEDIANTE LA APLICACION DE OTROS PATRONES

CON CAMBIOS EN EL ACONDICIONAMIENTO DEL EQUIPO.
POR EJEMPLO PARA TRABAJAR EN EL AMBITO 0-100 ppb,
USAR UNA CELDA DE 50 mm y PREPARAR PATRONES REPRESENTATIVOS EN ESE RANGO (SOL. MADRE "B": 1.0 mL DE SOL. MADRE "A" LLEVADOS A 1000 mL CON REACTIVO ABSORBENTE; SOLUCIONES PATRON: IDEM 4.2.5.3.;
 $P = X.v.0.001/V_6$).

4.2.6. Valoración de la solución madre "A" de metabisulfito de potasio.

4.2.6.1. Preparación de una solución de I_2 aproximadamente 0.025 N.

Disolver 5 g de ioduro de potasio (IK) en una pequeña cantidad de agua destilada hervida y aún caliente. Enfriar y agregar 1.59 g de I_2 resublimado, llevando a 500,0 ml con agua destilada en un matraz aforado.

4.2.6.2. Preparación de solución de almidón al 0.5 %

A una suspensión de 5.0 g de almidón soluble en 400 ml de agua destilada conteniendo 20 mg de HgI_2 (preservador) se agrega con agitación solución al 20 % de Na_2OH hasta obtener una solución espesa, siruposa y casi clara (aproximadamente 90 ml de $NaOH$ al 20 %). La solución se deja en reposo durante una hora y luego se lleva a $PH=7$ con ácido clorhídrico concentrado. Finalmente se lleva a 1 litro con agua destilada.

4.2.6.3. Valoración

En un erlenmeyer de 250 ml con tapón esmerilado y que contiene 20.0 ml de solución de I_2 0.025 N y 5 ml de ácido acético glacial se agregan lentamente y con agitación 50.0 ml de solución

madre "A", evitando la exposición al aire y respetando el orden de agregado de reactivos. Se titula rápidamente con solución de sulfito de sodio 0.025 N o de normalidad conocida (ver preparación y valoración de la solución de sulfito de sodio en 3.2.5.1. y 3.2.5.3. respectivamente) hasta que el color marrón del yodo casi haya desaparecido. Entonces se agregan 2 ml de solución al 0.5 % de almidón y se continúa la titulación hasta completa desaparición del color azul.

El procedimiento se repite sustituyendo los 50.0 ml de solución madre "A" con 50.0 ml de agua destilada (ensayo en blanco).

La concentración de la solución madre "A" se calcula aplicando la siguiente fórmula

$$X = (V_b - V_m) \cdot N_T \cdot 245$$

donde:

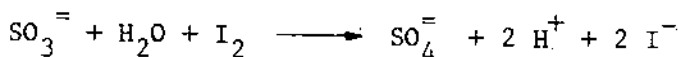
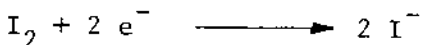
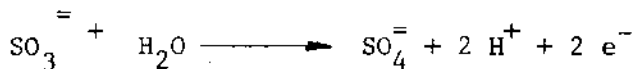
X = concentración de la solución madre "A" de metabisulfito en $\mu\text{l} \cdot \text{ml}^{-1}$

V_b = volumen de $\text{S}_2\text{O}_3^{=}$ utilizado en la titulación del blanco (ml)

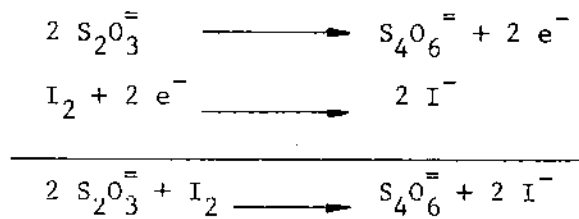
V_m = volumen de $\text{S}_2\text{O}_3^{=}$ utilizado en la titulación de la muestra (ml)

N_T = normalidad de la solución de $\text{S}_2\text{O}_3^{=}$

Reacciones que tienen lugar en la valoración:



El I_2 en exceso se titula con $S_2O_3^{=}$:



4.3. Condiciones de Operación

4.3.1. Performance

Tiempo de respuesta (Fig. 3.3.)	14.5 min
Tiempo de retardo (Fig. 3.3.)	11.5 min
Tiempo de ascenso (Fig. 3.3)	3.0 min
Tiempo de caída (Fig. 3.3)	4.0 min
Límite de detección (ámbito 0.01-1.00 ppm)	0.01 ppm
Consumo de reactivos:	
- Reactivo absorbente	576 ml/día
- Acido sulfamílico	83 ml/día
- Formaldehído	83 ml/día
- P. rosanilina	115 ml/día
- Referencia (patrón)	18 ml/día
Eficiencia de absorción	99 %

LA EFICIENCIA DE ABSORCION SE MANTIENE SOLO PARA LAS
CONDICIONES DE AJUSTE DEL EQUIPO ESPECIFICADAS EN 4.3.2.
SI ESTAS VARIAN LA EFICIENCIA DEBE SER RECALCULADA

4.3.2. Ajuste del equipo

Velocidad bomba dosificadora

Lo (baja)

Flujo de reactivo absorbente	0.4 ml.min ⁻¹ (ver 2.3.5)
Flujo de aire (muestra)	0.40 l.min ⁻¹ (25 °C 760 mm Hg)
Colorímetro	
Canal A	Muestra, celda de 15 mm x 2.0 mm ϕ
Canal B	Referencia, sin celda
Rev. Togle Switch	D
Filtros	560 μ m en ambos canales

4.3.3. Lavado del sistema hidráulico

Lavar con solución de hidróxido de sodio 2 N y luego con agua destilada.

CUANDO SE LAVA EL SISTEMA CON NaHO SE FORMA UN PRECIPITADO de HgO (OXIDO DE MERCURIO, AMARILLO), SUSTANCIA ALTAMENTE VENENOSA

4.3.4. Expresión de resultados

La concentración de los patrones de trabajo puede ser expresada como la concentración de SO₂ en muestra gaseosa aplicando la siguiente expresión.

$$G' = \frac{P \times A \times 10^2}{B \times C}$$

G' = concentración de SO₂ en aire (muestra gaseosa) en ppM a 25 °C y 760 mm Hg

P = concentración de patrón líquido según 4.2.5.3. (μl. ml⁻¹)

A = flujo de reactivo absorbente, calibrado (ml.min⁻¹)

B = eficiencia de absorción (4.3.1.)

C = flujo de muestra (aire) calibrado (ml.min⁻¹)

Con los registros obtenidos al correr los patrones se construye una curva de calibración (ordenadas: porcentaje del registro; abscisas: concentración, Ver Fig. 4.2 y 4.3).

La concentración de SO_2 en aire se obtiene por interpolación en la curva de calibración, entrando con los valores de registro obtenidos para la muestra.

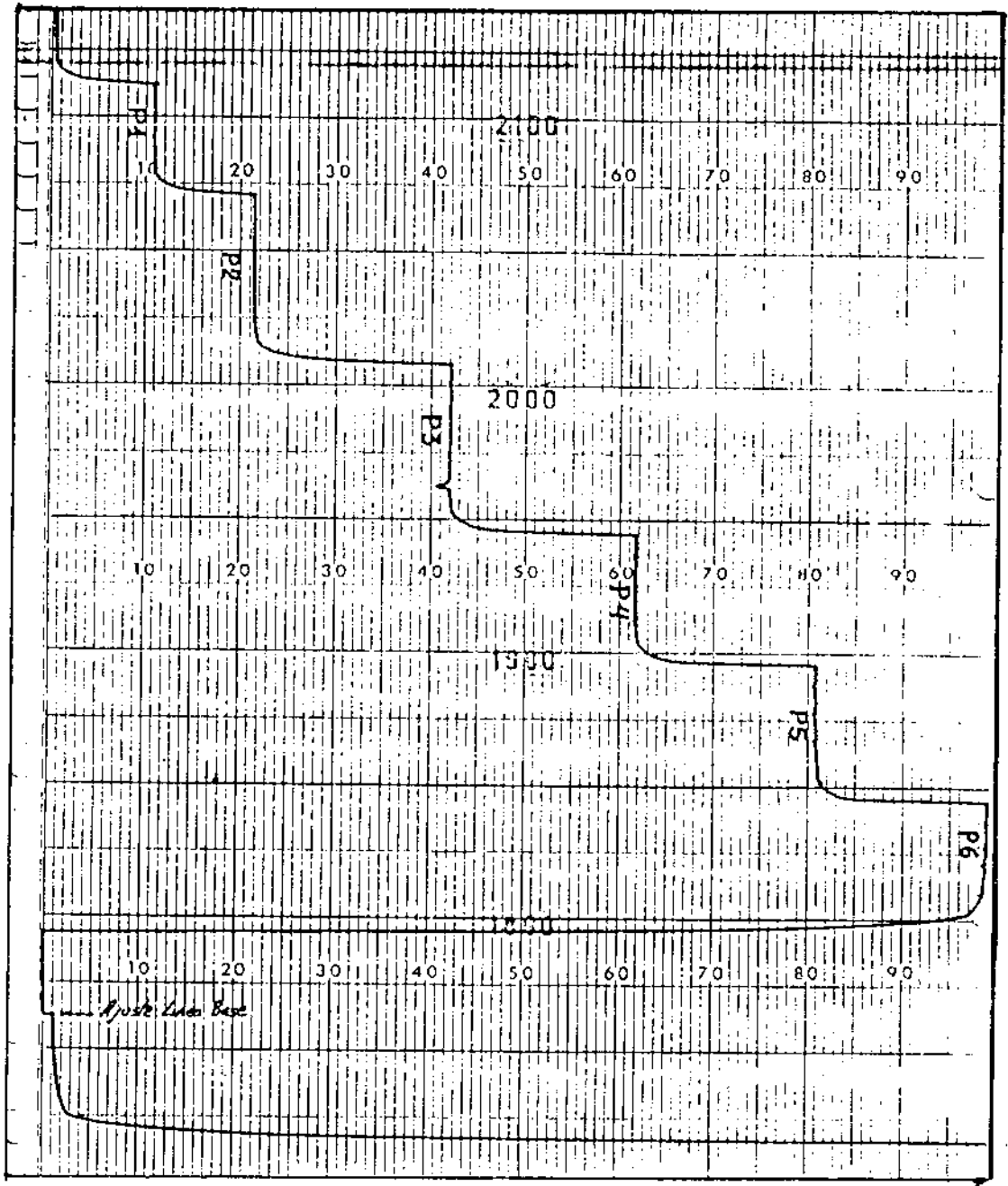


FIGURA 4.2 REGISTRO OBTENIDO PARA UNA SERIE DE PATRONES.

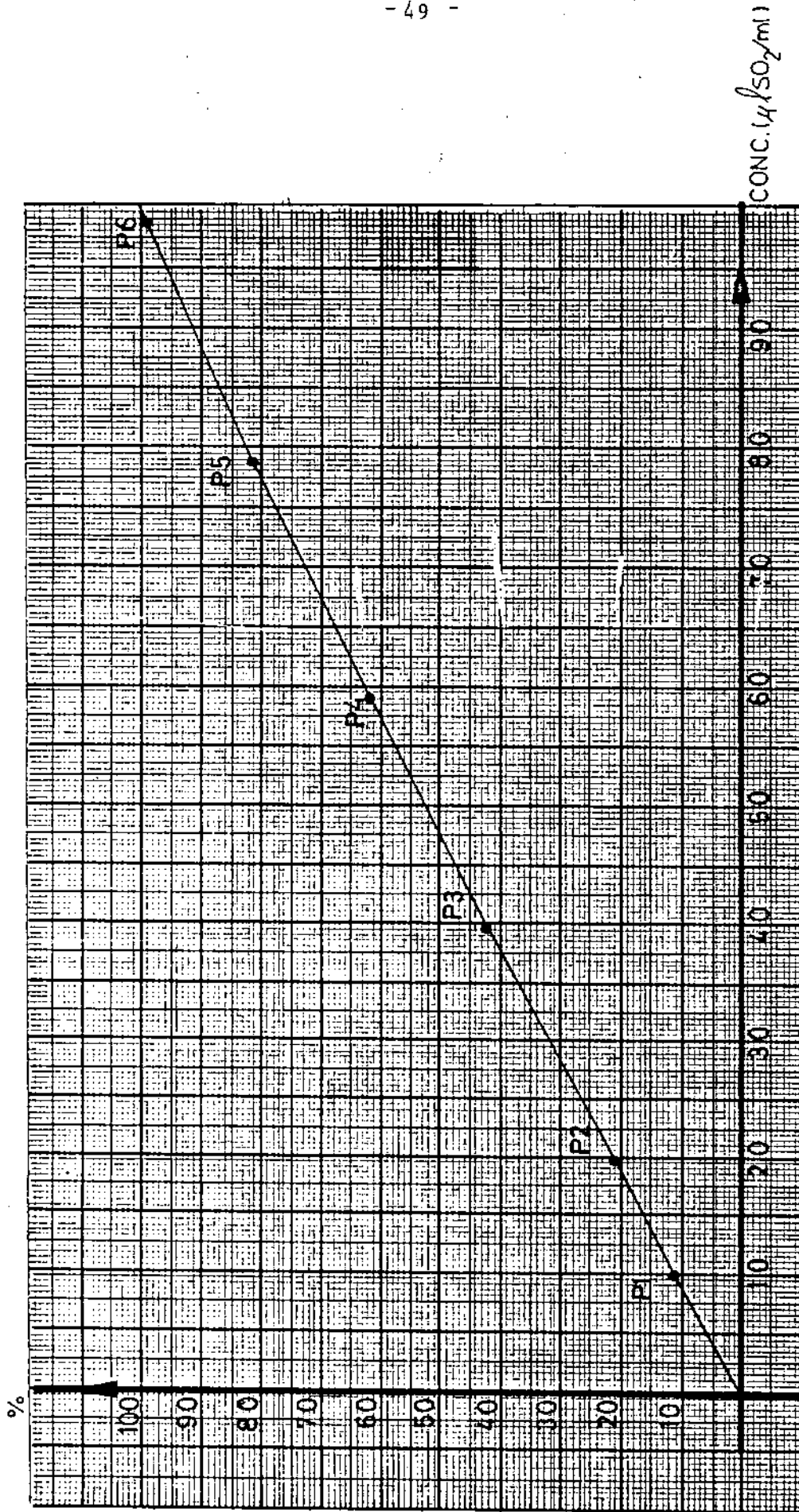


FIGURA 4.3 CURVA DE CALIBRACION CONSTRUIDA CON EL REGISTRO DE FIG.-4.2

APENDICE A

Calibración del Rotámetro

Las divisiones del rotámetro que posee el analizador A.M.IV representan altura del indicador (en cm), siendo por lo tanto necesaria la calibración del mismo.

La calibración se lleva a cabo con un caudalímetro a burbuja o cualquier otro instrumento que produzca la menor pérdida de carga posible durante la medición.

Por carecerse de un caudalímetro de suficiente volumen como para medir caudales altos, se usó una bureta invertida, tomándose el tiempo de pasaje de la burbuja entre la menor y la mayor división. Los datos así obtenidos figuran en la Tabla A.I. y la curva de calibración construída con los mismos en la Fig. A.1

Tabla A.I.
Calibración del Rotámetro

V = 50.0 ml

DIVISION DEL ROTAMETRO	VALOR DE LAS MEDICIONES (TIEMPO DE PASAJE DE LA BURBUJA)								PROMEDIO	CAUDAL
	(seg)								(seg)	(l/min)
1	62.4	62.6	62.6	62.6	62.4	62.6	62.6	62.6	62.5	0.048
2	32.4	32.4	32.0	32.3	32.0	32.5	31.8	32.6	32.2	0.093
3	18.4	18.4	18.3	18.5	18.5	18.5	18.3	18.4	18.4	0.163
4	12.4	12.8	12.8	12.2	12.6	12.6	12.2		12.5	0.240
5	9.2	9.2	8.8	8.8	9.2	9.0	9.0		9.0	0.333
6	6.6	7.0	6.8	6.6	7.1	6.8	7.0	6.9	6.8	0.441
7	5.8	6.0	5.8	5.6	5.8	5.8	5.8	5.8	5.8	0.517
8	4.9	5.2	4.9	4.9	5.2	4.9	5.2	5.0	5.0	0.600
9	4.1	4.3	4.5	4.2	4.1	4.4	4.3	4.4	4.3	0.698
10	3.8	3.9	3.8	3.8	3.8	3.9	3.9	4.0	3.9	0.769

Mangueras de la bomba dosificadora: identificación del diámetro de las mismas por los colores de sus extremos de enganche en la bomba

APENDICE B

COLOR	DIAMETRO INTERNO (pulgadas)	CAUDAL EN BAJA VELOC. (c.c./min)	CAUDAL EN ALTA VELOC. (c.c./min)
naranja-negro		0.004	0.015
naranja-rojo		0.012	0.12
naranja-azul	0.010	0.012	0.05
naranja-verde	0.015	0.025	0.10
naranja-amarillo	0.020	0.04	0.16
naranja-blanco	0.025	0.05	0.23
negro-negro	0.030	0.08	0.32
naranja-naranja	0.035	0.10	0.42
blanco-blanco	0.040	0.15	0.60
rojo -rojo	0.045	0.20	0.80
gris - gris	0.051	0.25	1.00
amarillo-amarillo	0.056	0.30	1.20
azul-azul	0.065	0.40	1.60
verde-verde	0.073	0.50	2.00
violeta-violeta	0.081	0.63	2.50
violeta-negro	0.090	0.72	2.90

violeta-naranja	0.110	0.85	3.40
violeta-blanco	0.110	0.98	3.90
azul-amarillo	0.060	0.35	1.40
azul-rojo		0.015	0.060

APENDICE C

Electrogenerador del laboratorio móvil: Descripción y funcionamiento

C.1. Ubicación

El electrogenerador se encuentra en un compartimiento especial en la parte delantera derecha del carrozado. Se accede al mismo por una puerta externa (Fig. C.1) o bien por dos puertas en el interior del laboratorio ubicadas bajo la pileta. En la parte superior izquierda del compartimiento (accediendo por la puerta externa) se encuentra la boca de llenado del tanque de nafta del generador.

El equipo se ha instalado sobre una bandeja deslizable lo que permite sacarlo del compartimiento a fin de reducir el ruido dentro del laboratorio y brinda accesibilidad en tareas de reparación o mantenimiento (Fig. C.2).

C.2. Características

C.2.1. Generador

Voltios C.A.: 220
Fase : 1
K.V.A. : 2
Vatios : 2000
Ciclos : 50
Voltios C.C.: 12

C.2.2. Motor

Tipo: Combustión interna, en 4 tiempos
Cilindros: 1
Cilindrada: 409,66 cm³
Relación de compresión : 5,5:1
R.P.M.: 1.500
Potencia: 4.5 HP
Arranque: automático (batería 12 V) o manual (correa)

C.3. Controles

La caja de control se encuentra en la parte superior del motor. En ella se encuentran:

- 1 interruptor de arranque-parada
- 1 amperímetro
- 1 interruptor carga alta/baja
- 1 interruptor arranque automático manual

C.4. Puesta en marcha y funcionamiento

C.4.1. Arranque automático

- Desconectar todas las cargas "pesadas" de la línea.
- Verificar la puesta a tierra y conexiones eléctricas. Abrir el interruptor de la batería (bajomesada).
- Abrir el grifo ubicado en la parte inferior del tanque de nafta (alimentación al motor).
- Si la manguera de nafta y el carburador estuvieran secos, bombear combustible al mismo manejando la palanca cebadora de la bomba o bien manteniendo el botón de arranque-parada en la posición de arranque durante algunos segundos).
- Llevar el interruptor "arranque automático/manual" a posición automático.
- Poner el interruptor de arranque/parada en posición de arranque. El equipo debe arrancar después de unas cuantas revoluciones del motor.
- Suelte el interruptor tan pronto como el equipo funcione y asegúrese que el mismo vuelva a su posición central.
- En el caso que el equipo no arranque después de unos pocos intentos de 5 segundos cada uno, revise cuidadosamente los sistemas de combustible y encendido. No agotar la batería.

C.4.2. Encendido manual

- Repetir los 4 primeros puntos de C.4.1.

- Llevar el interruptor "arranque automático-manual" a posición "manual".
- Enganchar el nudo de la cuerda de arranque en una muesca del volante y enrollar la cuerda hacia la derecha, dejando unos pocos centímetros libres a partir del mango.
- Arrancar el equipo con un fuerte pero uniforme tirón de la cuerda, desenrollándola rápidamente y de una sola vez.
- Si la planta no arranca después de unos cuantos intentos, revisar el sistema de combustible y encendido. Asegurarse que la batería de arranque esté conectada.

C.5. Apagado

Para parar el motor mantener el interruptor de arranque parado en posición de parado hasta que el motor se detenga totalmente. Si se lo suelta antes, el equipo puede adquirir velocidad nuevamente y seguir funcionando.

En caso de emergencia, si el botón de parada falla, el equipo puede pararse cerrando el grifo de alimentación de combustible.

APENDICE D

NOTAS OPERATIVAS DE IMPORTANCIA Y ESQUEMA GENERAL DE TRABAJO

Este apéndice consta de notas sobre la operación del A.M.IV obtenidas a partir de las experiencias de trabajo realizadas con el mismo. En la parte final del apéndice se dan algunas pautas sobre el esquema general de trabajo con el laboratorio móvil para la determinación de vestigios de SH_2 ó SO_2 en la atmósfera.

D.1. Notas sobre la operación

D.1.1. Válvula solenoide

En el transcurso de las pruebas realizadas con el A.M. IV se observó que se introducían pequeñas burbujas de aire en el flujo de muestra absorbida o en el de referencia a través de la válvula solenoide. Estas burbujas originan "ruidos" o interferencias en el registro (según se explica en la sección 3.2.8. del capítulo 2).

La introducción de estas burbujas se debe posiblemente al desgaste de las piezas de la válvula, la cual fue desarmada y rearmada sin lograrse mejoras en su funcionamiento. Dado la imposibilidad de conseguir los respuestos para su reparación, se aconseja modificar la operatoria descrita en el manual de la siguiente manera:

- Operación normal: hacer un "by-pass", conectando directamente la manguera de entrada normal proveniente del separador con la manguera de salida común de la válvula (Fig. D.1).
- Soluciones de referencia (Patrones y reactivo Absorbente): la introducción de estas soluciones en el sistema se hará directamente a través de la manguera de salida común de la válvula, introduciéndola en el frasco de la solución de interés de forma tal que "pesque" directamente en el líquido (Fig. D.2).

Este inconveniente en el funcionamiento de la válvula inhabilita al equipo para operar con autocorrección ya que este modo de operación

exige la entrada de reactivo absorbente a través de la entrada de referencia de la válvula solenoide.

D.1.2. Bomba dosificadora:

El desgaste producido en alguno de sus componentes originan en cada ciclo de la bomba un "punto muerto" en el cual no se ejerce el empuje necesario para mantener el caudal constante. Esto origina pequeños retrocesos en todas las corrientes lo que da como resultado un ruido continuo y de amplitud constante en el registro. Este ruido puede ser disminuído operando en los modos DAMP 1 ó DAMP 2

D.1.3. Tiempo de estabilización:

Por tratarse de un equipo diseñado para funcionamiento continuo, si bien los tiempos de estabilización que figuran en el Manual (dado por el fabricante) oscilan alrededor de 2 hs (total), la mejor performance se obtiene después de un funcionamiento continuo de por lo menos 12 hs.

Una vez que el equipo entra en régimen, si se lo detiene momentáneamente o se cambian las condiciones de operación se puede considerar un tiempo de estabilización entre 30 y 60 minutos según los cambios introducidos.

D.1.4. Filtros del colorímetro

Para la determinación de SH_2 se dispone de un solo filtro de 560 μm . Se probó de operar con un filtro de 660 μm en el canal de referencia pero debido a que la fuente no emite con energía constante se obtuvieron registros muy inestables en los cuales fue imposible fijar una línea de base.

De lo dicho surge la importancia de trabajar con filtros de absorción similares, tanto en lo que a ancho de banda se refiere como también a su eficiencia.

D.1.5. Técnica de SO_2

Durante las pruebas realizadas se midió el tiempo que transcurre entre el agregado de reactivos y la lectura de la muestra, obteniéndose un valor aproximado de 7.5 minutos. La técnica original (Anal.Chem.

28,1816(1956) aconseja un tiempo de 20 a 30 minutos entre agregado de los reactivos y la lectura. Por lo tanto se aconseja adicionar al sistema un retardador (una columna de mezcla, por ejemplo) entre el dosaje de reactivos y el baño termostático de forma tal que transcurra mayor tiempo para el desarrollo de color antes de su estabilización (Fig. D.3).

D.1.6. Técnica de H_2S

Los reactivos para esta técnica son muy sensibles a la luz y al oxígeno del aire, debiéndoselos resguardar al máximo posible a fin de obtener datos confiables.

D.2. Esquema general de trabajo:

D.2. 1. Puntos de muestreo y análisis: los mismos serán los determinados por el cronograma y la red de muestreo a diseñar. Como pautas generales se puede decir que el análisis estará dirigido a:

- Evaluar concentraciones que puedan afectar a receptores potenciales (muestreo en zonas habitadas).
- Evaluar concentraciones para adoptar los modelos matemáticos de dispersión a utilizar (muestreo en puntos representativos estadísticamente).

D.2.2. Metodología de la medición: Una vez instalado el equipo en el lugar de trabajo, se efectuarán cada media hora mediciones de parámetros meteorológicos (velocidad del viento, dirección del viento, temperatura y nubosidad) de acuerdo a las instrucciones de los Manuales de los equipos dispuestos a tal fin en el laboratorio móvil.

A partir de los registros gráficos del A.M. IV y de las curvas de calibración, se calculará la concentración de contaminante para el momento en que se efectuó la medición meteorológica.

D.2.3. Reporte de los resultados: los valores obtenidos se volcarán en planillas diarias (Fig. D.4) la cual será elevada para su posterior evaluación.

En el espacio de la planilla correspondiente a observaciones se anotará cualquier información que pudiera contribuir a una mejor interpretación de los resultados (lluvias u otros fenómenos meteorológicos, topografía de la zona, funcionamiento del equipo, etc.).

caudal ($\text{l}\cdot\text{min}^{-1}$)

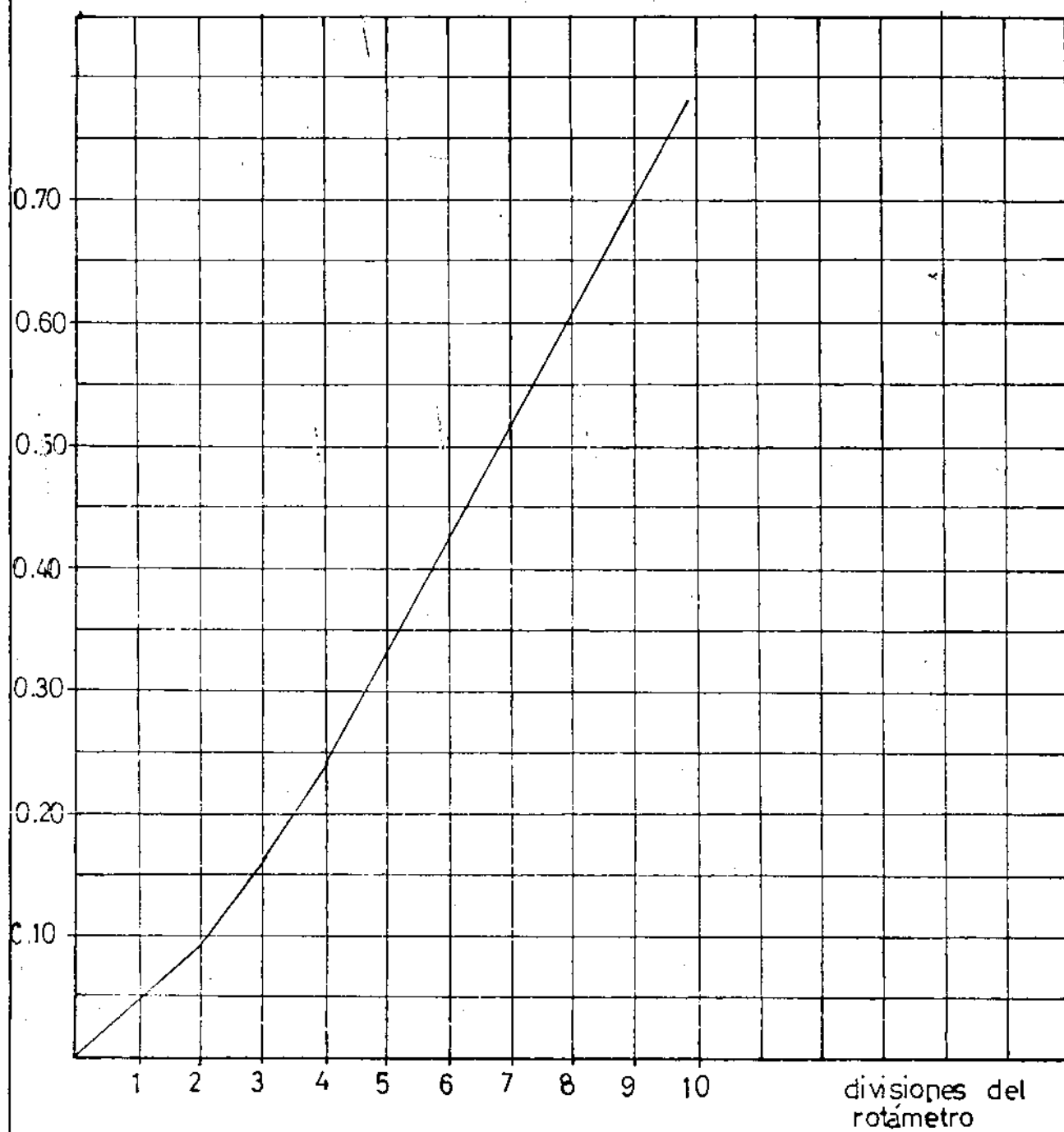


FIGURA A-1 CALIBRACION DEL ROTAMETRO

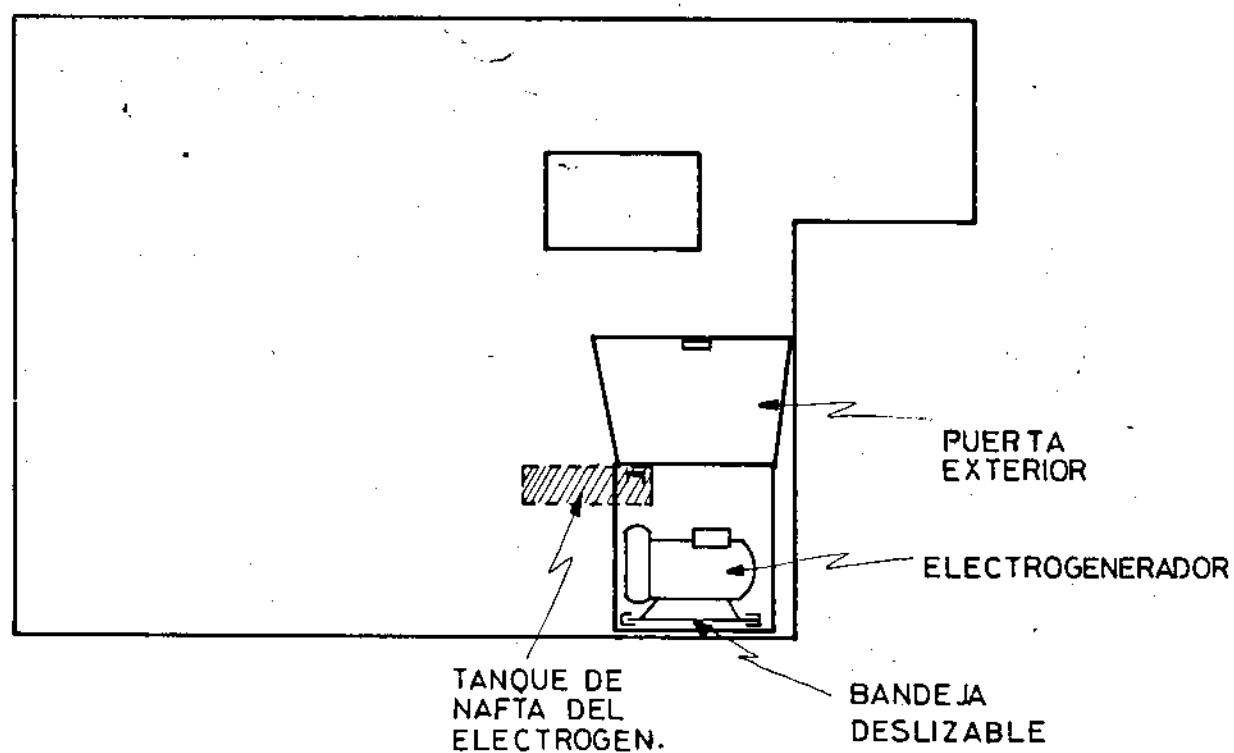


FIGURA C.1 UBICACION DEL ELECTROGENERADOR EN EL CARROZADO

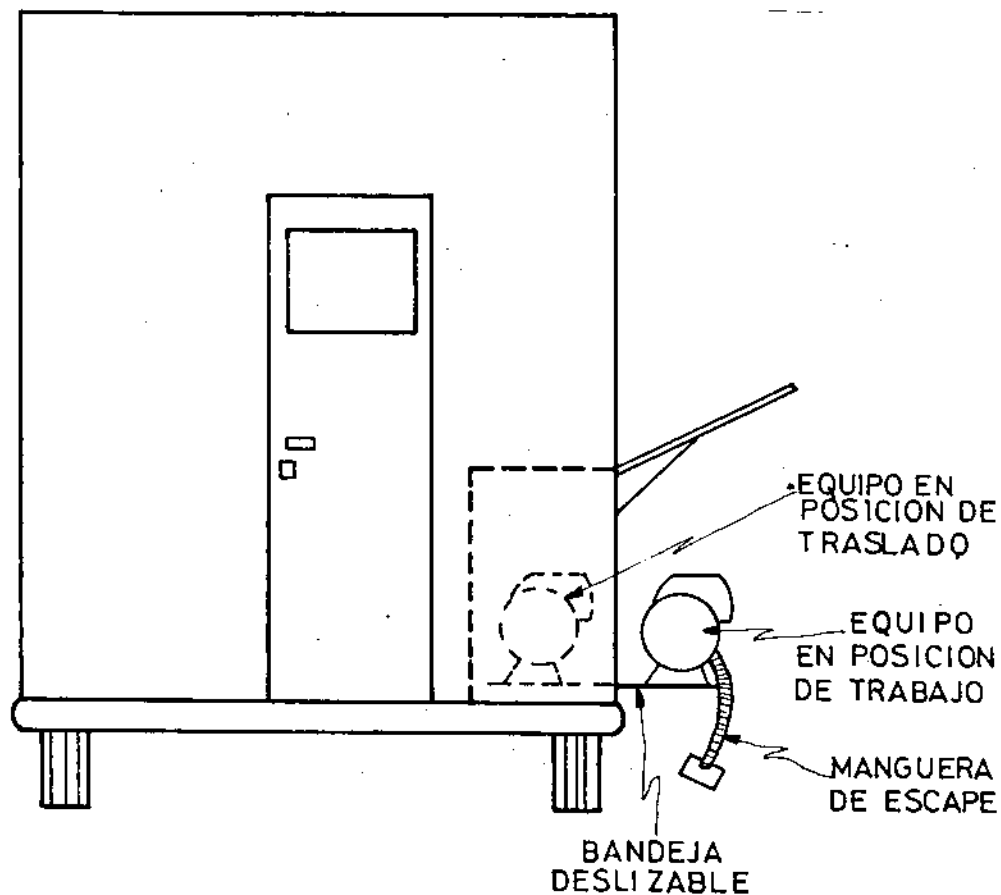


FIGURA C.2 ELECTROGENERADOR EN POSICION DE TRABAJO

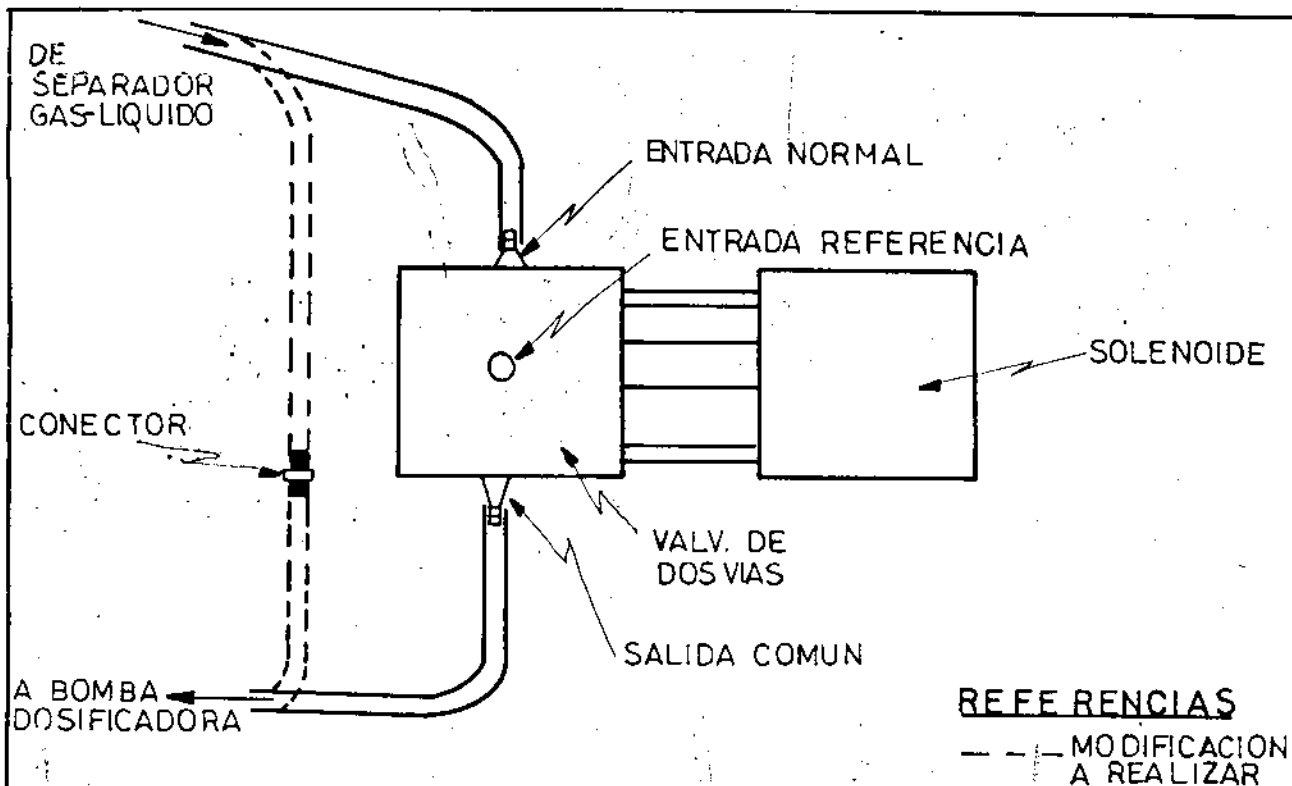


FIGURA. D.1 VALV. SOLENOIDE MODIFICACION PARA OPERACION NORMAL.

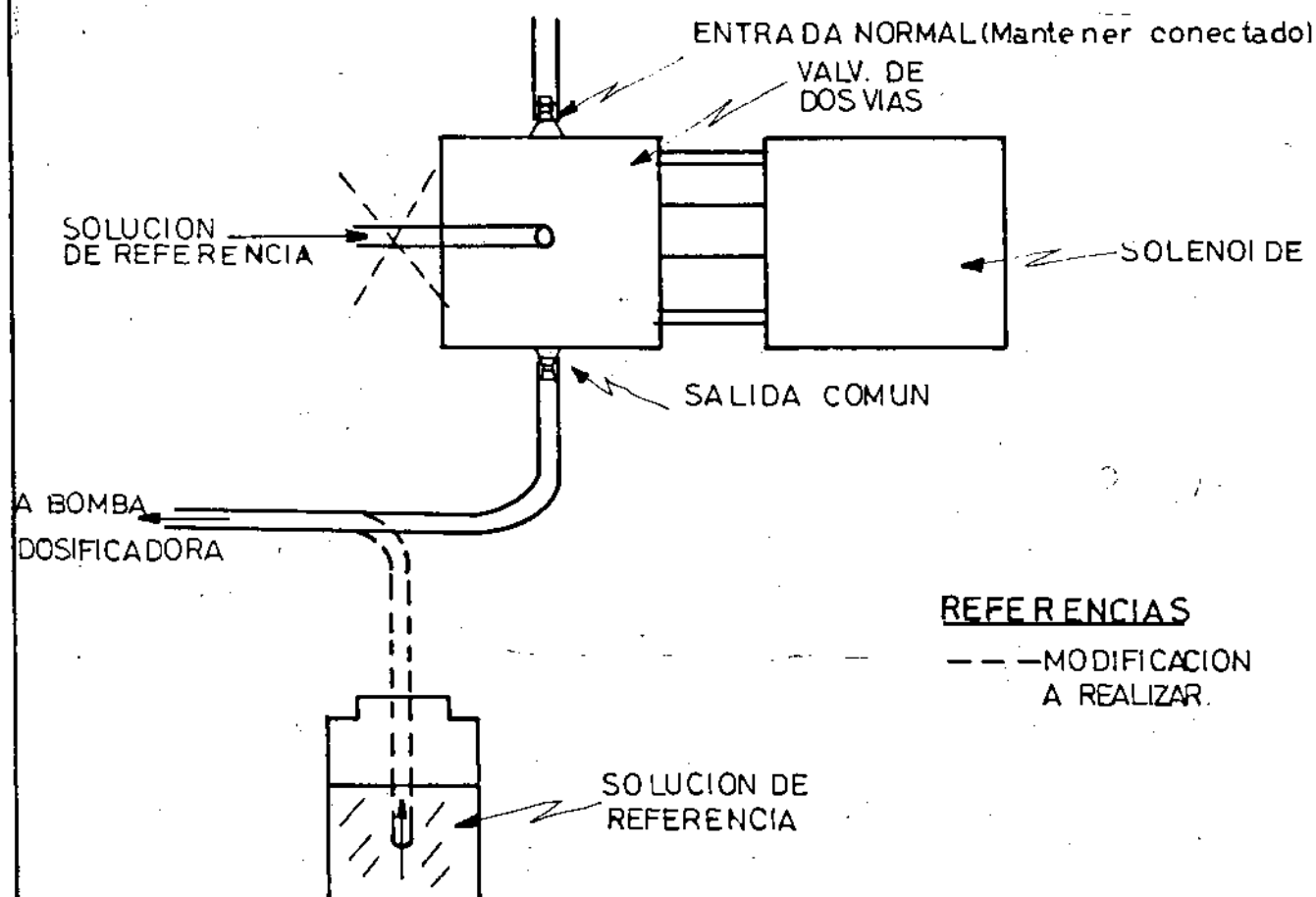


FIGURA. D.2 VALV. SOLENOIDE MODIFICACION PARA TOMA DE REFERENCIA.

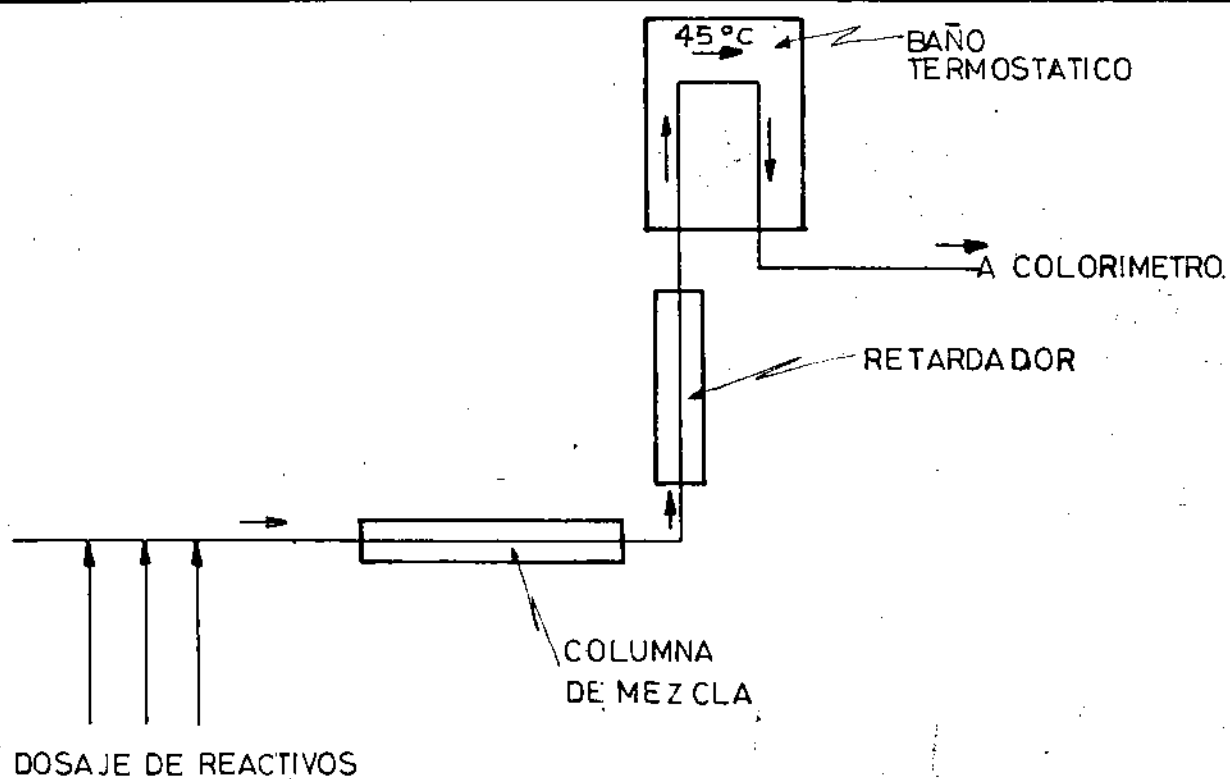


FIGURA D.3 ESQUEMA PARA INTERCALAR EL RETARDADOR.

