

03.84.22

COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA

DIRECCION INVESTIGACION Y DESARROLLO

GERENCIA PROCESOS QUIMICOS

Departamento Química

"DESCOMPRESION DEL H_2S DISUELTO EN MUESTRAS LIQUIDAS"

E.A.Rojo y O. Lires

1984

COPIA N° 1

DESCOMPRESIÓN DEL H_2S DISUELTO EN MUESTRAS LIQUIDAS

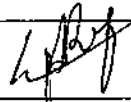
REVISION N°: 1

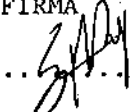
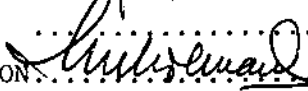
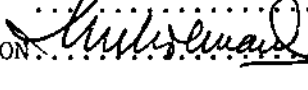
FECHA:

APLICACION: 1,2,3,4,9,11,16,17,22,23,25,28,29,30,32,42,
43,45,54, del área 1000

CONDICIONES DE VALIDEZ: -----

	FIRMA	ACLARACION	FECHA
AUTORES		E.A. ROJO	
		Q.A. LIRES	

SUPERVISOR: E.A. ROJO 

	FIRMA	ACLARACION	FECHA
COMITE		E.A. ROJO	
DE		C.R. PORTAL	
VERIFICACION		M.A. MOLINARI	20/II/85

APROBACION: FIRMA	ACLARACION	FECHA
.....		

DESCOMPRESION DEL H_2S DISUELTO EN MUESTRAS LIQUIDAS

E.A. Rojo y O. Lires

I N D I C E

1. INTRODUCCION
2. EQUIPOS Y MATERIALES
 - 2.1. Campana para gases
 - 2.2. Sistema de neutralización
 - 2.3. Separador de fases
 - 2.4. Elementos varios
3. REACTIVOS
 - 3.1. Hidróxido de sodio
 - 3.2. Timoltaleína
4. TECNICA
 - 4.1. Limpieza y armado del equipo
 - 4.2. Operación

1. INTRODUCCION

El método descrito en este manual se aplica a aquellas muestras que contienen agua con sulfuro de hidrógeno disuelto a presión.

La presencia de éste en los muestreadores, dificulta las operaciones de análisis posteriores y en algunos casos, por ejemplo, determinación de deuterio por espectrometría de masas, IR y densimetría interfiere en los resultados de los mismos.

La técnica aquí presentada debe aplicarse previamente a los métodos de purificación y análisis que en cada caso se describen en sus respectivos manuales.

2. EQUIPOS Y MATERIALES

2.1. Campana para gases

Esta operación debe ser realizada bajo campana, ya que involucra el manipuleo de soluciones saturadas y de tubos de conexión, recipientes, etc. con atmósfera de H_2S .

2.2. Sistema de neutralización.

Cuatro frascos lavadores de 300 ml de capacidad conectados en la forma indicada en la Fig. 1.

Es conveniente que estos frascos lavadores posean pies de apoyo de material plástico que permitan fijarlos en forma adecuada. Se conectan entre sí con tubo de PVC.

2.3. Separador de fases

Construido en vidrio Pyrex de la forma y dimensiones indicadas en la Fig. 2. Como este elemento puede contaminarse con la muestra a tratar, y debe ser sustituido por otro limpio y seco en cada operación, se deberá disponer de varios de ellos (2 ó 3) según la frecuencia de las mismas.

2.4. Elementos varios

En la Fig. 3 se muestra un esquema general del equipo, notándose la necesidad de contar con los siguientes elementos, además de los ya enunciados.

- Soporte y agarradera para sostén del cilindro muestreador
- Frasco erlenmeyer de 100 ml de capacidad con tapa para contener la muestra ya desgasada
- Llave de vidrio, de 3 mm como mínimo de paso
- Tubo de goma
- Un sistema de conexión entre el separador de fases y el cilindro muestreador, adecuado a las características de los conectores que éste posea.

3. REACTIVOS

3.1. Hidróxido de sodio

Los frascos lavadores (ver Fig. 1) se cargan con solución al 20 % de hidróxido de sodio, calidad "técnico".

Esta solución debe ser cambiada cuando se encuentre agotada su capacidad de reacción.

3.2. Timolftaleína

Se utiliza en solución acuosa-alcohólica como indicador de agotamiento de la solución de hidróxido de sodio (viraje de color del azul al amarillo, pH 9,3).

4. TECNICA

4.1. Limpieza y armado del equipo

En las muestras a tratar con la técnica descrita en este manual que estén destinadas al análisis isotópico, deberá evitarse un contacto prolongado con la humedad ambiente o evaporación de las mismas.

Debe tenerse cuidado en secar los conectores de los muestreadores, en el espacio comprendido entre las válvulas A y B (Fig.3) y el exterior, donde podrían quedar depositados restos de la muestra en la operación de llenado en planta.

Se puede utilizar una corriente de N_2 o aire secos introducida en los conectores mediante un tubo de diámetro apropiado.

Tanto el separador de fases como los tubos de goma que lo conectan con el muestreador y la válvula de vidrio C (ver Fig. 3) deben ser reemplazados en cada operación por elementos limpios y secos.

El separador de fases utilizado en una operación, se puede purgar con N_2 o aire para expulsar el H_2S que contenga y secar en una estufa (sin los tubos de goma) a 105 °C.

Al armar el equipo como se indica en la Fig. 3 debe cuidarse la perfecta posición vertical del cilindro muestreador, evitar estrangulaciones u obstrucciones en los tubos de conexión y en la llave de vidrio C, que la solución de hidróxido de sodio de los frascos lavadores no se encuentre agotada y que las tapas esmeriladas de éstos se encuentren ajustadas y aseguradas (ver Fig. 1).

4.2. Operación

Con el equipo ya instalado según 4.1. proceder como sigue:

4.2.1.

ATENCIÓN

ABRIR LA LLAVE DE VIDRIO C

- 4.2.2. ABRIR MUY LENTAMENTE la llave B. Regular la apertura hasta obtener un burbujeo lento y constante en los frascos lavadores.

Una pequeña parte de la muestra líquida puede ser proyectada por salida del H_2S hacia el separador de fases. Si así ocurriera regular el flujo de salida del gas para evitar mayores proyecciones.

- 4.2.3. La operación de descompresión concluye al finalizar el burbujeo del H_2S en los frascos lavadores. Abrir completamente la llave B. En este caso podría producirse un nuevo burbujeo en los frascos lavadores. Esperar que finalice.

NOTA: Con soluciones de hidróxido de sodio frescas y flujos muy bajos de H_2S , este podría reaccionar completamente en el primer o segundo frasco lavador, no burbujeando en el último. Tener esto en cuenta para determinar el punto final de la operación de descompresión.

4.2.4. Cerrar la llave C. Cortar o desconectar el tubo de goma indicado por una flecha en la Fig. 3. Abrir completamente la llave A. La muestra se recoge en el frasco erlenmeyer, se tapa inmediatamente y se guarda para su posterior análisis.

NOTA 1 : al cerrar la llave C la solución de hidróxido de sodio del frasco lavador N° 2 puede autosifonarse al frasco vacío N° 1 al irse absorbiendo el H_2S que éste contiene. De la misma manera retrocederán las soluciones del frasco 3 al 2 y del 4 al 3. Al utilizarse el tren de neutralización en una operación posterior, la presión del H_2S volverá las soluciones a su posición original.

NOTA 2 : Se recomienda cambiar en cada operación al tubo de goma que une la llave C con el separador de fases, por su posible contaminación con proyecciones de muestra líquida. Al finalizar una operación este tubo se encuentra lleno de H_2S a presión atmosférica siendo conveniente, que una vez desconectado, se lo purgue dentro de la campana con una corriente de N_2 o aire antes de desecharlo.

NOTA 3 : la muestra de agua que se guarda para un posterior análisis, se encuentra saturada con H_2S a la temperatura en que se realizó la operación. Por lo tanto debe evitarse que el erlenmeyer tapado que la contiene sea sometido a agitaciones violentas o aumentos de temperatura. El tapón podría "saltar" y la muestra quedar expuesta a la atmósfera.

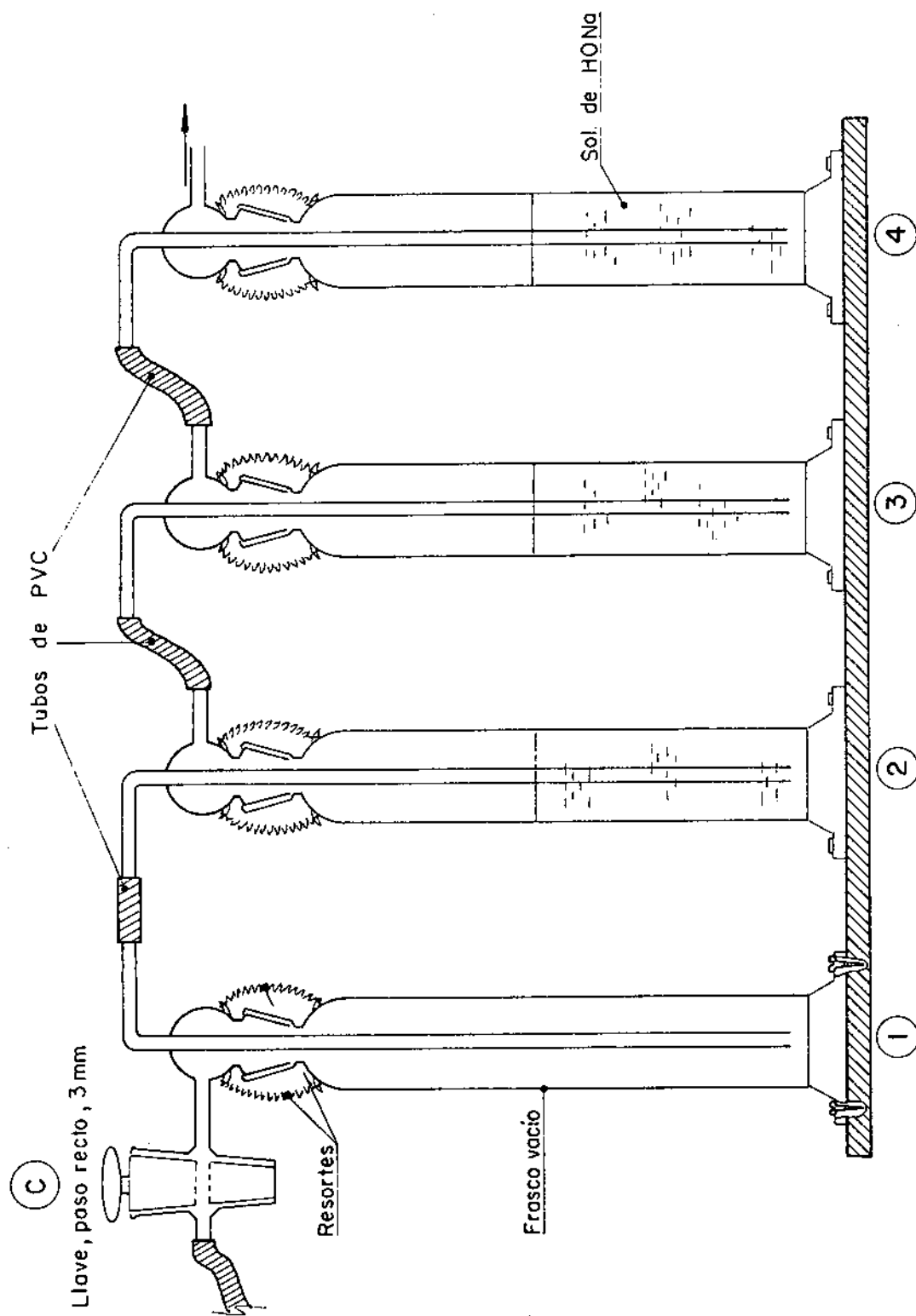


FIGURA 1
Conexión del Sistema de Neutralización

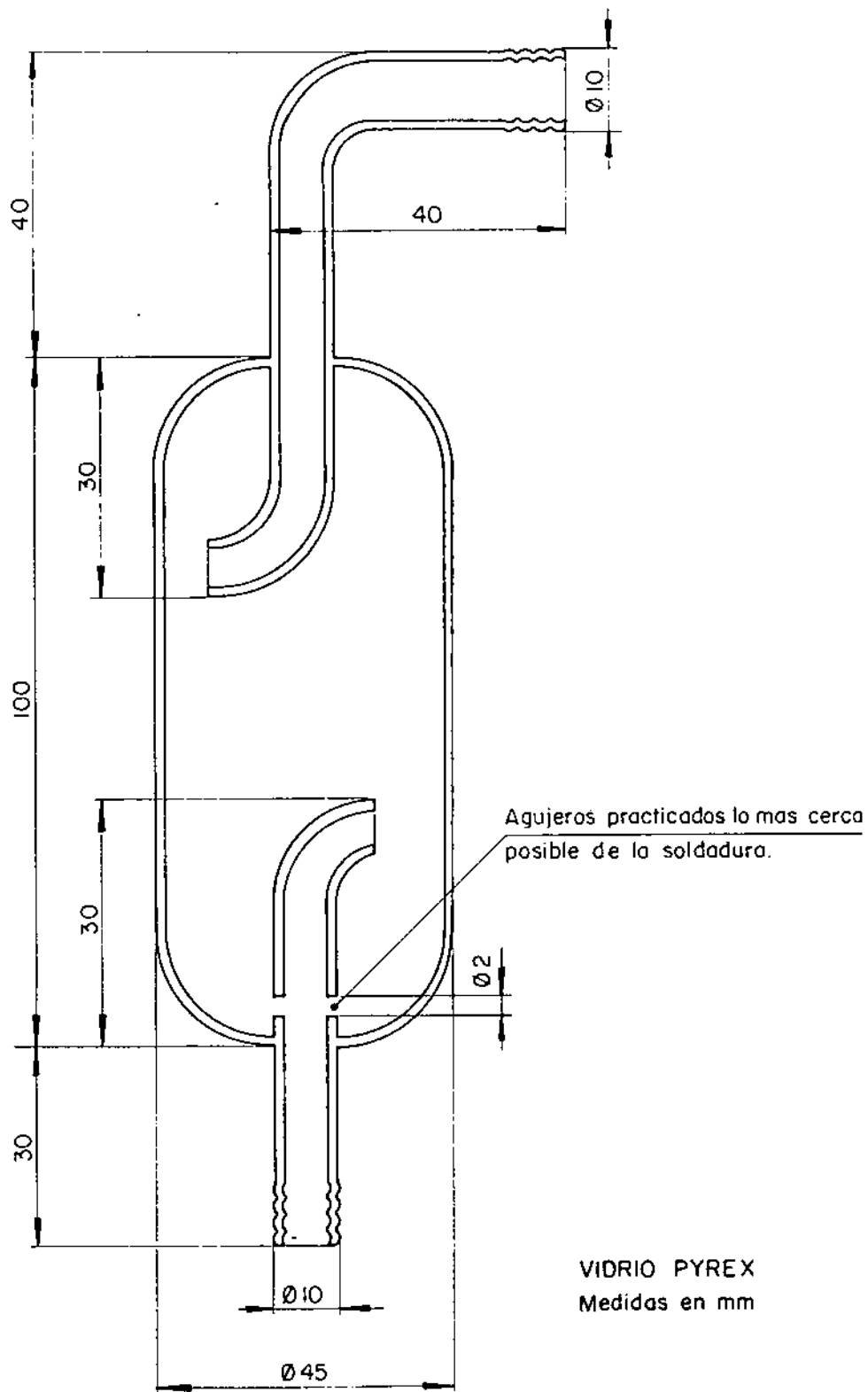


FIGURA 2
Separador de Fases

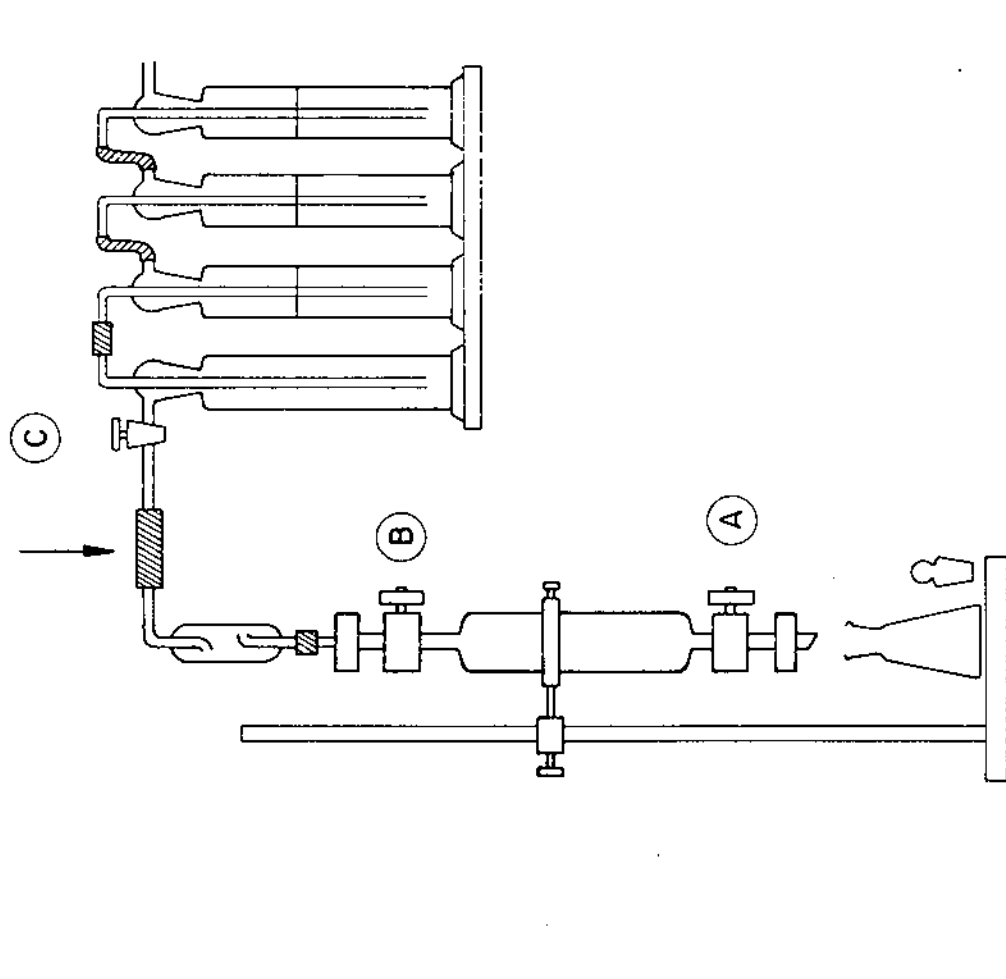


FIGURA 3
Esquema general del equipo