

FIGURA 6.- ESPECTROFOTOMETRO ZEISS PM2A.

1. Interruptor principal.
2. Tornillo para graduar el cero del instrumento.
3. Selector de rango de sensibilidad.
4. Graduación de $T 100\%$ ó 0 de As.
5. Paso de luz. Abierto en blanco, cerrado en negro.
6. Botón para evacuar la celda.
7. Tapa de conjunto de celda.
8. Selector de λ .
9. Selector del rango. Dos posiciones (U.V. y Vis).
10. Tornillos laterales de la tapa.
11. Graduación del 0 mecánico del indicador.

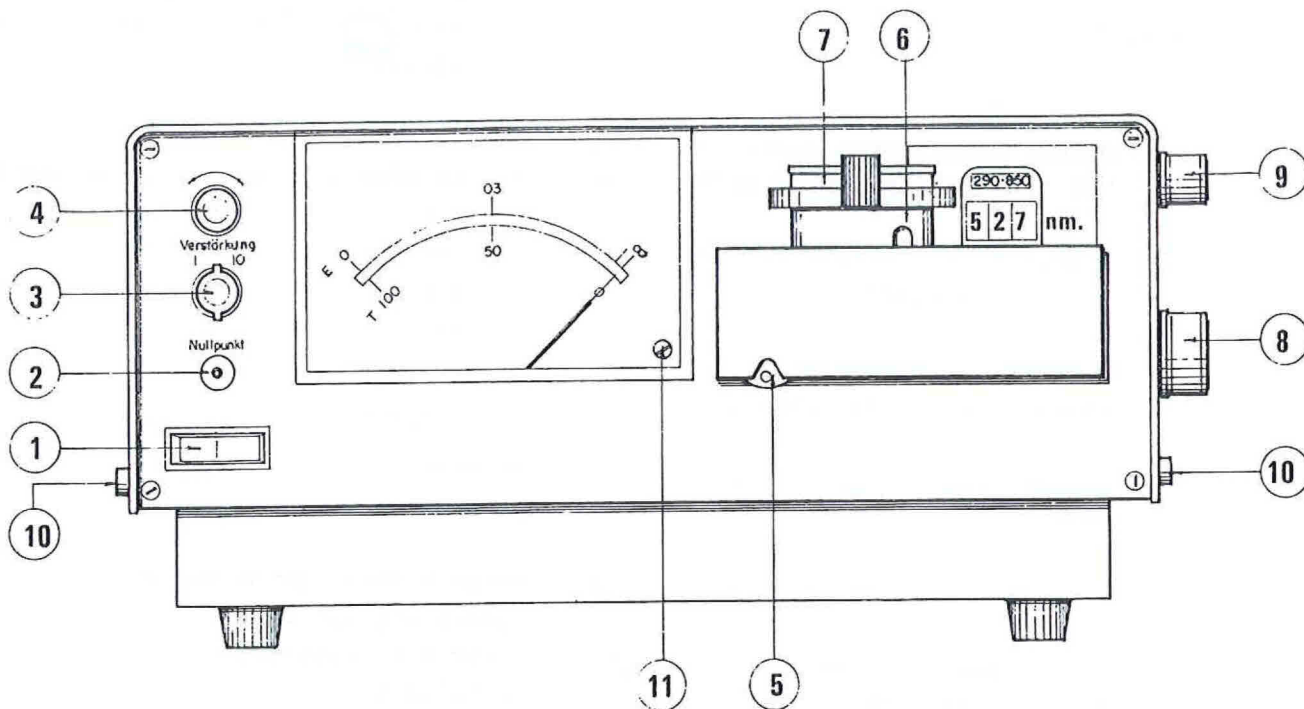


FIGURA 6.- ESPECTROFOTOMETRO ZEISS PM2A.

1. Interruptor principal.
2. Tornillo para graduar el cero del instrumento.
3. Selector de rango de sensibilidad.
4. Graduación de $T 100\%$ ó 0 de As.
5. Paso de luz. Abierto en blanco, cerrado en negro.
6. Botón para evacuar la celda.
7. Tapa de conjunto de celda.
8. Selector de λ .
9. Selector del rango. Dos posiciones (U.V. y Vis).
10. Tornillos laterales de la tapa.
11. Graduación del 0 mecánico del indicador.

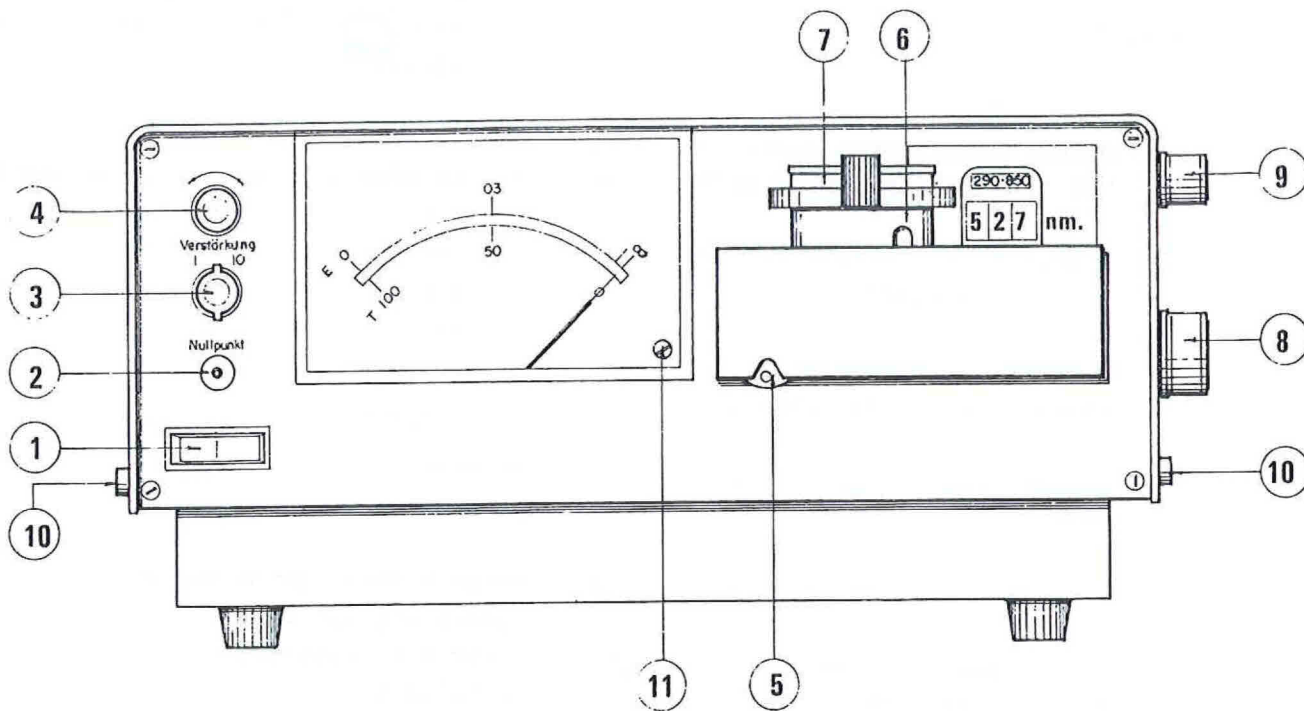


FIGURA 6.- ESPECTROFOTOMETRO ZEISS PM2A.

1. Interrupor principal.
2. Tornillo para graduar el cero del instrumento.
3. Selector de rango de sensibilidad.
4. Graduación de T 100% / 0 ó 0 de As.
5. Paso de luz. Abierto en blanco, cerrado en negro.
6. Botón para evacuar la celda.
7. Tapa de conjunto de celda.
8. Selector de λ .
9. Selector del rango. Dos posiciones (U.V. y Vis).
10. Tornillos laterales de la tapa.
11. Graduación del 0 mecánico del indicador.

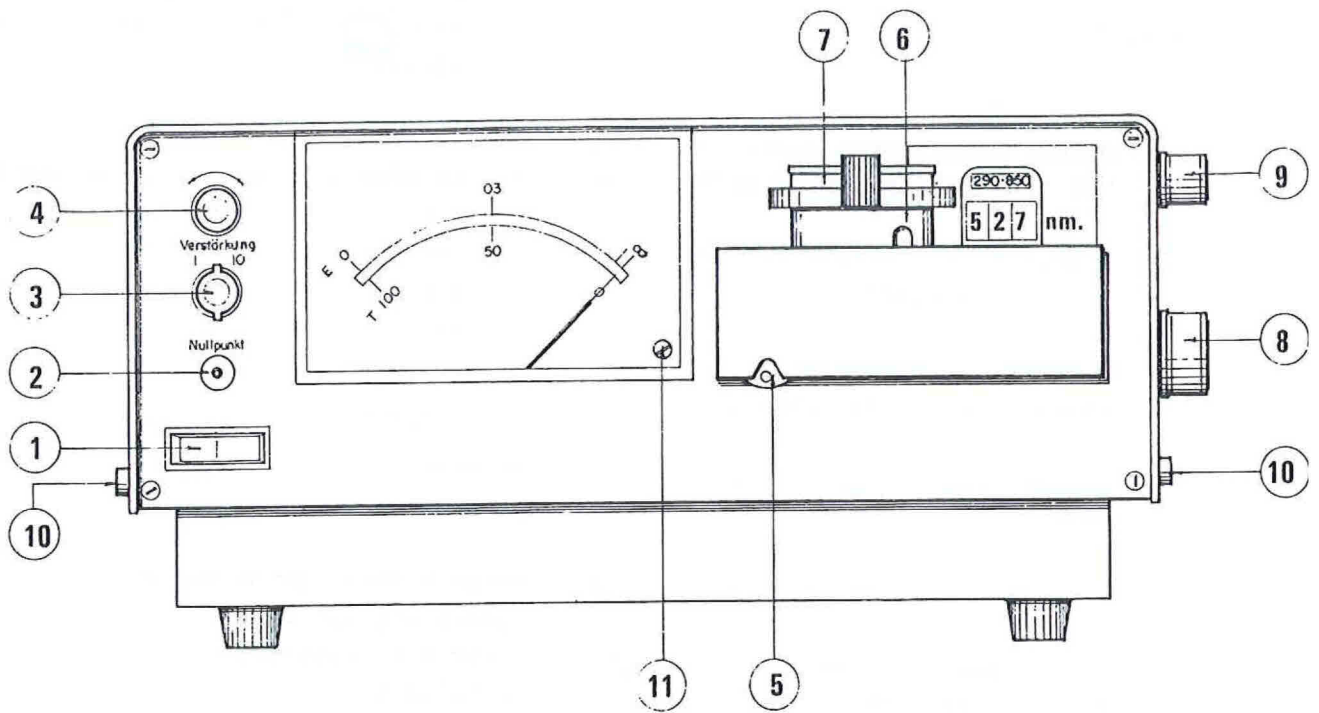


FIGURA 6.- ESPECTROFOTOMETRO ZEISS PM2A.

1. Interruptor principal.
2. Tornillo para graduar el cero del instrumento.
3. Selector de rango de sensibilidad.
4. Graduación de T 100%₀ ó 0 de As.
5. Paso de luz. Abierto en blanco, cerrado en negro.
6. Botón para evacuar la celda.
7. Tapa de conjunto de celda.
8. Selector de λ .
9. Selector del rango. Dos posiciones (U.V. y Vis).
10. Tornillos laterales de la tapa.
11. Graduación del 0 mecánico del indicador.

PROCEDIMIENTO GENERAL DE MANEJO DEL PM 2A.

Véase Figura 6.

1. Utilizar siempre estabilizador Sola TYF a 118 ± 1 V con capacidad de 500 V. A.
2. Graduar el cero mecánico con el tornillo 11. Equipo apagado.
3. Encender y precalentar durante cinco minutos con el interruptor principal 1.
4. Escoger la λ de trabajo con el botón N° 8.
5. Seleccionar el rango con el botón N° 9.
6. Con el paso de luz cerrado (5 en negro) graduar el cero del instrumento con el tornillo N° 2 (nullpunkt).
7. Con el paso de luz abierto (5 en blanco) graduar con el blanco el 0 de As (100%/T) con el botón 4.
8. Desalojar el blanco oprimiendo el botón 6.
9. Llenar otra vez la cubeta con el problema y hacer la lectura sobre la escala.
10. Después de leer las muestras muy concentradas jugar la celda con agua (Solvente en casos especiales).
11. Mantener tapado el conjunto de la celda con la tapa N° 7, durante la lectura.
12. Sacando los tornillos N° 10 se tiene acceso al interior del instrumento.
13. Para detalles de mantenimiento y servicio seguir las instrucciones de la casa fabricante en los catálogos correspondientes.

14. La celda que debe utilizarse para la región visible tiene las partes laterales de color negro. Si deja pasar la luz en la región visible.

15. La celda que debe utilizarse para la región U.V. es totalmente de cuarzo y no tiene ningún color. Transmite luz en la región U.V. como también en la visible.

COMO MEDIR LA ABSORCION (Escala superior en rojo).

Verter la disolución de blanco.

Cuadrar el 0 con 3 y 4.

Verter la solución para medir.

Leer el valor de As.

Nota: Si no es posible realizar la regulación $E = 0$ con el escalón de amplificación 1, debe leerse el valor de medición con el escalón de amplificación 10, aumentando la exactitud de lectura. En tal caso, hay que sumar $E = 1$ al valor leído en As.

COMO MEDIR LA TRANSMISION (Escala inferior en negro).

Verter la disolución de blanco.

Cuadrar a 100 con 3 y 4.

Verter la solución para medir.

Leer el valor de T.

Nota: Si no es posible realizar la regulación $T = 100\%$ con el escalón de amplificación 1, debe leerse el valor de medición con el escalón de amplificación 10, aumentando la exactitud de lectura. En tal caso hay que dividir por 10 la lectura.

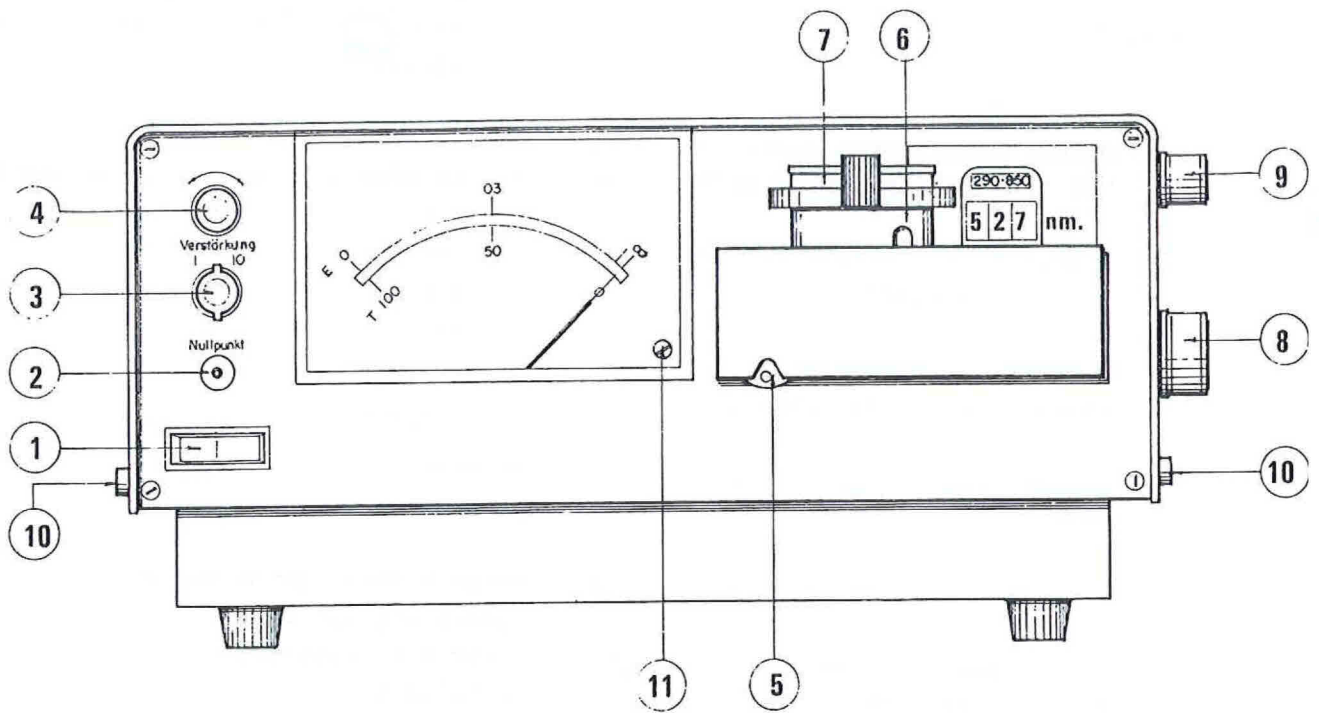


FIGURA 6.- ESPECTROFOTOMETRO ZEISS PM2A.

1. Interruptor principal.
2. Tornillo para graduar el cero del instrumento.
3. Selector de rango de sensibilidad.
4. Graduación de T 100%₀ ó 0 de As.
5. Paso de luz. Abierto en blanco, cerrado en negro.
6. Botón para evacuar la celda.
7. Tapa de conjunto de celda.
8. Selector de λ .
9. Selector del rango. Dos posiciones (U.V. y Vis).
10. Tornillos laterales de la tapa.
11. Graduación del 0 mecánico del indicador.

ESPECTROFOTOMETRO PERKIN ELMER, MODELO 403.

Características y modos de operación:

El espectrofotómetro de absorción atómica (E.A.A.) PE-403, tiene dos rangos de trabajo, uno para región U. V. y otro para región Vis.

Rango U. V.

Trabaja con la red de dispersión (grata) U. V. de 200 a 400 n.m. en la posición U. V. de rango. Botón N° 6 (véase Figura 7).

Rango Vis.

Trabaja con la red de dispersión (grata) Vis de 400 a 800 n.m., realmente en el contador digital N° 9 de la Figura 7, aparece de 200 a 400 y se multiplica por 2. En el ejemplo de la Figura 7 la lectura señala 650 n.m.

Detector.

Fotomultiplicador, sincronizado para doble haz.

Quemador, controles y flujos de gases. Véase capítulo G de este manual. También allí se incluyen los accesorios. Puede trabajar con llama acetileno-aire o acetileno óxido nitroso. Esta segunda se utiliza para determinaciones de elementos como Al, Ba y Mo. Véase instrucciones en el capítulo G y en el manual de la Perkin Elmer.

Recorredor de onda.

Accesorio que con ayuda de un motor recorre el espectro a velocidades de 0,2; 1,0; 5,0 y

20,0 n.m./min., las cuales se seleccionan con el botón N° 12. Prende y apaga en los botones 11 (Start y Stop, respectivamente).

El PE 403 trabaja con estabilizador Solatron a 115 V, con capacidad de 500 V.A. El consumo del equipo básico es de 230 V.A.

Para preparar el instrumento se enciende el interruptor general. Este da energía para la toma del estabilizador, el motor extractor de la chimenea y el compresor de aire. Luego se prende el interruptor N° 1, debe prender el piloto (N° 2) indicando que hay energía. Se selecciona la longitud de onda con el botón N° 8 (y 8a.) y se cerciora en el contador N° 9. Se coloca la abertura "Slit" indicada en cada caso, con el botón N° 5. Cuando se trabaja para K se debe poner el filtro "Filter in" con el interruptor N° 7. En todos los demás casos se trabaja con Filter out. Se calienta la lámpara de cátodo hueco con el miliamperaje adecuado en cada caso, alineada. Luego se aumenta la amplificación o ganancia del instrumento con "GAIN" botón N° 4. Observe que queda la energía del metro N° 3 en la zona verde. En caso de no obtenerse, rectifique la λ , la alineación y enfoque de la lámpara y en último caso se aumenta un número en el "SLIT" para tener mayor energía.

La lectura digital es presentada en pantalla con cuatro tubos Nixie (N° 27 de la Figura N° 8). La lectura se toma cuando aparece "Up date" en pantalla. Presenta lecturas en absorbancia (As) oprimiendo el botón N° 14. Lecturas desde 0,000 hasta 4,000; con lecturas mayores se copa y aparece la señal "Limit" en la pantalla.

Oprimiendo el botón N° 15 "intensity" se puede leer la emisión de las lámparas o para trabajos de emisión de llama.

Supresores de ruido: Cuando se trabaja en "Calibrate" (botón N° 24 de la Figura N° 8)

la frecuencia de presentación del dato es de 0,1 s. Al trabajar en "10 average" (botón N° 25) saca el promedio de lecturas cada 1,1 s (en realidad integra 1/10 de cada una de 10 lecturas). El botón N° 26 (100 average) promedia 100 lecturas en 11 s. No es recomendable, pues también acumula errores o descargas eléctricas y este período es demasiado para una lectura.

Cuadre de cero automático: Oprimiendo el botón "auto Zero" (N° 19) la pantalla queda en 0,000; Esto se hace poniendo en corto circuito las señales de los dos haces y equilibrando sus voltajes; durante este lapso aparece en pantalla "A. Zero"; cuando está listo aparece "UP DATE".

Correcciones de curvatura para trabajos donde se lee directamente en concentración: Primero debe oprimirse el botón 13 "Concentration". Las correcciones se hacen con los botones "ONSET" (N° 23) y "MAGNITUDE" (N° 22).

En general se trabaja con tres patrones o puntos que son el blanco con el cual se cuadra el cero (A. Zero); un valor intermedio el cual se cuadra en pantalla amplificando con los reostatos N° 20 y 21. Enseguida aumente "MAGNITUDE" hasta el tope superior girando como el reloj; posteriormente aumente "ONSET" (N° 23) hasta que aumente notoriamente la lectura deseada; cambie de patrón y lea el patrón superior; en caso de tener una lectura más alta que la deseada, devuelva el reostato

"MAGNITUDE" hasta que encuentre el valor real que se le quiere dar.

Repita la operación, rectificando el "Zero", "concentration" con el patrón intermedio, y "Magnitude" con el patrón superior. En caso de no poder debe cambiarse el juego de patrones y verificar su exactitud. Para amplificar por 10, 100 ó 1.000, simplemente se corre el punto de la pantalla con los botones N° 28 (en absorbancia sólo trabaja el punto de la primera cifra). La concentración del patrón intermedio debe ser la mitad de la concentración del patrón superior. Para trabajar en emisión de llama o elaborar espectros con ayuda de un inscriptor, debe encenderse el motor "Emission Chopper On" con el interruptor N° 10.

Finalmente se le puede acondicionar el inscriptor Texas instrument para graficar el resultado (para todas las formas de trabajo). Se conecta atrás en la salida de "recorder", se cuadra el cero del registrador con la señal en corto con el cero de inscriptor. La señal sale poniendo el botón selector N° 29 en "OFF LINE". Cuadrar el cero del registrador con el botón N° 31 del P.E. 403. La sensibilidad de respuesta y la amplitud de la escala se escogen con los botones N° 32 y N° 30 respectivamente.

Las condiciones específicas de trabajo para cada uno de los elementos se encuentran en el Manual de métodos de la Perkin Elmer y en la libreta de trabajo de las lámparas.

PANEL IZQUIERDO

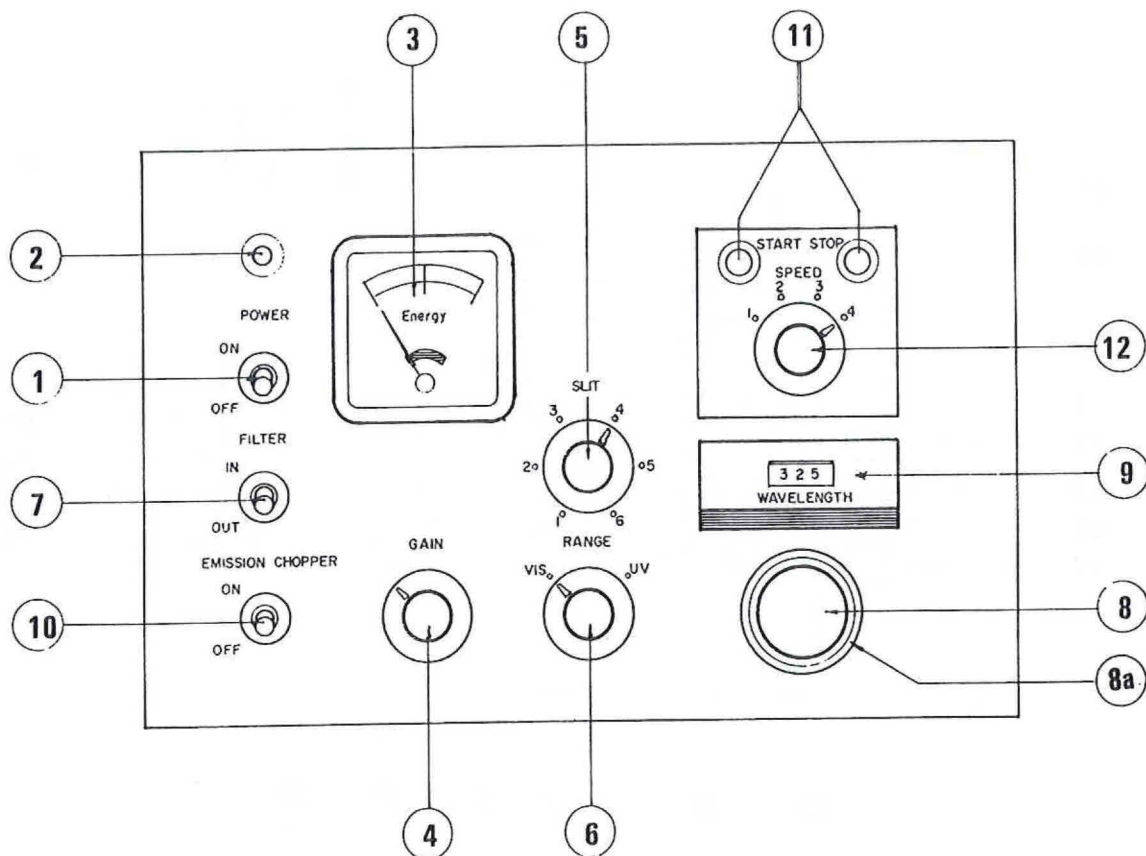


FIGURA 7.- PANEL IZQUIERDO DEL ESPECTROFOTOMETRO PE-403.

DESCRIPCION DE LAS PARTES DEL DIAGRAMA

1. Interruptor del instrumento.
2. Bombilla piloto.
3. Medidor (metro) de energía del haz de referencia o emisión.
4. Control de amplificación o ganancia (Gain).
5. Selector de "SLIT" con seis posiciones.
6. Selector de rango (más correcto de grata Vis o U.V.).
7. Filtro para leer el K (para λ superior a 600 nm).
8. Selector de λ grueso, botón externo.
- 8a. Selector de λ fino, botón interno.
9. Contador digital de λ .
10. Interruptor para operar en emisión (chopper).
11. Interruptor para operar el recorrido de λ .
12. Selector de velocidades del recorrido de λ .

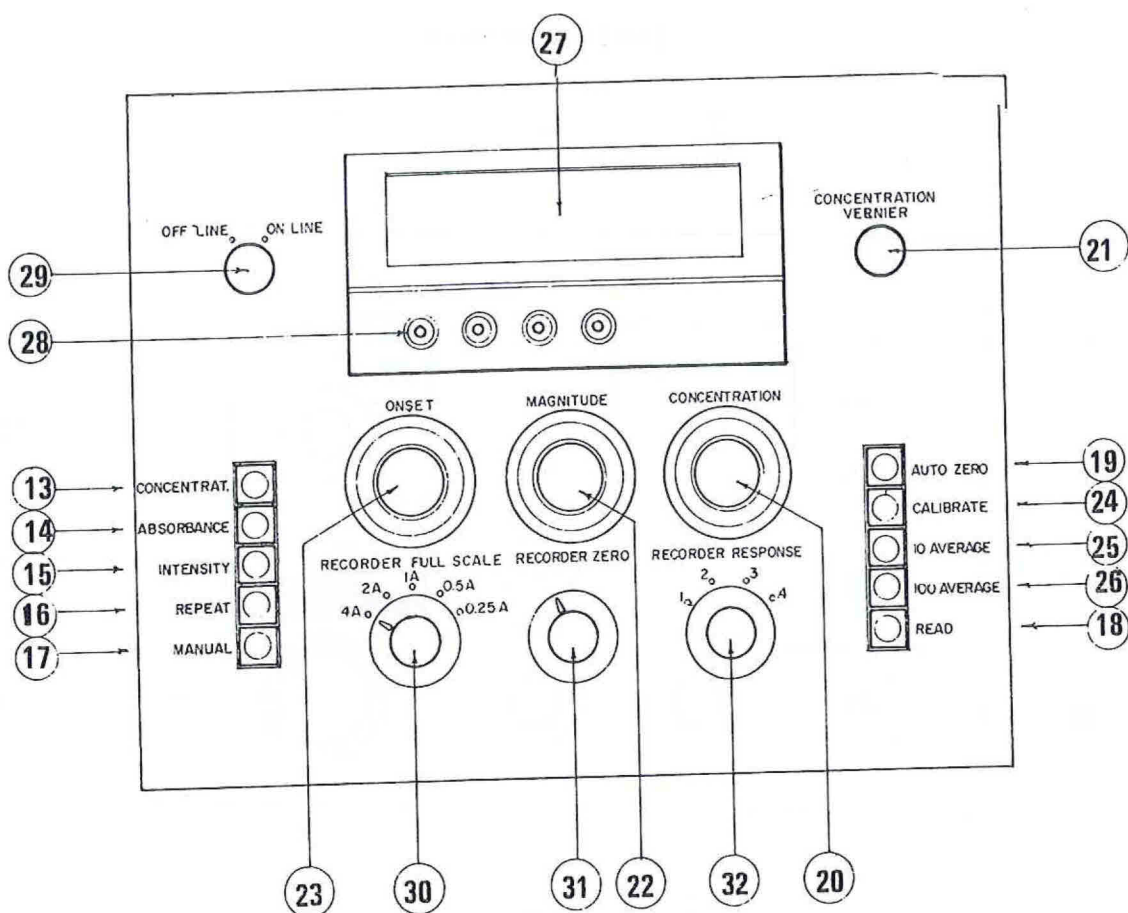


FIGURA 8.- PANEL DERECHO DEL ESPECTROFOTOMETRO PE-403.

DESCRIPCION DEL DIAGRAMA FIGURA 8.

13. Botón para leer en concentración directamente.
14. Botón para leer en absorbancia.
15. Botón para leer la intensidad o emisión.
16. Botón para hacer lecturas automáticas de acuerdo a la frecuencia seleccionada.
17. Botón para hacer lecturas manuales. Cuando se oprime el botón N° 18.
18. Botón que da la lectura manual cuando está oprimido el botón N° 17.
19. Botón para el cuadro automático de Cero.
20. Reóstato de amplificación cuando se lee directamente en concentración.
21. Reóstato fino de amplificación cuando se lee directamente en concentración.
22. "MAGNITUDE" Reostato para cuadrar el patrón superior.
23. "ONSET" Reóstato para cuadrar el patrón intermedio.
24. "Calibrate" Presenta lecturas con frecuencia de 0,1 s.
25. "10 average" Para leer el promedio de 10 lecturas en 1,1 s. Es la posición más adecuada.
26. "100 average" Promedio 100 lecturas. No recomendable.
27. Pantalla de presentación de lecturas y otras señales que aparecen al lado derecho (Limit, A Zero, Up date).
28. Botones para poner el punto decimal en la pantalla.
29. Interruptor para enviar la señal al inscriptor.
30. Amplificación (o reducción) de señal para el inscriptor.
31. Botón para el cuadro del Cero del inscriptor.
32. Selector de la velocidad de respuesta para el inscriptor.