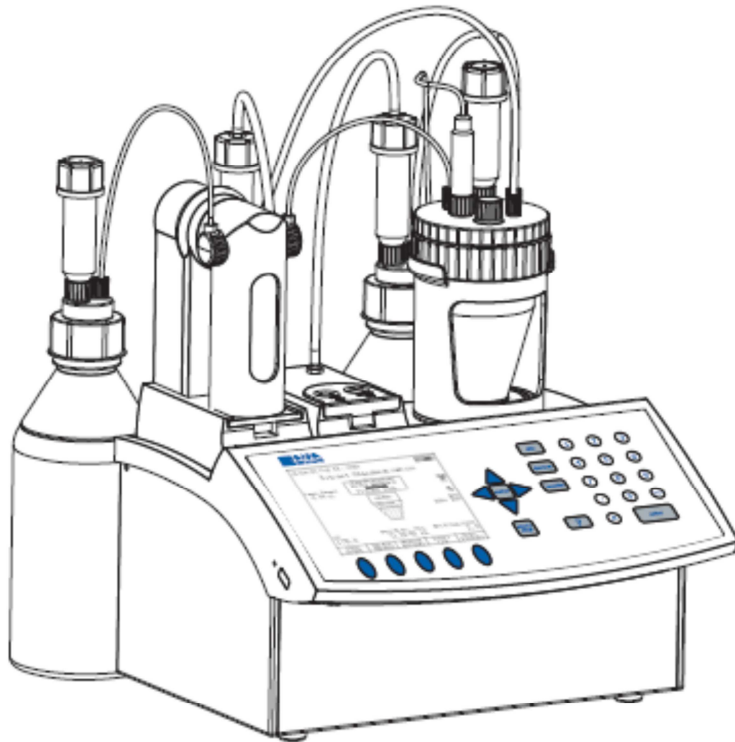


---

**GUIA INICIO RAPIDO**  
**TITULADOR VOLUMETRICO**  
**KARL FISCHER**  
**HI 903**  
**Revision 1.0**



# GUIA INICIO RAPIDO

---

## **Estimado cliente,**

Felicitaciones por haber elegido un producto de Hanna Instruments.

Esta guía ha sido escrita para el Titulador Volumétrico Karl Fischer HI 903.

Por favor lea cuidadosamente esta guía de inicio rápido antes de utilizar el instrumento. Esta guía le proporcionará la información necesaria para el correcto uso del instrumento.

El propósito de esta guía es presentar una visión rápida para configurar y utilizar el instrumento.

Para información detallada ilustrando las amplias capacidades de su titulador, refiérase al Manual de Instrucciones.

© 2010 Hanna Instruments

Todos los derechos reservados. Está prohibida la reproducción total o parcial sin el consentimiento por escrito del propietario del derecho de autor, Hanna Instruments Inc., 584 Park East Drive, Woonsocket, Rhode Island, 02895, USA.

---

Contenidos	
<b>INTRODUCCION .....</b>	<b>3</b>
<b>MEDIDAS DE SEGURIDAD.....</b>	<b>4</b>
<b>CONEXIONES TITULADOR .....</b>	<b>5</b>
<b>INTERFACE USUARIO.....</b>	<b>6</b>
<b>COMO SELECCIONAR SU IDIOMA .....</b>	<b>7</b>
<b>COMO USAR LA AYUDA CONTEXTUAL .....</b>	<b>7</b>
<b>METODOS .....</b>	<b>7</b>
<b>ANTES DE REALIZAR LA PRIMERA TITULACION.....</b>	<b>8</b>
<b>COMO REALIZAR LA PRIMERA TITULACION.....</b>	<b>9</b>





## INTRODUCCION

El Titulador Volumétrico HI 903 Karl Fischer es extremadamente flexible, capaz de realizar una amplia variedad de métodos de titulación de contenidos de agua altamente precisos y exactos. El HI 903 encuentra una titulación de punto final utilizando un electrodo polarizado y un algoritmo de detección avanzada. Un flujo constante de corriente es mantenido entre las dos puntas de platino del electrodo titulador. Cuando la solución en el vaso de titulación contiene agua, es requerido un voltaje relativamente alto para mantener el flujo de corriente entre las puntas. A medida que procede la titulación, el agua en la muestra es consumida por el titulador. En el punto final, toda el agua ha sido reaccionada y la celda contiene exceso de yodo. La presencia de exceso de yodo dentro de los resultados de la celda de titulación en una reducción en la cantidad de voltaje requerido para mantener la corriente constante entre las puntas del electrodo. El algoritmo de detección del punto final incorporado en el 903 HI analiza ambas la respuesta del electrodo a adiciones individuales del titulador y la forma de la curva total de titulación de modo de determinar el punto final de la valoración. Los reportes y métodos de titulación pueden ser transferidos a un PC a través de una interfaz USB, almacenado en una unidad flash USB o directamente impresos desde el titulador. Para mayor conveniencia pueden ser agregados un teclado y un monitor externo.

### Como puedo encontrar cierta información?

1. Esta **Guía de Inicio Rápido** ayudara al usuario a comprender como opera el titulador dentro de un corto periodo de tiempo. El primer análisis se realizará con la ayuda de los métodos almacenados de fábrica.
2. **El Manual de instrucciones** proporciona una descripción completa de los principios de operación (interfaz de usuario, opciones generales, métodos, modo de valoración, mantenimiento, etc.).
3. Las pantallas de **ayuda** contextual contienen explicaciones detalladas acerca de qué tipo de datos se pueden establecer o ser vistos en cada pantalla desplegada.
4. El folleto de la **Teoría de Titulación** describe los conceptos básicos de titulación.

# GUIA INICIO RAPIDO

---

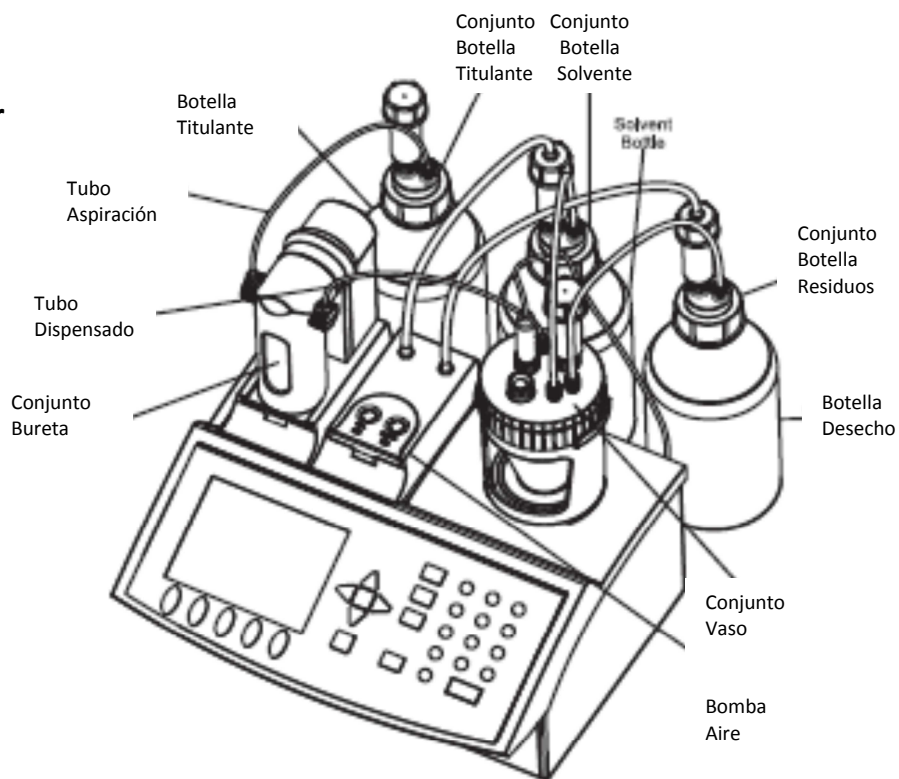
## MEDIDAS DE SEGURIDAD

Deben ser seguidas las siguientes medidas de seguridad:

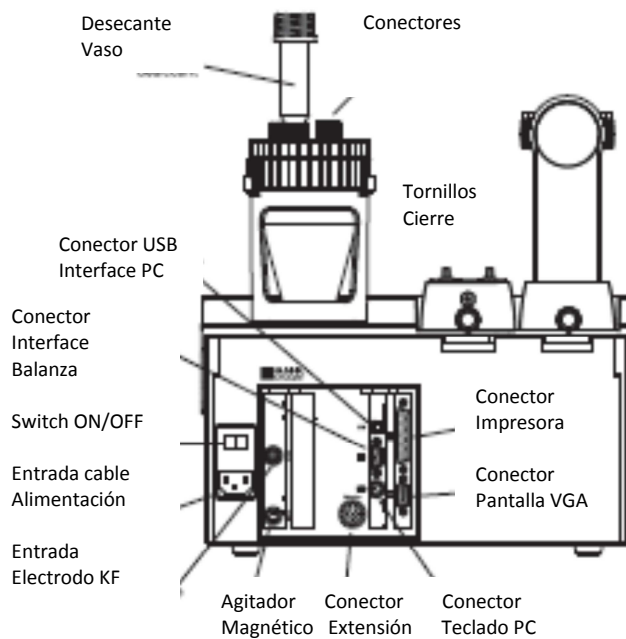
1. Asegúrese que el cable de alimentación está conectado a un enchufe eléctrico.
2. Nunca conecte o desconecte los conjuntos de bomba con el titulador encendido.
3. Verifique que la bureta y el tubo conectado son como se describe en esta guía.
4. Siempre chequee que el titulador, solvente y botellas de residuo, así como el vaso de precipitado de valoración apropiadamente ensamblado.
5. Siempre limpie los derrames y las salpicaduras.
6. Evite las siguientes condiciones ambientales de trabajo:
  - Vibraciones severas
  - La luz solar directa
  - Humedad atmosférica sobre 80% sin condensación
  - Las temperaturas ambiente inferiores a 10 °C y por encima de 40 °C.
  - Cerca de fuentes calefacción o refrigeración.
  - Riesgos de explosión
7. Tener el Titulador solamente reparado por personal de servicio calificado.
8. Evitar la inhalación de vapores de solventes para tituladores. Evite el contacto con productos químicos.

## CONEXIONES TITULADOR

### Vista Superior



### Vista Posterior

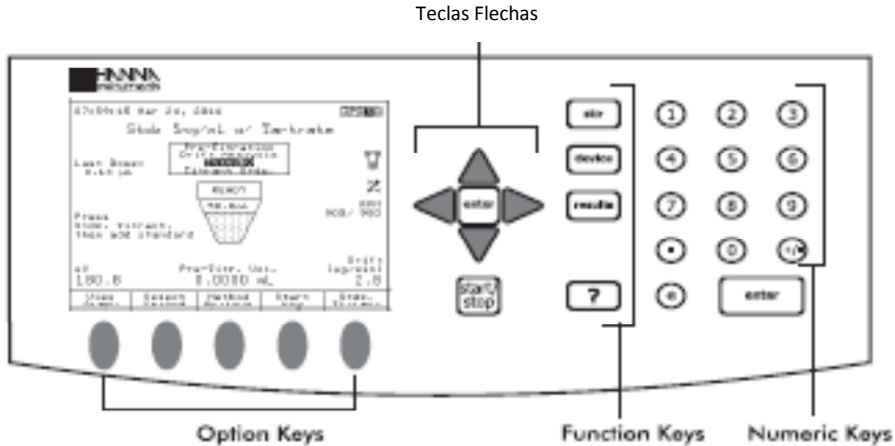


# GUIA INICIO RAPIDO

## INTERFACE USUARIO

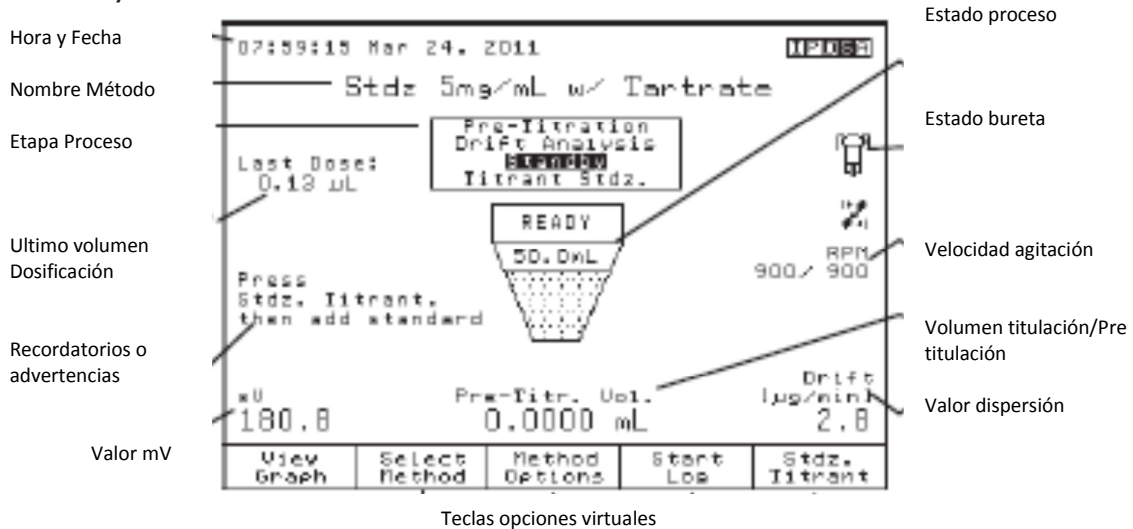
### Teclado

Los Tituladores tienen su propio teclado con 29 teclas agrupadas en cuatro categorías, como sigue:



### Pantalla

Los tituladores grafica color retro iluminada de 5.7". En la pantalla a continuación es mostrado el Modo Standby.








con explicaciones cortas.

La interface de usuario contiene varias pantallas. En cada pantalla, se presentan al mismo tiempo muchos campos de información. La información es desplegada de una manera fácilmente comprensible, utilizando textos de diferentes tamaños.


Las teclas virtuales de opción describen la función desarrollada cuando la correspondiente tecla suave es presionada.

## COMO SELECCIONAR SU IDIOMA

Para cambiar el idioma, presione  desde la pantalla principal. Destaque la opción lenguaje y luego presione . Utilizando las teclas  y  seleccionando el idioma desde las opciones listadas en la pantalla **Set Language** y presione . Reinicie el titulador de modo de aplicar el Nuevo ajuste de lenguaje.



## COMO USAR AYUDA CONTEXTUAL

Cualquier información relacionada con el titulador puede ser fácilmente accedida por medio de presionar . La ayuda contextual puede ser accedida en cualquier momento y proporcionar información útil relacionada con la pantalla actual.

## METODOS

El Titulador Karl Fischer HI 903 puede almacenar hasta 100 métodos: Estos incluyen hasta 90 métodos estándar.

### Métodos estándar

Cada titulador viene con un paquete personalizado de métodos estándar. Los envases de método estándar están desarrollados en los laboratorios de Hanna Instruments para cumplir con los requerimientos de análisis de industrias específicas.

### Métodos definidos por el usuario

Los métodos definidos por el usuario permiten al usuario crear y guardar sus propios métodos. Cada nuevo método normalmente se basa en un método existente que es modificado para adaptarse a una aplicación específica.

# GUIA INICIO RAPIDO

## ANTES DE REALIZAR LA PRIMERA TITULACION

### Ajustes del Titulador

- Asegúrese que todos los accesorios del titulador estén correctamente instalados (ver Manual de Instrucción, sección Setup).
- Asegúrese que todos los sistemas de vasos precipitados este apropiadamente sellados para la humedad atmosférica (que los conectores y tuberías estén correctamente montados).
- Que el desecante haya sido apropiadamente secado.

### Obtención de los Reactivos

- los reactivos (titulante y solvente) deben ser adecuados para los requerimientos de los análisis (ver Manual de Instrucción, Apéndice 2 para lista de solventes y titulantes recomendados).


### Purga de la Bureta

- Remueva el tubo dispensador desde el vaso de titulación (desatornille el conector y remueva el tubo) e insértelo en la botella de desecho o contenedor de desecho separado.

- Desde la pantalla Idle (standby) presione. 

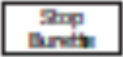
- Destaque la opción primera bureta y luego presione. 

- ingrese el número de lavados de la bureta. Son recomendados a lo menos 3 lavados con la solución utilizada para la titulación (permita que las burbujas de aire sean evacuadas).

- Presione  para iniciar.

- Sera desplegado el mensaje "Executing...".

**Nota:** Asegures que usted tiene un fluido continuo en el interior de la bureta. No utilice

 durante el llenado normal de la bureta si usted no está seguro que todas las burbujas han sido completamente evacuadas. Para resultados exactos, el tubo de aspiración, el tubo de dispensado y la jeringa deben estar libres de burbujas.

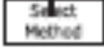

- Cuidadosamente lave el extreme del tubo dispensador para remover el titulante.
- Inserte el dispensador de tubo en el correspondiente agujero del vaso titulador y atornille para sellar el vaso.

## COMO REALIZAR LA PRIMERA TITULACION

### Método de Selección


Para este análisis utilizaremos el **Solvente HI8301EN con 5mg/ml 1-del método estándar componente Titulante**.

Para seleccionar este método:

- Presione  desde la pantalla Idle. Utilice las teclas  $\triangle$  y  $\nabla$  para destacar el método **Solvente HI8301EN con 5mg/ml 1-componente Titulante**.
- Presione. .

Luego de completar esta operación, serán desplegados los nombres de los métodos en la parte superior de la pantalla.

### Establecer Parámetros Metodos

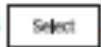
Para desplegar los parámetros de métodos, presione . La pantalla **View/Modify Method** será desplegada.

Solo pueden ser cambiados ciertos parámetros desde los métodos estándar.

Para esta titulación, solo el valor de concentración KF y el tamaño de la muestra de solvente Necesita ser ingresado como el pantalla mostrada a continuación.

Para lograr esto:

- Destaque la opción Titulante desde la pantalla **View/Modify Method** y luego presione.



- La pantalla **Titulante Karl Fischer** será desplegada.

- Presione .

- Destaque "Standardized Titrant Concentration (Concentración Titulante Estandarizado)"


y presione .




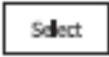
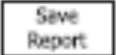

- Ingrese el valor correcto, luego presione .

- Presione  tres veces para volver a la pantalla Idle.

### Reporte Ajuste de Titulación

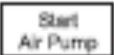
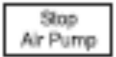
Los usuarios pueden seleccionar la información que se almacena para cada valoración que se realiza. Para obtener información apropiada al final de la valoración, realice las siguientes operaciones:

- Desde la pantalla principal, presione  y será desplegada la pantalla **Data Parameters**.

- Destaque la opción Setup Titration Report y presione .
- Marque los campos a ser incluidos con el símbolo "\*" utilizando las teclas  y  y presione  para alternar la selección.
- Presione  y luego presione  para volver a la pantalla principal.



## Llene el Vaso de Precipitado con Solvente

El vaso de titulación debe ser llenado con 1-componente hasta la marca MIN (alrededor de 50 mL de solvente):

- Desde la pantalla Idle, presione .
- Presione y sostenga el botón **FILL** localizado en el extremo superior de la bomba de aire.
- Espere hasta que el vaso este llenado hasta la marca MIN con solvente.
- Detenga la bomba por medio de presionar  y luego confirme la cantidad aproximada del solvente en el vaso de precipitado.

## Prepare el Solvente para las Muestras

Antes de comenzar una titulación, la humedad residual dentro del vaso de titulación y el solvente debe ser reaccionada:

- Desde la pantalla Idle, presione . El titulador podrá ingresar al modo de Pre-Titulación, inicie el agitador magnético, y comience la dosificación de la titulación dentro del vaso precipitado de titulación. Si no se ve titulante moviéndose a través de la punta de anti difusión luego de varias dosis, presione  y verifique que no haya derrame de titulante desde el alojamiento de la bureta o desde los conectores del tubo dispensador.
- Una vez que la humedad residual ha sido reaccionada (es alcanzado el punto final potencial), el titulador podrá ingresar al modo Análisis de Dispersión (asumiendo que este seleccionado Ingreso Automático de Dispersión). El titulador calcula la tasa de humedad atmosférica infiltrándose dentro del vaso de precipitado del titulador por el siguiente minute y despliega el resultado en la esquina izquierda de la pantalla.
- Si la tasa de Dispersión es estable y el punto final potencial es mantenido, el titulador podrá ingresar al modo Standby. El titulador continúa para mantener el punto final potencial y actualiza la tasa de dispersión.

## Preparación e Introducción de la Muestra

### Preparación Masa de la Muestra

Medir el tamaño de la muestra en masa mediante una balanza analítica, dará los resultados más reproducibles.



## Muestras Solidas:

- Muestras Solidas con grandes pedazos pueden requerir ser pulverizadas o molidas en un molino analítico. Estas muestras pueden ser agregadas con una navecilla de pesaje por medio de remover el enchufe conector de la muestra.

- Las muestras semi solidas con contenido de agua no homogéneo puede requerir ser homogenizadas antes de su adición. La muestra puede ser agregada utilizando una jeringa sin aguja por medio de remover el tapón del enchufe conector.

## Muestras Liquidas:

- Muestras con baja viscosidad podrán ser agregadas utilizando una jeringa con su aguja (inyección a través del septum).

Pese la jeringa antes y después de la inyección de manera de aumentar su precisión.



## Preparación Volumen Muestra


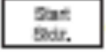
Muestras liquidas con baja viscosidad pueden ser agregadas por volumen.

Las muestras deben ser agregadas utilizando una pipeta clase A.

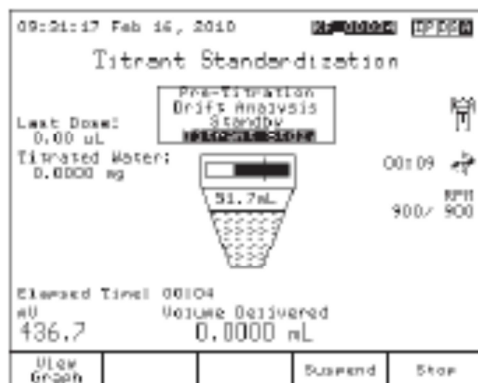
**Nota:** Al agregar muestras con la navecilla de pesaje, pipeta o jeringa sin aguja, el septum debe ser removido. Por lo tanto, la operación de adición se debe realizar rápidamente para evitar la exposición prolongada del vaso a la humedad atmosférica.

## Realizar una Titulación

- Desde la pantalla principal presione  para analizar una muestra o  para la estandarización del titulador. Se le solicitara ingresar el tamaño a analizar. Agregue una muestra preparada de acuerdo a un método de preparación a continuación descrito.

Ingrese el tamaño a analizar y luego presione  o . El titulador comenzara el análisis de acuerdo al método seleccionado.

- Al final de la titulación, aparecerá el mensaje "Titration Completed (titulación completada)" en el estado de la titulación, junto con la concentración final de la humedad en la muestra, el volumen de punto final, y otra información relevante. El titulador vuelve a ingresar al modo Standby (se está activo) en el fondo.



## Comprendiendo la Información Desplegada

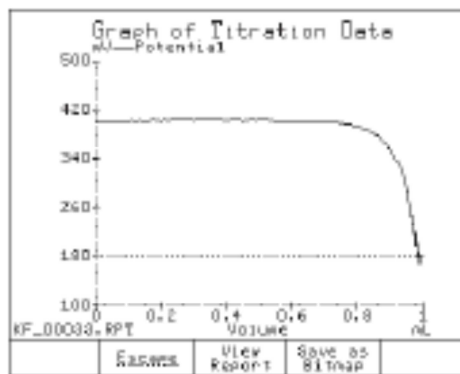
Durante una titulación, es desplegada la siguiente pantalla:

### Ver Gráficos durante Titulación

Presione  para desplegar el grafico de titulación en tiempo real.

La curva desplegada es un ploteo de Electrodo Potencial vs. Volumen de Titulante.

Una línea de segmento horizontal representa el punto final potencial seleccionado usuario



## Termino Titulación


Cuando termine, presione para volver al modo de espera (standby) (si está activo).

La titulación se termina cuando se cumplan las condiciones de los Criterios de Termino.

El Criterio de Termino por defecto es un valor de mV, en el cual la titulación es terminada luego que el valor de mV permanece por debajo del punto final potencial para el tiempo de estabilidad seleccionado.

Cuando ha terminado la titulación, el titulador mostrará la concentración final de la humedad junto con la información básica de titulación.

Para ver el reporte personalizado o gráfico de titulación, presione .

Para ver estadísticas de análisis múltiples, presione .

Para estandarizaciones del titulador, presione  para actualizar el titulador activo con el resultado de la estandarización desplegado.

Cuando este realizado, presione  para volver al modo de espera (si está activo).

## Resultados

Los resultados obtenidos de la titulación son almacenados en un archivo de reportes que puede ser desplegado, transferido a un dispositivo de almacenamiento USB o un PC o imprimirse.

### Ver últimos datos de titulación

- Presione (mientras no se realiza ninguna titulación).
- La pantalla **Parámetros de Datos** será desplegada.



- Desde la pantalla **Parámetros de Datos** destaque la

Opción revisar Reporte Ultima Titulación y presione .

- Sera desplegada la pantalla **Revisión de Resultados**.

- Utilice las teclas  y  para desplegar la información relacionada con la última titulación.


Ver reporte de titulación en página 15.

## Imprimir reporte de titulación

Conecte una impresora DOS / Windows compatible directamente al conector DB 25 (puerta paralela) localizado en la parte posterior del titulador.

**Nota:** para conectar la impresora, por favor apague el titulador y la impresora.

Impresión de un reporte:

- Desde la pantalla **Revisión de Reporte** presione .
- Durante la transferencia de información a la impresora, será desplegado el mensaje "Printing" en la pantalla.

- Presione  para volver a las pantallas **Parámetros de Datos**.

- Presione  nuevamente para volver a la pantalla principal.



## Almacenando la información en un dispositivo USB





Esta característica permite almacenar los resultados de las titulaciones o sesiones de registros derivadas en un dispositivo de almacenamiento USB.

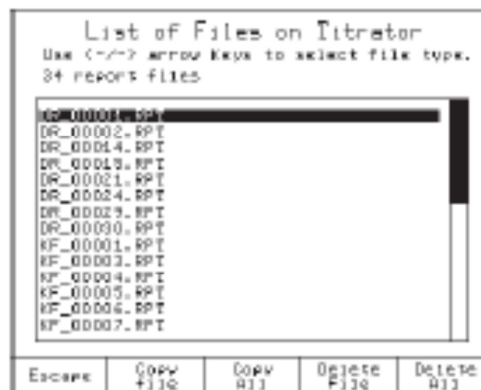
- Inserte el dispositivo de almacenamiento USB dentro del conector USB.

- Desde la pantalla Idle (espera), presione .

Sera desplegada la pantalla **Opciones Generales**.

- Destaque la opción Grabar Archivos a Dispositivo de Almacenamiento USB utilizando las teclas  y .

- Presione . Sera desplegada la pantalla **Lista de Archivos en el Titulador**.
- Utilice la teclas  o  para seleccionar el tipo de archivo: "report files (reporte archivos)".
- Presione  para transferir todos los archivos disponibles al dispositivo de almacenamiento USB, o destaque el nombre del reporte a ser transferido y presione

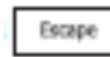


## GUIA INICIO RAPIDO

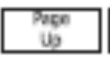
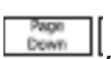


• Al transferir un archive de reporte automáticamente se transferirá el archive de registro correspondiente y el archivo BMP grafico de titulación (si es disponible).

• Presione , para volver a la pantalla **Opciones Generales**.

• Presione , nuevamente para volver a la pantalla Idle (espera).

### Reporte de titulación

Mientras se desplaza con las teclas  y , los campos a continuación podrán ser vistos en la pantalla o ser impresos. La misma información está disponible en el archivo de reporte grabado (KF\_00003.rpt en este ejemplo, con todos los campos de reporte seleccionados).

```
HI903 - Titration Report (reporte titulación)
Method Name (nombre método):      Moisture (humedad en aceite) in Oil
Hora y Fecha:                      12:00 Jan 01, 2011
ID Titulación:                     KF_00003
Nombre Compañía:                   Hanna Instruments
Nombre operador:                   KF Technician
Nombre Electrodo:                  Sonda 1
Campo 1:                           Cualquier texto
Campo 2:                           Cualquier texto
Campo 3:                           Cualquier texto
Titulador                          Software Version: v1.0
Version Software Placa Base:       v2.6
Version Software Bomba:            v1.4
Numero de Serie Titulador:         12345678
Numero de Serie Placa Análoga:    12345678
Numero de Serie Bomba:             12345678
Fecha Calibración Análoga:        Aug 22, 2010
Method Parameter (Parámetros Método)
Nombre:                            Humedad en aceite
Method Revision:                   1.0
Tipo:                              Análisis muestra
Tasa de Predispensado              None
Tiempo Agitado Pre analisis:       0 Segundos
Velocidad Agitación:              900 RPM
Tipo Barra agitadora:              Medium
Dispersión de Entrada:             Automática
Solvente:                          KF Solvent
Parámetros Muestra (Parámetros muestra)
Determ. Muestra:                  Normal
Nombre Muestra:                   Aceite
Tipo de Muestra:                  Masa
Tamaño Muestra:                   0.5000 g
Titulante:                        Titulante KF
Tipo Titulante:                   Un Componente
Conc. Titulante Nominal:           2.0000 mg/mL
Conc. Titulante Estand.:           2.0000 mg/mL
Fecha / Hora:                     Jan 01, 2011 12:00
Recordador edad titulante:         2d:00h:00m
Parámetros Control
Modo Inicio:                       Normal
Modo Standby:                      Habilitado
```

16

## GUIA INICIO RAPIDO

Duración Standby: 720 minutos  
Tensión Impuesta: 20 uA  
Dosis mínima: 0.5000 uL

Dosis máxima: 30.0000 uL  
Aumento tiempo: 1 segundo  
Valor punto final: 180.0 mV  
Promedio señal: 3 Lecturas  
Tasa flujo: 10.0 mL/min

Parámetros Termino:  
Duración Máxima: 3600 segundos  
Volumen Máximo Titulante: 20.0000 mL  
Criterio de Termino: mV Punto final  
mV Punto final: 4 sec  
Unidad resultados: %

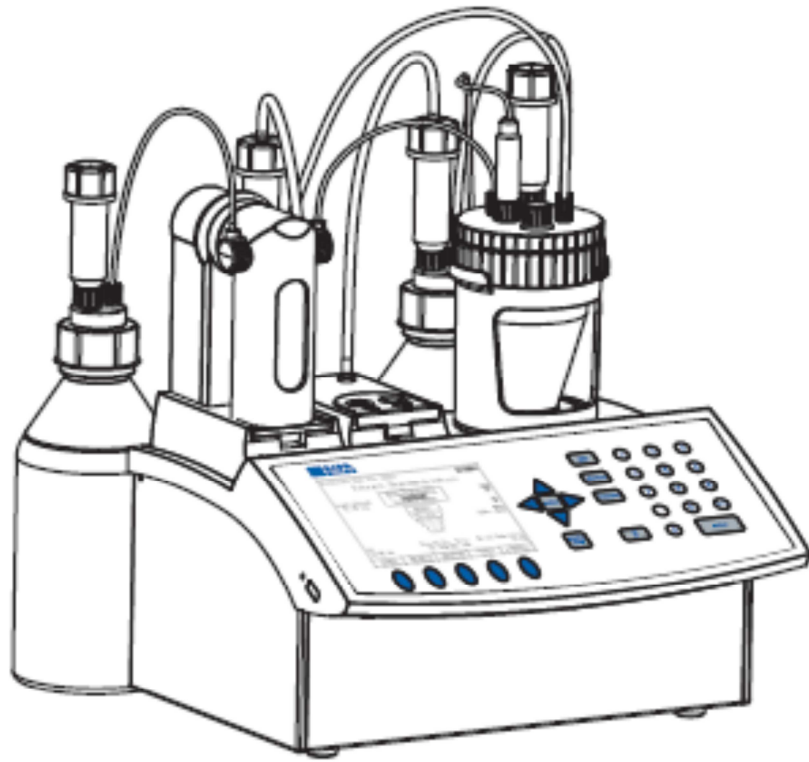
Nr	Volume[ml]	mV	Time
0	0.0000	403.6	00:00:00
1	0.0000	403.5	00:00:01
2	0.0028	403.1	00:00:03
3	0.0078	402.3	00:00:05
4	0.0128	402.6	00:00:06
5	0.0178	403.0	00:00:08
6	0.0228	402.5	00:00:09
7	0.0278	402.4	00:00:11
8	0.0328	402.7	00:00:12
9	0.0378	402.5	00:00:14
10	0.0428	402.9	00:00:16
.			
.			
256	0.9904	169.7	00:06:45
257	0.9904	177.4	00:06:47
258	0.9904	173.7	00:06:48
259	0.9904	171.1	00:06:50
260	0.9904	173.4	00:06:52
261	0.9904	181.1	00:06:53
262	0.9904	175.5	00:06:55
263	0.9904	178.2	00:06:56
264	0.9904	177.6	00:06:58

Resultados Titulación

Nombre Método: Moisture in Oil (humedad en aceite)  
Hora y Fecha: 12:00 Ene 01, 2011  
Tamaño Muestra: 0.5291 g  
Conc. titulante: 2.0000 mg/mL  
Valor Dispersión: 1.0 ug/min  
Volumen Punto Final: 0.9904 mL  
Resultado: 0.3730 %  
Duración Titulante: 06:58 [mm:ss]  
Volumen Estimado Celda: 50.8 mL  
Titulación a Compleción  
Nombre Operador: Cualquier texto  
Firma Analista: \_\_\_\_\_

---

**MANUAL DE INSTRUCCIONES**  
**HI 903**  
**TITULADOR VOLUMETRICO**  
**KARL FISHER**  
Revisión 1.0



 **HANNA**<sup>®</sup>  
instruments  
[www.hannainst.com](http://www.hannainst.com)

---

---

## **Estimado Cliente,**

Felicitaciones por haber elegido un producto de Hanna Instruments.

Por favor lea cuidadosamente este manual antes de utilizar el instrumento. Este manual le proporcionara la información necesaria para el correcto uso del instrumento.



© 2010 Hanna Instruments

Todos los derechos reservados. La reproducción total o parcial está prohibida sin el consentimiento por escrito del propietario de los derechos, Hanna Instruments Inc., 584 Park East Drive, Woonsocket, Rhode Island 02895, USA.

---

## **TABLA DE CONTENIDOS**

### **Capítulo 1. INTRODUCCION**

**Capítulo 2. CONFIGURACION**

**Capítulo 3. INTERFACE USUARIO**

**Capítulo 4. OPCIONES GENERALES**

**Capítulo 5. METODOS**

**Capítulo 6. TITULACION**

**Capítulo 7. FUNCIONES AUXILIARES**

**Capítulo 8. MANTENCION PERIFERICOS**

**Capítulo 9. OPTIMIZACION**

**Apéndice 1. ESPECIFICACIONES TECNICAS**

**Apéndice 2. REACTIVOS RECOMENDADOS**

**Apéndice 3. COMPONENTES TITULADOR**

---

## **INTRODUCCION**

---

### **1 INTRODUCCION**

El HI 903 es un titulador volumétrico Karl Fischer automático de alta precisión, gran flexibilidad y repetibilidad.

El Titulador está diseñado para realizar titulaciones de una variedad de tipos de muestra. Son los principales atributos de este titulador:

Flexibilidad	Soporta hasta 100 métodos de titulación (estándar y definidos por el usuario). Titulación definida por el usuario y base de datos estándar.
Alta precisión	Sistema de dosificación preciso, capaz de suministrar tan poco como 0.125 $\mu$ L de titulante en una dosis individual. Medición mV precisa y control de corriente ( $\mu$ A).
Repetibilidad	Integrado con poderosos algoritmos para criterios de termino basados en punto final mV dispersión relativa/absoluta.
Rápidos resultados	Metodos de titulación pre definidos. Características de pre dispensado. Características de dosificación dinámica. Interface balanza para pesaje automático.
Reporte completo	Los resultados son desplegados directamente en las unidades seleccionadas junto con la Información de titulación. El grafico de titulación puede ser desplegado en el LCD y grabado como BMP. Los reportes ajustables de la titulación y reportes de análisis de dispersión pueden ser impresos, grabados a un dispositivo de almacen. USB o transferidos a un PC vía la interface USB.
Historial resultados Características GLP	Resultados promedio estandarizac. titulante y análisis muestra. Recordatorio edad titulante. Campos para anotaciones específicas.
Fase acondicionamiento	Pre titulación automática para secar el solvente y vaso de titulación. Resultados de titulación ajustada análisis dispersión para mejorar la exactitud.
Sistema sellado solvente	Permite una operación completa en un sistema totalmente sellado, minimiza la entrada
Auto diagnostico ayuda integrada	Pantallas de ayuda disponibles. Características de auto diagnóstico para periféricos incluida bomba, válvula, bureta y agitador. Administración de error con mensajes de error y advertencia.
Gran pantalla grafica	5.7" (320 x 240 pixeles) pantalla grafica color retro iluminada. Gráficos y textos fáciles de visualizar. Interface amigable usuario.

Este manual le proporciona información sobre la instalación y la funcionalidad del titulador y sugerencias de operación refinadas.

Antes de usar el titulador se recomienda familiarizarse con sus varias características y funcionalidad.

**CONFIGURACION**

---

**Capítulo 2. Contenidos**

**2 CONFIGURACION..... 2 - 3**

<b>2.1 Desempaque .....</b>	<b>2 - 3</b>
<b>2.2 Medidas de seguridad .....</b>	<b>2 - 4</b>
<b>2.3 Instalación .....</b>	<b>2 - 5</b>
2.3.1 Vista Superior Titulador .....	2 - 5
2.3.2 Vista Posterior Titulador .....	2 - 6
2.3.3 Vista Lateral Izquierda Titulador.....	2 - 6
2.3.4 Conjunto Titulador .....	2 - 7
2.3.4.1 Conexión Bombas .....	2 - 7
2.3.4.2 Colocación Bureta .....	2 - 9
2.3.4.3 Colocación Vaso y Punta Dispensadora .....	2 - 10
2.3.4.3.1 Parte Superior Vaso .....	2 - 11
2.3.4.4 Conexiones Electricas.....	2 - 13
2.3.5 Titulador, Solvente, Conjunto Botella Desecho .....	2 - 14
2.3.5.1 Conjunto Botella Tituladora .....	2 - 14
2.3.5.2 Solvente / Conjunto Botella Desecho.....	2 - 15

## **2.1 Desempaque**

El titulador y los accesorios son empacados en una caja individual que contiene:

<b>ITEM</b>	<b>CANTIDAD</b>
1 Titulador .....	1 pcs.
2 Conjunto Bomba Dosificadora .....	1 pcs.
3 Conjunto Bureta .....	1 pcs.
• Bureta (con jeringa de 5 mL)	
• Tubo de Aspiración con Conexiones y Tubo de Protección	
• Tubo Dispensado con Punta Anti difusora, Conexiones, y Tubo de Protección	
• Seguros para Tubo	
• Herramienta para Remoción Tapa Bureta	
• Pantalla Protección Luz	
4 Conjunto bomba de Aire .....	1 pcs.
5 Conjunto Agitador .....	1 pcs.
• Vaso de Vidrio	
• Anillo Vaso	
• Tapa Vaso	
• Barra Agitación	
• Desecante	
• Cartucho Desecante	
• Conexiones, O-rings	
6 Soporte Vaso .....	1 pcs.
7 Tornillos Fijación Bomba con Cabeza Plástica .....	2 pcs.
8 Conjunto Botella Tituladora .....	1 pcs.
• Tapa Botella	
• Desecante	
• Cartucho Desecante	
• Conexiones, O-rings	
9 Conjunto Botella Solvente .....	1 pcs.
• Tapa Botella	
• Desecante	
• Cartucho Desecante	
• Conexiones, O-rings	
• Tubos (Tubos Silicona y Teflón)	

2-3

---

## **CONFIGURACION**

---

10 Conjunto Botella de Desecho .....	1 pcs.
• Tapa Botella	
• Desecante	
• Cartucho Desecante	
• Conexiones, O-rings	
• Tubos (Tubos de Silicona y Teflón)	
11 Tecla de Calibración .....	1 pieza.



- 12 Cable Alimentación .....1 pieza.
  - 13 Cable USB.....1 pieza.
  - 14 Carpeta manual Instrucción ..... 1 pieza.
  - 15 Dispositivo Almacenamiento USB ..... 1 pieza.
  - 16 Aplicación PC HI 900 (Kit Instalación Pend drive USB..... 1 pieza.
  - 17 Certificado de Calidad ..... 1 pieza.
  - 18 ISO 8655 Reporte Cumplimiento Bureta ..... 1 pieza.
  - 19 Electrodo Pasador de Platino Doble Karl Fischer..... 1 pieza.
- Ver **Apéndice 3** sección **A 3 componentes Titulador** para fotos.

Si cualquiera de los ítems que faltan o están dañados, comuníquese con su representante de ventas.

**Nota:** Guarde todos los materiales de embalaje hasta que esté seguro que el instrumento opera correctamente.

Los elementos dañados o defectuosos deberán ser devueltos en su embalaje original junto con los accesorios suministrados.

## 2.2 Medidas de Seguridad

Deben ser seguidas las siguientes medidas de seguridad:

1. Asegúrese que el cable de alimentación esté conectado a un enchufe eléctrico.
2. Nunca conecte o desconecte el conjunto de la bomba con el titulador encendido.
3. Verifique que la bureta y el tubo conectado están montados correctamente (ver sección 8.1 Mantenimiento Bureta para más detalles).
4. Verifique siempre que el titulante, solvente, botellas de residuos y el vaso de precipitados de titulación estén correctamente ensamblados.
5. Siempre limpie inmediatamente los derrames y las salpicaduras.

## CONFIGURACION

---

6. Evite las siguientes condiciones ambientales de operación:

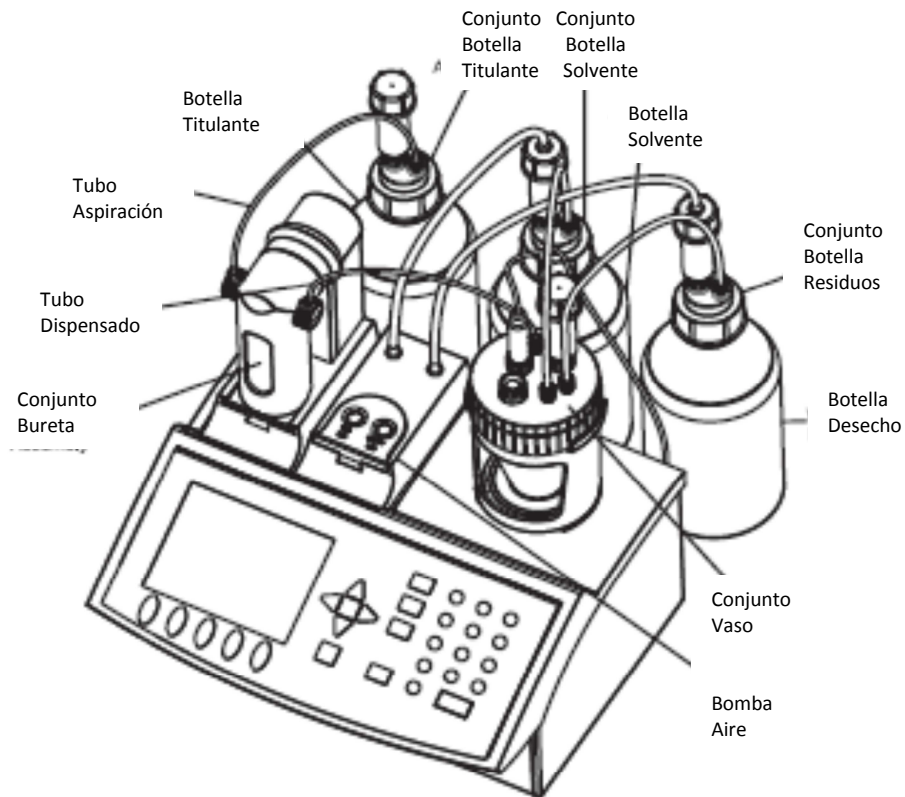
- Vibraciones severas
- Luz directa del sol
- Humedad atmosférica relativa sobre el 95% no-condensada
- Temperaturas ambientales bajo 10°C y sobre 40°C

- Peligros de explosión

7. Mantenga el titulador solo atendido por personal calificado.

## 2.3 Instalación

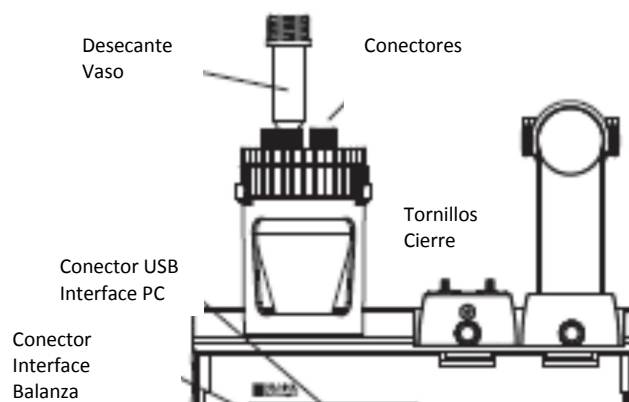
### 2.3.1 Vista Superior Titulador



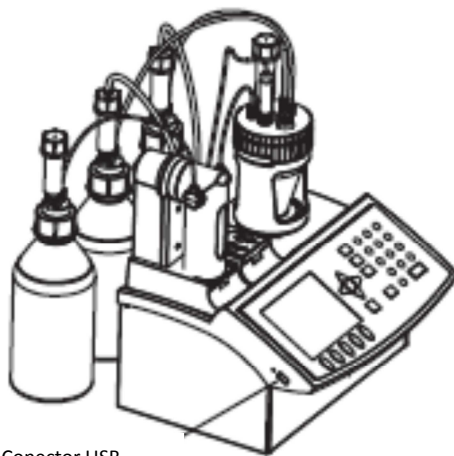
2-5

## CONFIGURACION

### 2.3.2 Vista Posterior Titulador



### 2.3.3 Vista Lateral Izquierda Titulador



Conector USB  
Dispositivo  
Almacenamiento

---

2-6

**CONFIGURACION**

### 2.3.4 Ensamblaje Titulador

**Nota:** Las operaciones de ensamblado deben ser completadas antes de conectar el titulador a la fuente de poder!

#### 2.3.4.1 Conexión de las Bombas

### **Bomba Dosificadora:**

La bomba dosificadora es impulsada por un motor de pasos, que proporciona 40.000 pasos para un solo volumen de bureta.

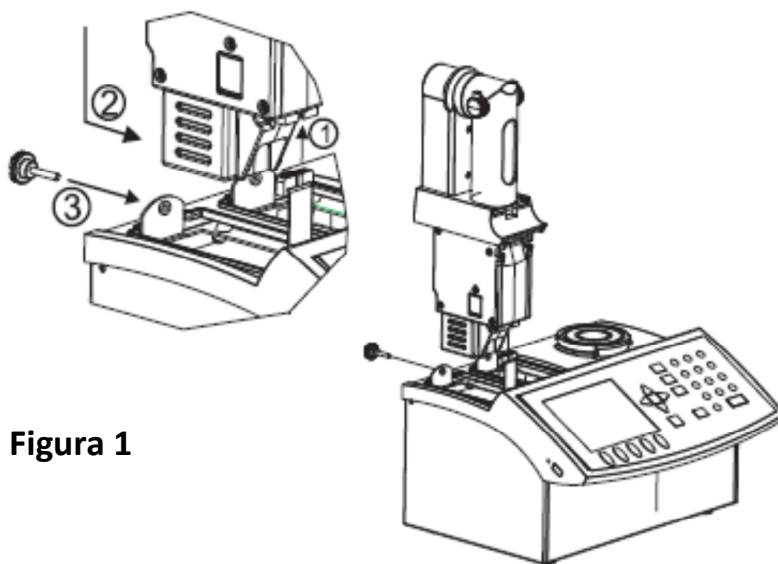
La carcasa de la bomba también sostiene el motor, lo que posiciona automáticamente la válvula de llenado

y dispensado del titulador. Los sensores integrados de la bomba dosificadora reconocen electrónicamente el volumen de cualquier sistema de jeringa de bureta intercambiable Clip-lock™.

Conecte la bomba dosificadora con las siguientes etapas (ver figura 1.): (1) Recupere el cable de la bomba (BOMBA 1) desde la bahía izquierda. Conecte el cable a la bomba como se muestra en la Figura 1. El conector de la bomba está localizado en la parte inferior de la bomba, cerca del motor.

(2) Baje la bomba al interior del titulador, luego deslice hacia el frente del chasis del titulador hasta que este firmemente asegurada.

(3) Asegure la bomba con el tornillo de bloqueo.



**Figura 1**

### **Bomba de Aire:**

El sistema de bomba de aire de diafragma está diseñado para trabajar con los conjunto de botella superior especialmente diseñados. Esto permite que el solvente en el recipiente de titulación sea removido y / o reemplazado sin abrir el vaso de titulación y exponer el interior del vaso a la humedad atmosférica ambiente.

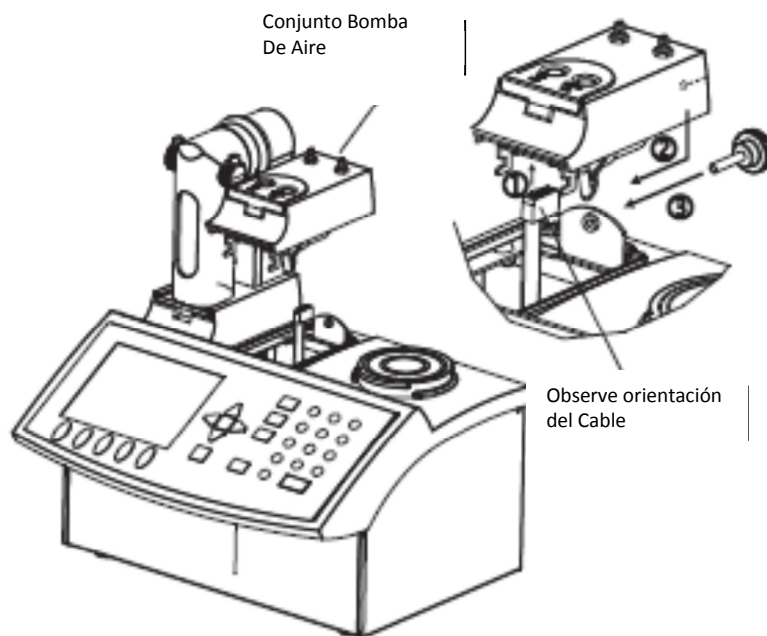
## **CONFIGURACION**

Conecte la bomba de aire con las siguientes etapas (ver Figura 2.):

(1) Recupere el cable de la bomba de aire (BOMBA 2) desde el interior de la bahía derecha. Conecte el cable a la bomba de aire en la Figura 2. El conector de la bomba de aire está localizado en el lado derecho del motor.

(2) Baje la bomba hacia el interior del titulador, luego deslice hacia el frente del chasis del titulador hasta que este firmemente asegurada.

(3) Asegure la bomba con el tornillo de bloqueo.



## CONFIGURACION

### 2.3.4.2 Colocación de la Bureta

La jeringa de vidrio de 5 mL presenta un diámetro interior muy preciso, que ha sido individualmente verificado para producir dosificación de titulante consistente de acuerdo con el estándar ISO 8655. Todas las jeringas, impregnadas no de material de vidrio y componentes de la válvula, incluyendo los hombros y la tapa del émbolo, son construidas a

partir de PTFE para garantizar la resistencia a ambos la degradación debido a titulador Karl Fisher y la permeabilidad al vapor de agua.

Asegúrese que la marca de la tapa accionadora de la válvula y el cuerpo de la bureta estén alineadas como se muestra en la figura 3. Asegúrese que la válvula de posicionamiento de la rueda de la bomba de la bureta este orientada en la posición correcta como se muestra en la

**Figura 3**

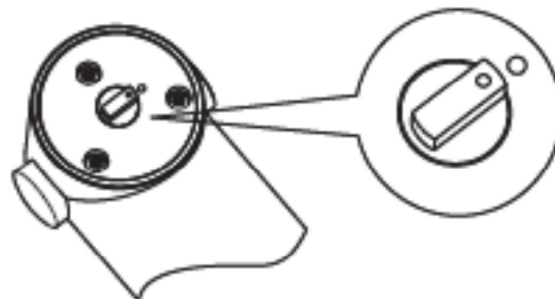
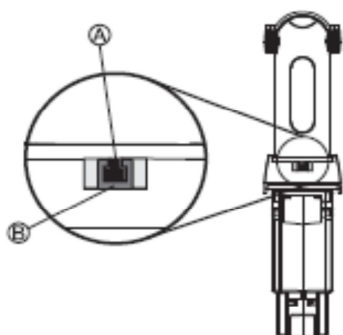
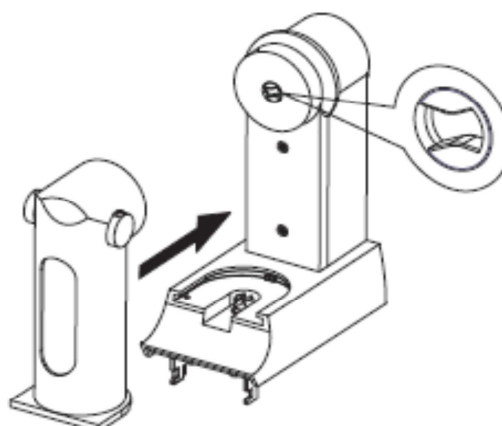


figura 5.

Mientras se asegura el correcto acoplamiento entre el émbolo de la jeringa (A) y el pistón de la bomba (B) (ver figura 4), deslice la bureta dentro del soporte en la la bomba de la bureta (ver figura 5).



**Figura 4**



**Figura 5**

## CONFIGURACION

2-9

### 2.3.4.3 Colocación de Vaso y Punta Dosificadora

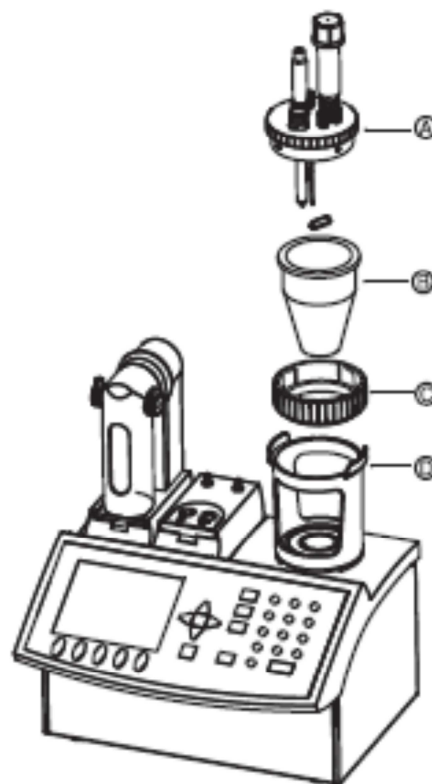
La reacción de la titulación toma lugar en un vaso de vidrio cerrado, cónico, a veces llamado vaso de titulación, vaso de reacción, celda de titulación o celda de reacción.

Las características de diseño principal del vaso de titulación **HI 903** incluyen las siguientes:

- Durabilidad, fácil de usar, limpiar y mantener.
- Vaso Cuerpo Cónico, vidrio el cual proporciona mezclas fuertes y repetitivas para los volúmenes de reacción entre 50 y 150 mL.

- Cubierta PTFE herméticamente sellada con baja permeabilidad de vapor de agua y alta resistencia química a los reactivos Karl Fischer.
  - Un puerto de muestra que puede tanto ser rápidamente retirado y reemplazado al agregar muestras sólidas e incorpora un septum a través del cual se pueden inyectar muestras líquidas.
  - Un cartucho desecante que contiene tamices moleculares y / o gel de sílice para secar el aire ambiente que entra en la célula como disolvente, el titulador y la muestra son agregados a o son removidos desde el recipiente.
  - Las conexiones son elaboradas de un material altamente químicamente resistente llamado PEEK que, en conjunto con los O'rings, crean juntas ajustadas entre la parte superior del recipiente y la punta del electrodo, solventes y tubos de residuos, puerto de la muestra y del cartucho desecante.
- Para fijar el conjunto de vaso, ver la figura 6 y siga los pasos siguientes:
- Alinear el soporte del vaso (D) con la placa base y fíjelo girándolo en el sentido de los punteros del reloj.

**Figura 6**



## CONFIGURACION

- Coloque el anillo del vaso (C) en el soporte del vaso de precipitados con las muescas en la parte superior (ver figura 6).
- Inserte el vaso de vidrio (B) en el anillo del vaso (C).
- Agregue la barra de agitación en el vaso de vidrio (B).
- Cuidadosamente coloque la parte superior del vaso de precipitados en el vaso (B). Asegure en su lugar presionando la parte superior del vaso a través del anillo del vaso (C) con las 4

ranuras del anillo del vaso alineadas con los 4 pasadores de acero de la parte superior del vaso (A).

- Gire el anillo del vaso (C) hacia la izquierda para bloquear la parte superior en su lugar.

### 2.3.4.3.1 Parte superior del vaso

Advertencia: No sobre apriete las conexiones! Esto puede causar daños permanentes a los O'rings!

Para ensamblar las cinco partes de la parte superior del vaso, ver Figura 7 y siga las etapas a continuación:

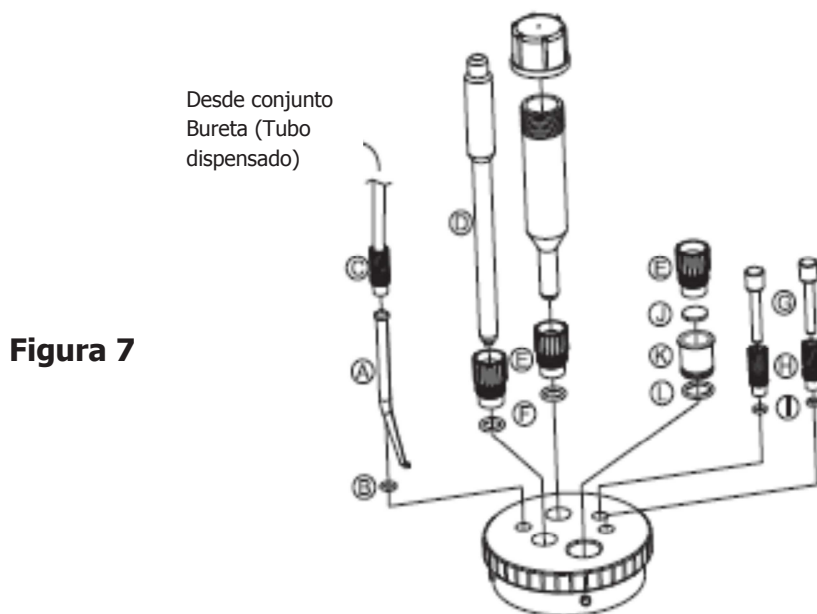


Figura 7

### Punta Dispensadora Anti-difusión

El HI903 junto con la punta dispensadora (A) y el O'ring (B) instalado. Para el ajuste inicial, vaya a la tercera etapa:

- Presione la punta dispensadora (A) a través del O'ring de la punta dispensadora (B) hasta que el O'ring este en el labio de la punta dispensadora.
- Inserte la punta a través del puerto apropiado. Oriente la punta de forma que la porción en ángulo está dirigida hacia el centro del conjunto.
- Apriete el tubo dispensador desde el conjunto de la bureta al Puerto de la punta dispensadora, utilizando el accesorio para la punta dispensadora (C). Asegúrese que la punta permanezca orientada hacia el centro del vaso de precipitado.

## CONFIGURACION

### Electrodo Karl Fischer

El electrodo Karl Fischer consiste de dos pasadores paralelos, de platino sellados dentro de un cuerpo de vidrio con un diámetro de 10 mm. Dos pasadores de acero conectan los elementos de platino a un conector BNC estándar, el cual permite la fácil colocación al HI 903.



Fije a la parte superior del vaso como sigue:

- Introduzca cuidadosamente el electrodo a través de una conexión de 10 mm (E) y un anillo O-ring de 10 mm (F).
- Insertar el electrodo a través de un puerto adecuado en la parte superior del vaso (véase figura 7).
- Mientras orienta el electrodo con pasadores alineados al centro del vaso, apriete el conector de 10 mm (E) a la parte superior del vaso. El electrodo por encima de la barra de agitación debe estar lo más abajo como sea posible en el vaso.
- Conecte el conector del electrodo al conector BNC en la parte posterior del instrumento.

### **Sistema de Manejo Solvente**

El HI903 viene con conectores blancos (G) en los puertos de solventes. Para conectar tubos de botella de solvente o tubos de la botella de residuos, siga estos pasos:

- Afloje la conexión de 5 mm (H) en el solvente y / o puerto de residuo.
- Retire el pasador / pasadores (G) deseados.
- Inserte el tubo de teflón azul desde el conjunto de solvente y / o botella de residuos a través de las conexiones de 5 mm (H) y anillos O' ring de 5 mm (I) hasta que aproximadamente 1 cm de la tubería sea visible dentro del vaso.
- Apriete las conexiones de 5 mm (H). Esto hará que los anillos O' ring de silicona roja (I) sellen alrededor de los tubos.

### **Puerta Conector Muestra**

El HI903 se suministra con el conector de puerto de muestra ensamblado e instalado.

Para volver a armarlo, siga las siguientes etapas:

- Inserte un septum de goma roja (J) en el sostenedor del septum (K).
- Apriete con una conexión de 10 mm (E).
- Coloque el O'ring del conector de puerto de muestra (L) en la ranura del sostenedor del septum (K).
- Inserte el conector de puerto de muestra en el puerto dedicado de la parte superior del vaso.

### **Cartucho Desecante**

- Introduzca el vástago de un cartucho de desecante (M) con una tapa plana (N) a través de un conector de 10 mm (E) y el anillo O'ring de 10 mm (F).
- Inserte en el puerto correcto de la parte superior del vaso.
- Apriete a la parte superior con el conector de 10 mm.

## **CONFIGURACION**

### **2.3.4.4 Conexiones Eléctricas**

- Conecte el electrodo KF al conector BNC (C).
- Conecte el cable de la fuente de poder al enchufe conector (B).



	Función	Tipo de Conector
A	Interruptor	
B	Fuente de poder (115/230 VAC, 50-60 Hz) Cheque en panel posterior titulador (K)	Cable conector energía IEC
C	Sonda KF	Enchufe BNC
D	Agitador magnético externo	Mini DIN 4-pines
E	Conector para dispositivo expansión	Enchufe DIN 8-pines
F	Teclado PC externo	Mini-DIN (Standard PS2) 6-pines
G	Interface balanza analítica (RS232)	Enchufe estándar DB 9 pines
H	Interface (USB) PC	Enchufe USB
I	Pantalla externa	Enchufe estándar pant. VGA 15-pines
J	Impresora paralela	Enchufe DB 25-pines

---

## CONFIGURACION

2-1

---

### 2.3.5 Titulante, Solvente, Conjunto Botella de Residuos

El conjunto superior de la botella está equipado con cartuchos desecantes que contienen gel de sílice el cual asegura que se haya secado el aire que pasa por el sistema de manejo de solvente.

El desecante tiene una capacidad limitada para absorber humedad y normalmente se agota luego de dos a cuatro semanas. El gel de sílice, indicando o no, puede ser regenerado a 150 ° C.

Los extremos superiores de la botella están contruidos de PTFE y han sido diseñados para acomodar las botellas de reactivo con tapas roscadas tipo GL-45.

Los conjuntos de residuos y botella de solvente superiores incluyen tubo azul de PTFE para el manejo del solvente líquido Karl Fischer y un tubo base flexible de silicona transparente para usar con la bomba de aire.

### 2.3.5.1 Conjunto Botella Tituladora (HI 900530)

Precaución: los titulantes Karl Fischer emiten vapores nocivos. Consulte la MSDS del fabricante para las guías de manejo seguro. Para montar la botella del titulador, ver la figura 9 y siga las siguientes etapas:

- Insertar el extremo superior de teflón (J) dentro de una tapa roscada GL 45 (E).
- Inserte un cartucho desecante (B) sin tapa dentada de la manguera (A) a través de una conexión de 10 mm (F) y un anillo O'ring de 10 mm (G).
- Inserte y atornille el conjunto cartucho desecante en el agujero correspondiente en la parte superior blanca de teflón (J). Apriete con un conector de 10 mm (F).
- Asegúrese que el protector del tubo (C) esté instalado en tubería de aspiración (D).
- Inserte el tubo de aspiración de la bureta (D) en el correspondiente conector de 3 mm (H) y fije el anillo O' ring de 3 mm (I).
- Inserte y atornille el tubo de aspiración en el correspondiente agujero.
- Empuje el tubo de aspiración completamente en la botella del titulador hasta el tubo protector (C) sea visible fuera de la botella de titulador (K).
- Atornille la tapa GL 45 (E) con el conjunto completo en la botella del titulante (A).

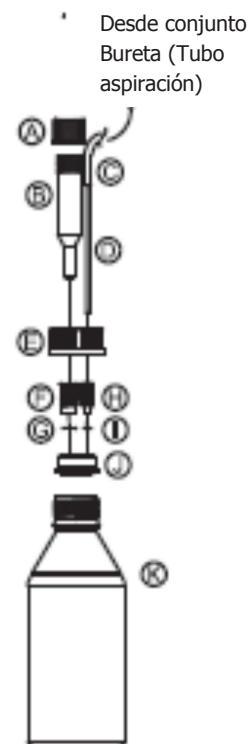


Figura 9

### 2.3.5.2 Conjunto Botella Solvente / Desecho (HI 900531)

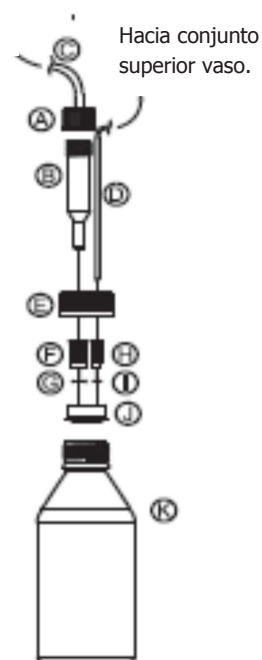
Precaución: La mayoría de los solventes Karl Fischer emiten vapores nocivos.

Consulte la MSDS del fabricante para las guías de manejo seguro.

Para ensamblar la botella de solvente o residuos, ver la figura 10 y siga las siguientes etapas:

- Inserte un extremo superior de teflón (J) en una tapa GL 45 (E).
- Atornille de la tapa del desecante con la tapa conectora (F);
- Inserte un cartucho desecante (B) con la tapa conectora (A) a través de una conexión de 10 mm (F) y un anillo O'ring de 10 mm (G);
- Inserte y atornille el desecante en el correspondiente agujero. Apriete el conjunto de cartucho desecante al extremo superior de teflón (J) con ajuste de 10 mm (F);
- Inserte el tubo de residuos de solvente (D) en la conexión de 5 mm (H) y coloque el anillo O'ring (I);
- Inserte y atornille el conector del tubo en el agujero correspondiente.
- Atornille la tapa GL 45 (E) con el conjunto completo en la botella del titulador.
- Agregue el tubo de aire (C) a la tapa del desecante (A) y conéctelo en la posición correspondiente de la bomba de aire. La posición de "Fill (llenado)" conecta al conjunto de la botella de solvente. La posición "Empty (vacío)" conecta al conjunto de la botella de residuos.

Hacia bomba de aire.



**Figura 10**

**CONFIGURACION**

---

# Capítulo 3. Contenidos


<b>3 INTERFACE USUARIO.....</b>	<b>3 - 3</b>
<b>3.1 Inicio.....</b>	<b>3 - 3</b>
<b>3.2 Descripción .....</b>	<b>3 - 4</b>
3.2.1 Teclado .....	3 - 4
3.2.1.1 Teclas de Función .....	3 - 4
3.2.1.2 Teclas de Opción .....	3 - 4
3.2.1.3 Teclas de Flechas .....	3 - 5
3.2.1.4 Teclas Numericas.....	3 - 5
3.2.1.5 Tecla Enter.....	3 - 5
3.2.2 Pantalla .....	3 - 5
3.2.3 Pantalla Idle (reposo) .....	3 - 6
3.2.4 Pantalla Procesos .....	3 - 7
<b>3.3 Menú Navegación .....</b>	<b>3 - 8</b>
3.3.1 Seleccionar una Opción .....	3 - 8
3.3.2 Seleccionar un Item de Menú .....	3 - 8
3.3.3 Ingresar Texto .....	3 - 8
3.3.4 Grabar Modificaciones .....	3 - 9



### 3.1 Inicio

Una vez que el instrumento esta ensamblado e instalado, siga las etapas a continuación para iniciar el titulador:

- Conecte el instrumento a un enchufe equipado con un cable a tierra. Asegúrese que el voltaje de la corriente principal coincida con el especificado por el titulador.
- Encienda el titulador con el interruptor situado en la parte posterior del instrumento.
  - Espere hasta que el titulador termine el proceso de inicialización.

- Presione  cuando se consulte o espere unos pocos segundos para iniciar el titulador.

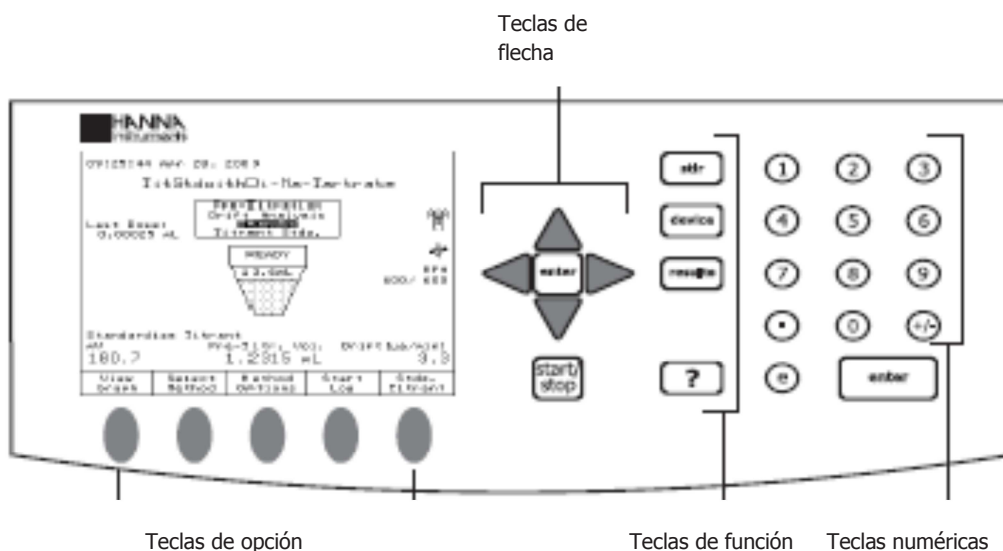


**Nota:** Todos los procesos de inicialización realizados deben ser completados con éxito. Si uno de ellos termina con un mensaje de "Error" y, a continuación, reiniciar la jeringuilla con el interruptor.

Si el problema persiste, póngase en contacto con su distribuidor.



Este capítulo describe los principios básicos de la navegación a través de la interfaz de usuario, seleccionar campos y los valores de entrada desde el teclado. Este capítulo describe los principios básicos de la navegación a través de la interfaz de usuario, seleccionar campos y los valores de entrada desde el teclado.








### 3.2.1 Teclado

El teclado del titulador esta agrupado en cinco categorías, como sigue:

#### 3.2.1.1 Teclas de Función

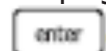
Si una de estas teclas es presionada, la función asociada es realizada inmediatamente. Algunas de las teclas son solo activas en pantallas específicas:

	Inicia o detiene la secuencia de titulación
	Enciende o apaga ON y OFF el agitador (solo modo Idle (reposo))
	Reservado
	Acceso al menú de resultado
	Despliega la ayuda contextual

#### 3.2.1.2 Teclas de Opción

Estas teclas son asignadas a las teclas virtuales en la pantalla. Sus funciones son listadas en las cajas por encima de los botones y varían dependiendo de la pantalla desplegada.

Una tecla virtual subrayada puede ser activada por medio de presionar






### 3.2.1.3 Teclas de flecha


Estas teclas tienen las siguientes funciones:


- Mueve el cursor en la pantalla.
- Aumenta y disminuye la velocidad del agitador y otros ajustes.
- En la pantalla alfanumérica, para seleccionar un carácter.
- Para navegar a través del menú de opciones.

### 3.2.1.4 Teclas Numéricas

Teclas  para  Utilizada para entradas numéricas.

 Alterna entre valores negativos y positivos.

 Puntos decimales.

 Inicia entrada de exponentes para anotaciones científicas.

### 3.2.1.5 Tecla Enter

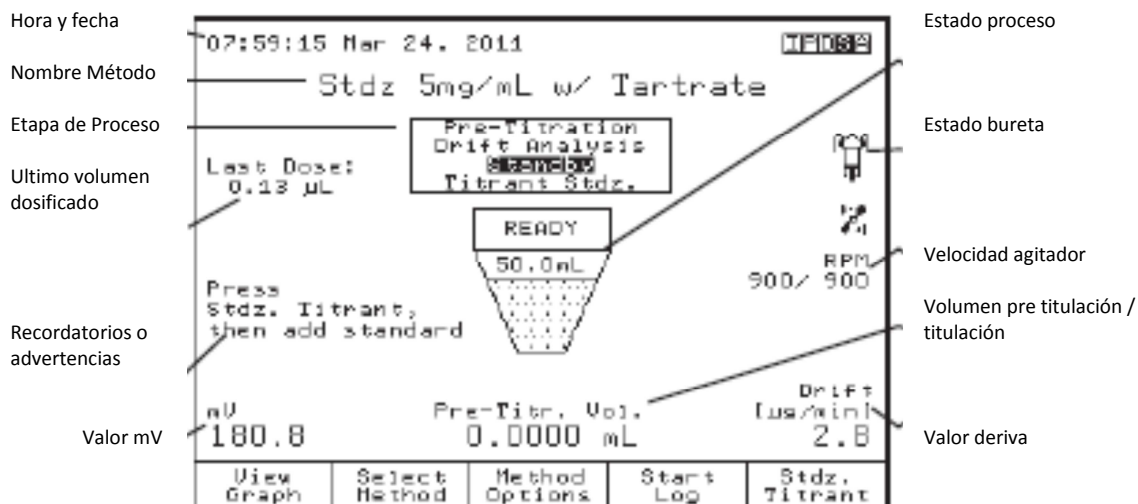
Ambas , teclas desarrollan la misma función:

- Acepta teclas de entrada alfanumérica.
- Ejecuta la tecla de opción virtual (subrayada).

## 3.2.2 Pantalla

El titulador tiene una gran pantalla gráfica en color. A continuación se muestra la pantalla en modo standby con breves explicaciones de los segmentos de la pantalla.

La interfaz de usuario contiene varias pantallas para cada función del titulador.



Teclas de opción virtuales

### 3.2.3 Pantalla Idle (reposo)

Luego de la partida e inicialización, la primera pantalla desplegada es la pantalla Idle (reposo).



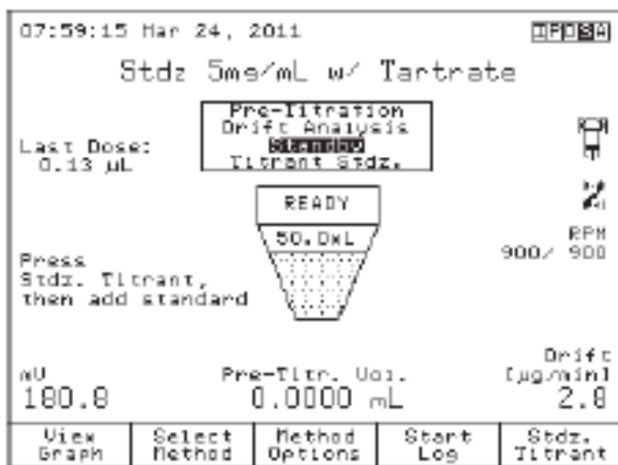
Campos pantalla Idle:

- Nombre método:** Despliega el nombre del método seleccionado.
- Hora y fecha:** Despliega la fecha y hora actual.
- Información agitador:** La velocidad Actual / Ajustes del agitador es desplegada en RPM. Cuando el agitador está apagado, la información del agitador no es desplegada.
- Titulante:** Despliega el nombre y el titulante actual.
- Ultima estandarización:** Despliega la fecha / hora de la estandarización del titulante.
- Recordatorios:** Indica cuando una tarea necesita ser realizada y despliega mensajes de error y advertencia.

### 3.2.4 Pantalla de Proceso

Cuando el usuario presiona mientras esta en la pantalla idle (reposo), son iniciados todos los procesos de titulación.

El titulador despliega la Pantalla de Procesos.



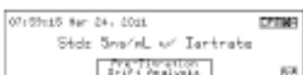
Campos de pantalla de procesos:

<b>Nombre Método:</b>	Despliega el nombre del método seleccionado.
<b>Fecha y Hora:</b>	Despliega la fecha y hora actual
<b>Campo etapa proceso:</b>	Despliega el proceso actual (Pre-titulación, Análisis de dispersión, Standby, Análisis Muestra / Estandarización Titulante).
<b>Estado proceso:</b>	Despliega el estado de proceso con un dibujo descriptivo.
<b>Lectura mV:</b>	Despliega el potencial del electrodo KF.
<b>Titulante dispensado:</b>	Despliega el volumen total de titulante dispensado.
<b>Ultima dosificación:</b>	Despliega el volumen de dosificación de la última titulación.
<b>Valor dispersión:</b>	Despliega el valor de dispersión (cuando está disponible).
<b>Información agitador:</b>	La velocidad actual / Ajustada del agitador es desplegada en RPM.
<b>Estado bureta:</b>	Es desplegado un dibujo descriptivo que indica si la bureta esta activa y no puede ser removida.
<b>Recordatorios:</b>	Indica cuando una tarea necesita ser realizada y despliega mensajes de error y advertencia.

## INTERFASE USUARIO

3-7

### 3.3 Menu navegación



#### 3.3.1 Seleccionar una Opción

Para seleccionar una opción, simplemente presione la tecla de opción a continuación la tecla virtual. Por ejemplo, para acceder a la pantalla **Opciones de**





### 3.3.4 Almacenando Modificación

La pantalla **Saving Method** (almacenando método) permite grabar las modificaciones. Para salir de la

pantalla **Saving Method** sin grabar presione **Escape** o destaque la opción Exit Without Saving Method (salir sin grabar método) y luego

presione **Select** . Para grabar las modificaciones destaque la opción Grabar Método y luego presione



**Nota:** Para acceder al menú de ayuda contextual, presione **?** en cualquier momento. La ayuda es relacionada con la pantalla desplegada. Presione **Escape** o presione **?** nuevamente para volver a la pantalla previa.

**OPCIONES GENERALES**

---

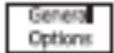
## Capítulo 4. Contenidos

<b>4 OPCIONES GENERAL.....</b>	<b>4 - 3</b>
<b>4.1 Ajustes Fecha y Hora .....</b>	<b>4 - 3</b>
<b>4.2 Ajustes Pantalla .....</b>	<b>4 - 4</b>
<b>4.3 Beeper.....</b>	<b>4 - 5</b>
<b>4.4 Agitador.....</b>	<b>4 - 5</b>
<b>4.5 Idioma .....</b>	<b>4 - 6</b>
<b>4.6 Volumen Estimado Celda .....</b>	<b>4 - 6</b>
<b>4.7 Base de Datos Titulador .....</b>	<b>4 - 6</b>
<b>4.8 Base de Datos Estándar .....</b>	<b>4 - 7</b>
<b>4.9 Graba Archivos a Dispositivo Almacenamiento USB .....</b>	<b>4 - 7</b>
<b>4.10 Restaura Archivos a Dispositivo Almacenamiento USB.....</b>	<b>4 - 9</b>
<b>4.11 Enlace USB con PC .....</b>	<b>4-10</b>
<b>4.12 Chequeo Calibración .....</b>	<b>4-10</b>
<b>4.13 Ajuste Interface Balanza.....</b>	<b>4-11</b>
<b>4.14 Modo Impresora .....</b>	<b>4-12</b>
<b>4.15 Restaurar Valores por Defecto .....</b>	<b>4-13</b>
<b>4.16 Actualizar Software.....</b>	<b>4-13</b>



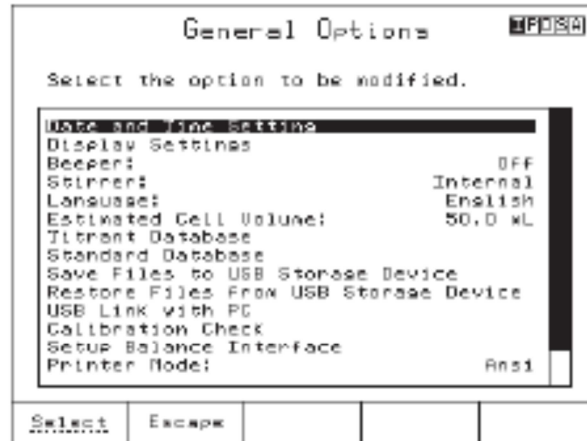


La pantalla **General Options** (opciones generales) da acceso a las opciones que no están directamente relacionada con el proceso de titulación. Para acceder a esta pantalla, presione



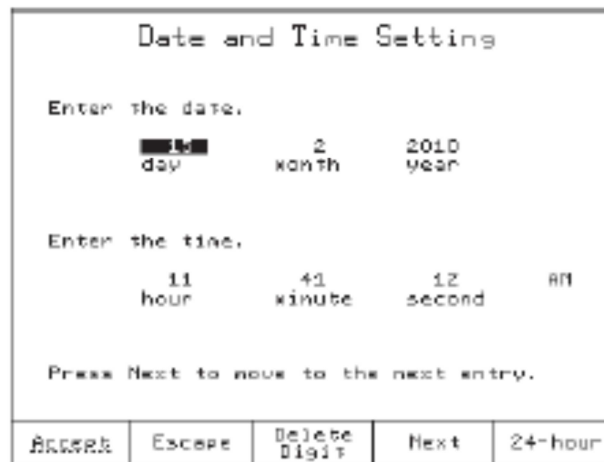
desde la pantalla principal mientras esta en el modo idle (reposo). En el proceso de Pre titulación, Análisis de dispersión, Standby o Titulación, las Opciones Generales pueden ser accedidas por medio de presionar la tecla <<Home>> en un teclado PS/2.

Los menús disponibles son descritos a continuación:






## 4.1 Ajustes Fecha y Hora

Esta pantalla permite al usuario ajustar la fecha y la hora.



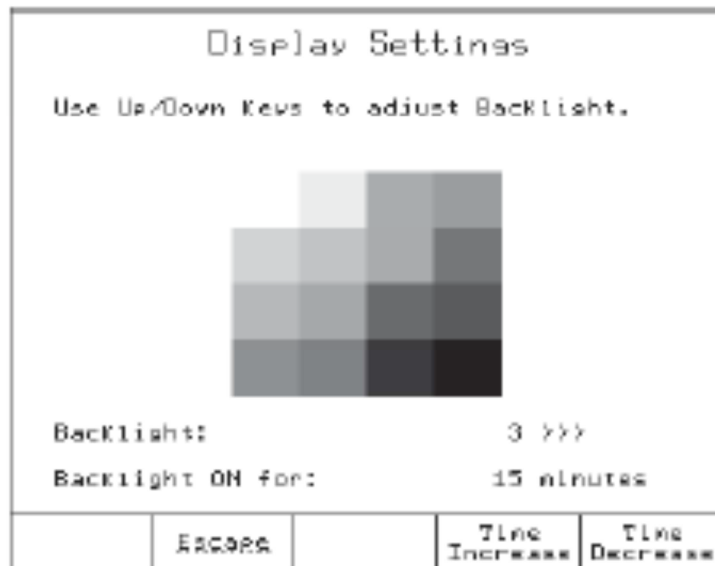
Utilice las teclas  $\triangle$  y  $\nabla$  o las teclas numéricas para modificar la fecha y la hora.

Presione  para mover el cursor al siguiente campo.

Presione  o  para cambiar el formato de la hora.

## 4.2 Ajustes de Pantalla

Esta pantalla permite al usuario modificar las características de visualización de la pantalla.



Teclas Opción:



Aumenta el intervalo de tiempo de ahorro de la retroiluminación  
Disminuye el intervalo de tiempo de ahorro de la retroiluminación

La intensidad de la retroiluminación puede ser ajustada utilizando las teclas  $\Delta$  y  $\nabla$ .

Existen ocho niveles de intensidad de retroalimentación, rango desde 0 a 7.

Una paleta de colores es desplegada en el centro de la pantalla, lo que permite una fácil selección de la intensidad apropiada de la retroiluminación.

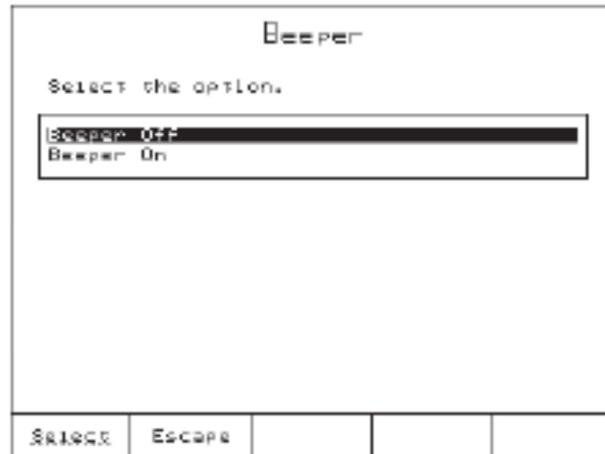
La opción de ahorro de retroiluminación protege la pantalla durante los períodos de espera, cuando no han sido presionadas teclas durante un tiempo establecido.

Si la retroiluminación está apagada, la pulsación de cualquier tecla reactivará la retroiluminación sin realizar ninguna acción.

El rango de intervalo de ahorro de la retroiluminación es entre 1 y 60 minutos. Para deshabilitar la retroiluminación aumente el ahorro de tiempo al máximo permitido. La indicación "Off" aparecerá.

### 4.3 Beeper

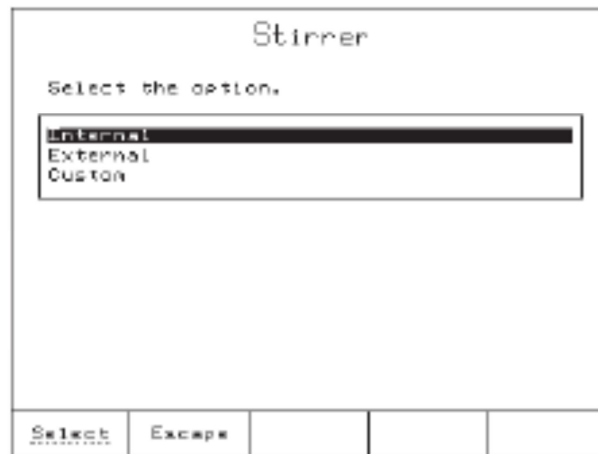
Esta pantalla permite al usuario habilitar (on) o deshabilitar (off) el Beeper.



El beeper sonará una vez completada una titulación, cuando se presiona una tecla inválida o cuando se produce un error grave durante la titulación.

### 4.4 Agitador

Esta pantalla permite al usuario seleccionar el agitador magnético interno, un agitador magnético externo o un agitador controlado por el usuario no controlado por el titulador (personalizado).

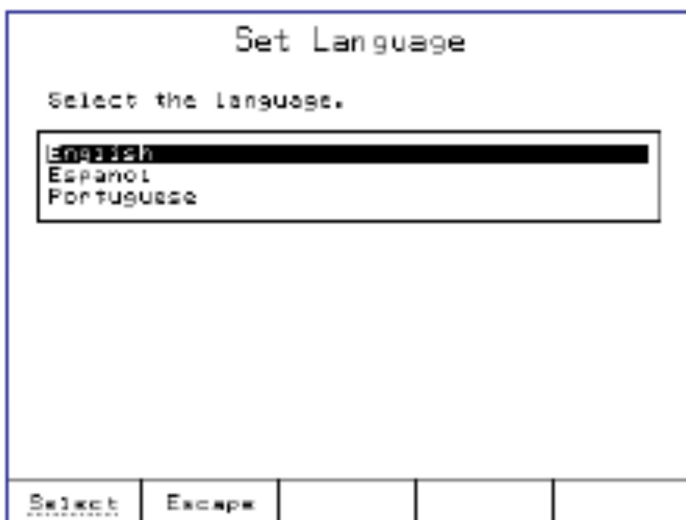


El agitador externo es detectado automáticamente detectado cuando es conectado.

**Nota:** Cuando el agitador externo no está conectada la tecla  no está disponible para la opción agitador "externo".

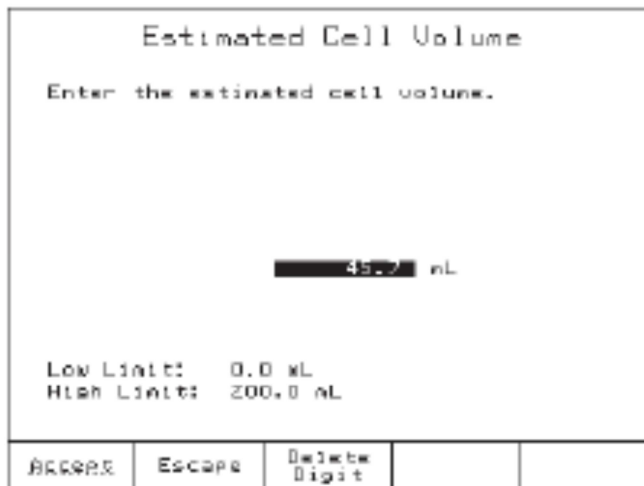
### 4.5 Idioma

Seleccione un idioma disponible.



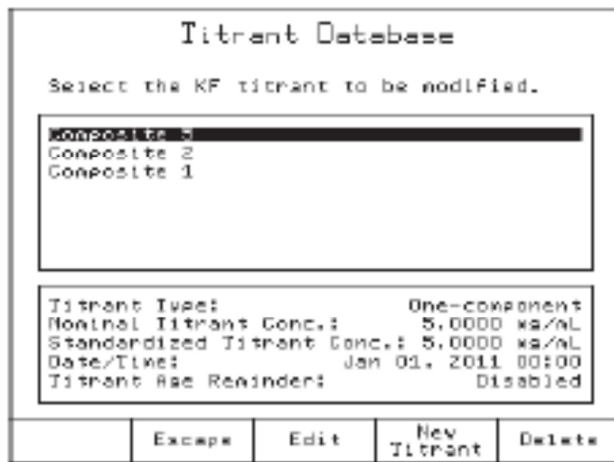
#### 4.6 Volumen Estimado Celda

Esta pantalla permite al usuario ingresar el volumen estimado de solución en el vaso titulador.



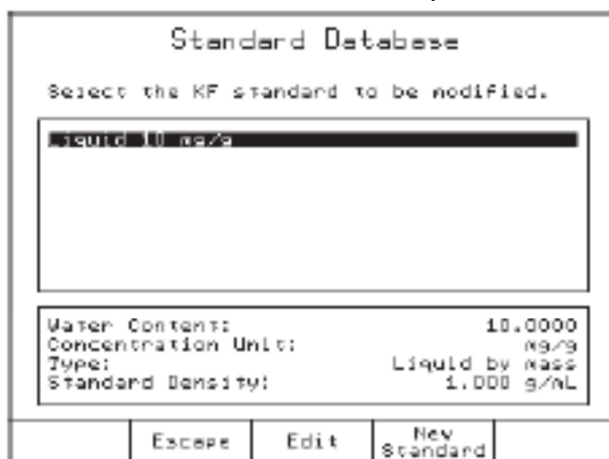
#### 4.7 Base de datos Titulante

Esta pantalla permite al usuario almacenar información acerca de todos los reactivos disponibles para su uso, incluyendo el nombre del titulador e información de estandarización. El titulador para el método actual seleccionado no se puede modificar desde esta pantalla. Para detalles de la funcionalidad completa de la base de datos, consulte la sección 5.5.12



## 4.8 Base de datos Estándar

Esta pantalla permite al usuario almacenar información acerca de todos los estándares disponibles para su uso, incluyendo el nombre del estándar y la concentración. El estándar para el método seleccionado no se puede modificar desde esta pantalla. Para detalles de la funcionalidad completa de la base de datos, consulte la sección 5.5.11.



## 4.9 Grabar Archivos a Dispositivo de Almacenamiento USB

Esta opción permite al usuario grabar archivos desde el titulador a un dispositivo de almacenamiento USB.

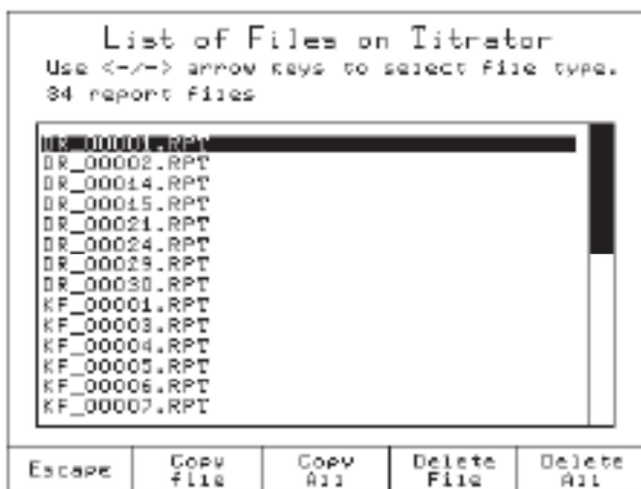
En el titulador, los archivos disponibles son:

- Archivos métodos Estándar - **HIxxxxyy.MTD** (ej. HI8001EN.MTD, HI8101EN.MTD)
- Archivos métodos Usuario - **USERxxxx.MTD** (ej. USER0001.MTD)
- Archivos Reportes Dispersión /Titulación - **DR\_xxxxx.RPT, KF\_xxxxx.RPT**  
(ej. DR\_00001.RPT, KF\_00001.RPT)

Inserte el Dispositivo de Almacenamiento USB dentro del puerto USB en el lado izquierdo del titulador.

Utilice las teclas ◀ y ▶ para conmutar entre los tres tipos de archivos. El número de archivos de cada nombre de archivo en el titulador será desplegado.

Utilice las teclas ▲ y ▼ para deslizarse a través de la lista.



Las teclas de opción permiten las siguientes operaciones:



Volver a la pantalla **General Options** (opciones generales)



Copia el archivo destacado desde el titulador al disp. de almacenamiento USB



Copia todos los archivos actualmente desplegados desde el titulador al dispositivo de almacenamiento USB



Borra los archivos destacados.



Borra todos los archivos actualmente desplegados.

El estado de transferencia ("satisfactorio" / "no satisfactorio") y el nombre del archivo actualmente procesado son desplegados durante la copia o el borrado.

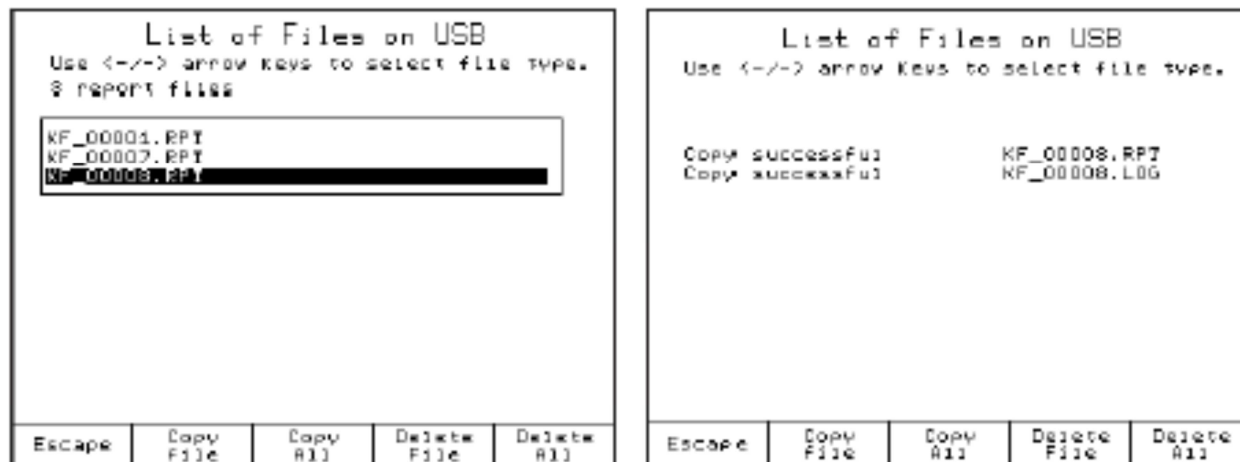
Nota: Los archivos grabados serán almacenados en el pen drive USB en la carpeta HI 903, como sigue:

- Metodos: Unidad USB: \ HI 903 \ Metodos \ \*.mtd
- Reportes: Unidad USB: \ HI 903 \ Reportes \ \*.rpt

## 4.10 Restaurar Archivos desde Dispositivo de Almacenamiento USB

Esta pantalla permite al usuario transferir archivos desde el dispositivo de almacenamiento USB al titular.

Inserte el dispositivo de almacenamiento USB en el puerto USB en el lado izquierdo del titular.



Los tipos de archivos que pueden ser transferidos son:

Archivos métodos Estándar - **HIxxxxyy.MTD** (ej. HI8001EN.MTD, HI8101EN.MTD)

Archivos métodos Usuarios - **USERxxxx.MTD** (ej. USER0001.MTD)

Archivos reportes Dispersión/Titulación - **DR\_xxxxx.RPT, KF\_xxxxx.RPT**  
(ej. DR\_00001.RPT, KF\_00001.RPT)

Utilice las teclas ◀ y ▶ para seleccionar el tipo de archivo.

Utilice las teclas ▲ y ▼ para desplazarse a través de la lista.

El número y el nombre de cada archivo encontrado en el dispositivo de almacenamiento USB es desplegado en la pantalla.

Las teclas de opción permiten las siguientes operaciones:

Escape

Volver a la pantalla **General Options** (opciones generales)

Copy File

Copia los archivos destacados desde el dispositivo almac. USB al titular

Copy All

Copia todos los archivos desplegados actuales desde el disp. de almac. USB al titular.

Delete File

Borra los archivos destacados desde el disp. de almacenamiento USB.

Delete All

Borra todos los archivos desplegados actuales desde el disp. de almac. USB

**Nota:** De modo de restaurar los archivos desde el pen drive USB, asegúrese por favor que todos los métodos y / o reportes que usted desea transferir al titular estén en la carpeta correcta:

- Métodos: USB: | Unidad | HI 903 | Methods | \*.mtd

- Reportes: USB: | Unidad | HI 903 | Reports | \*.rpt

## OPCIONES GENERALES

### 4.11 Enlace USB con PC



La característica de enlace USB es útil para transferir métodos / reportes directamente a desde un PC. Para utilizar esta característica, conecte el cable USB en el conector etiquetado en la parte trasera del titulador y conecte a un PC con la aplicación instalada HI900PC. El Titulador automáticamente intentara conectarse al PC en esta pantalla.



Inactivo: El titulador no está conectado con la aplicación PC HI 900.

Activo: El titulador está conectado con la aplicación PC HI 900.

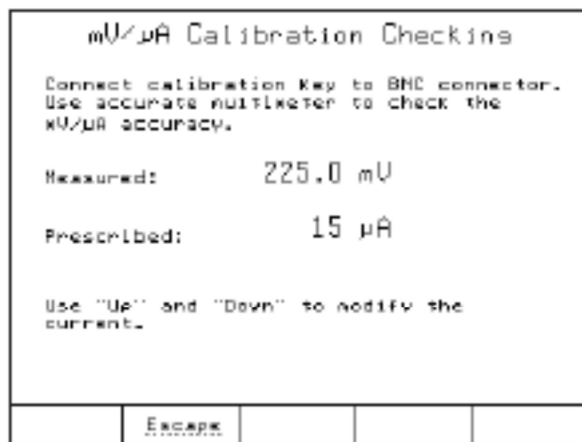
Preparado: El titulador está preparado para comandos.

Transmitir: Muestra el progreso de la transferencia actual.

Velocidad: Muestra la tasa de bauds para la puerta de comunicación.

#### 4.12 Chequeo de Calibración

Esta pantalla permite al usuario verificar la calibración de la placa análoga.



Pueden ser verificados dos parámetros, mV de entrada del electrodo y la corriente de polarización del electrodo.

Ambos parámetros pueden ser medidos en el mismo conector BNC utilizando la tecla de calibración y un multímetro mV/µA (no incluido).

Desconecte el electrodo KF y, a continuación, conecte la llave de calibración HI900941 al electrodo de entrada (conector BNC).

Dependiendo de los parámetros que desea comprobar, siga las indicaciones siguientes:

Comprobación de la exactitud de entrada de mV:

Coloque el multímetro en modo mV.

Si es necesario, cambie el botón de calibración a modo mV presionando el botón rojo.

Conecte los conectores de llave de banana de calibración a la entrada mV del multímetro.

Seleccione el valor de la corriente utilizando las teclas  $\Delta$  y  $\nabla$  (desde la lista pre definida).

Chequee que la indicación de millivolts está de acuerdo con el valor desplegado en la pantalla del titulador (dentro del 2% exactitud).

Chequee la exactitud de la salida de  $\mu\text{A}$ :

Ajuste el multímetro en el modo  $\mu\text{A}$ .

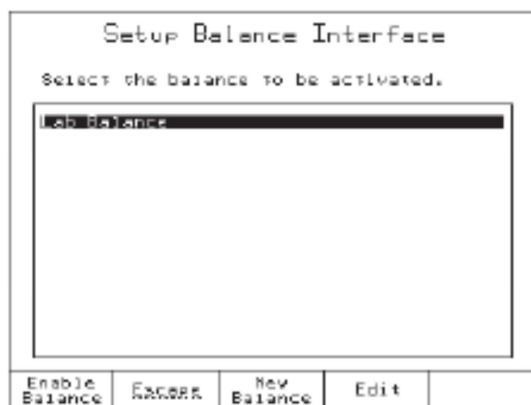
Si es necesario, coloque la llave de calibración en el modo  $\mu\text{A}$  por medio de presionar el botón rojo.

Conecte los conectores de llave de banana de calibración a la entrada mA del multímetro.


Chequee que la indicación del multímetro este de acuerdo con el valor de  $\mu\text{A}$  prescrito del titulador.

### 4.13 Ajuste Interface Balanza


Esta pantalla permite al usuario configurar una balanza analítico para la adquisición automática de la masa de la muestra previo a la titulación o estandarización.



La balanza está conectada al titulador vía la interface RS 232.

Presione  para agregar una Nueva balanza a la lista.

Presione  para habilitar la característica de interface de balanza.

Presione  para deshabilitar la característica de balanza (la adquisición automática de la masa no estar disponible).

Presione  para modificar los parámetros de comunicación. Se abrirá la pantalla Configuración de Balanza.

Presione  para remover la balanza destacada. Nota: A lo menos una balanza debe estar en la lista

---

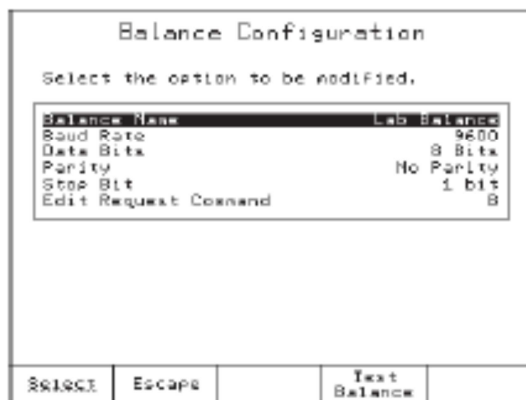
## OPCIONES GENERALES

Configurar las opciones en el menú de configuración de Balanza del Titulador para que coincida con la configuración de sus ajustes particulares (bauds, bits de datos, paridad,

número de bit de parada, sintaxis de comando de solicitud). Puede ser necesario cambiar la configuración en su balanza. Los usuarios deben consultar su manual de instrucciones de balanza.

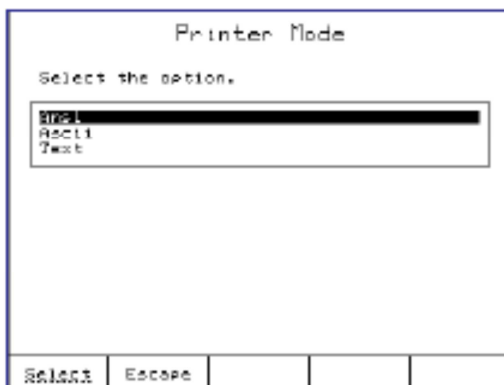
Antes de salir de esta pantalla, compruebe que la conexión con la balanza está funcionando

apropiadamente presionando la tecla .



#### 4.14 Modo Impresora

Esta pantalla permite al usuario seleccionar el modo de impresión: ANSI (por defecto), ASCII y modo de texto.



Modo ANSI:

Utilice este modo cuando su impresora este ajustada en ANSI. En este caso todos los caracteres/símbolos disponible en el titulador serán impresos por su impresora.

Modo ASCII:

Utilice este modo cuando su impresora este ajustada en ASCII. En este caso solo algunos de los caracteres / símbolos acentuados disponibles en el titulador serán impresos.

Modo Texto:

Utilícelo cuando no necesite imprimir los caracteres acentuados.

---

## 4.15 Resetear Ajustes por Defecto

Esta opción restaura los ajustes de fábrica.

Nota: Por favor sea cuidadoso!!! Esto podrá también borrar todos los métodos creados por el usuario, reportes y ajustes de fábrica tales como la configuración del titulador, parámetros de métodos estándar, etc..

Confirmation of Reset				
Are you sure you want to reset the titrator to manufacturer settings?				
This will delete all user methods and reports.				
Reset	Escape			

## 4.16 Actualización Software

Esta pantalla permite al usuario actualizar el software del titulador desde el dispositivo de almacenamiento USB que contiene el kit de actualización del software.

Update Software				
Current version:	HI903 v1.0			
New version:	HI903 v1.1			
Are you sure you want to update the current software with the new version?				
Accept	Escape	Refresh		



---

<b>5 METODOS .....</b>	<b>5 - 3</b>
<b>5.1 Métodos de Selección .....</b>	<b>5 - 3</b>
<b>5.2 Métodos Estandar.....</b>	<b>5 - 4</b>
5.2.1 Actualización de Metodos Estandar.....	5 - 4
5.2.2 Borrado Metodos Estándar .....	5 - 4
5.2.3 restaurar los Metodos Estándar a los Ajustes de Fabrica .....	5 - 5
<b>5.3 Metodos Usuario .....</b>	<b>5 - 5</b>
5.3.1 Crear Metodos de Usuario .....	5 - 5
5.3.2 Borrar Metodos de Usuario .....	5 - 6
<b>5.4 Ver / Modificar Método .....</b>	<b>5 - 6</b>
<b>5.5 Opciones Método.....</b>	<b>5 - 7</b>
5.5.1 Nombrar el Método de Usuario .....	5 - 7
5.5.2 Revisión Método .....	5 - 8
5.5.3 Tipo Método .....	5 - 8
5.5.4 Cantidad Pre dispensada .....	5 - 9
5.5.5 Tiempo Agitación Pre análisis .....	5 - 9
5.5.6 Velocidad Agitador .....	5 - 10
5.5.7 Tipo Barra Agitación .....	5 - 10
5.5.8 Entrada de Dispersión.....	5 - 11
5.5.9 Nombre Solvente.....	5 - 12
5.5.10 Parámetros Muestra (solo modo Análisis Muestra) .....	5 - 12
5.5.10.1 Determinación Muestra .....	5 - 13
5.5.10.2 Nombre Muestra .....	5 - 13
5.5.10.3 Tipo Muestra.....	5 - 14
5.5.10.4 Tamaño Muestra .....	5 - 14
5.5.11 Estándar (solo modo Estandarización Titulación) .....	5 - 15
5.5.11.1 Nombre Estándar .....	5 - 15
5.5.11.2 Tipo Estándar .....	5 - 15

5.5.11.3 Unidades Concentración .....	5 - 16
5.5.11.4 Contenido de Agua .....	5 - 16
5.5.11.5 Tamaño Estándar .....	5 - 16
5.5.12 Titulante .....	5 - 16
5.5.12.1 Nombre titulante .....	5 - 17
5.5.12.2 Tipo Titulante.....	5 - 17
5.5.12.3 Concentración Titulante Nominal .....	5 - 18
5.5.12.4 Concentración Titulante Estandarizado .....	5 - 18
5.5.12.5 Recordatorio Edad Titulante .....	5 - 18
5.5.13 Parámetros de Control .....	5 - 19
5.5.13.1 Modo Inicio.....	5 - 19
5.5.13.2 Modo Standby.....	5 - 20
5.5.13.3 Duración Standby.....	5 - 20
5.5.13.4 Corriente Impuesta .....	5 - 21
5.5.13.5 Parámetros Dosificación .....	5 - 21
5.5.13.6 Aumento de Tiempo .....	5 - 22
5.5.13.7 Valor Punto Final.....	5 - 22
5.5.13.8 Promedio Señal .....	5 - 23
5.5.13.9 Tasa de Flujo .....	5 - 23
5.5.14 Parámetros Termino .....	5 - 24
5.5.14.1 Duración Máxima .....	5 - 24
5.5.14.2 Volumen Máximo Titulante .....	5 - 25
5.5.14.3 Criterio Termino .....	5 - 25
5.5.14.4 Tiempo Estabilización Punto Final.....	5 - 26
5.5.15 Unidad Resultado .....	5 - 26
<b>5.6 Impresión .....</b>	<b>5 - 26</b>

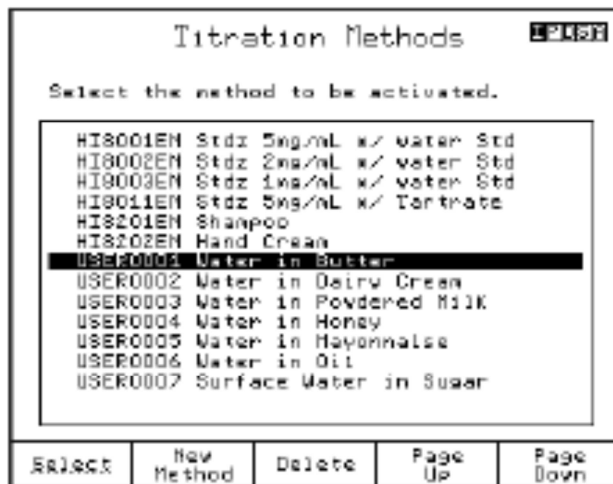
## 5 METODOS

Todos los parámetros requeridos para completar un análisis son agrupados en un método. El Titulador es suministrado con un conjunto de métodos estándar.


Los métodos estándar y los métodos del usuario se pueden actualizar, almacenar o eliminar conectando el Titulador a un PC por medio de la aplicación de HI900PC o un dispositivo de almacenamiento USB.

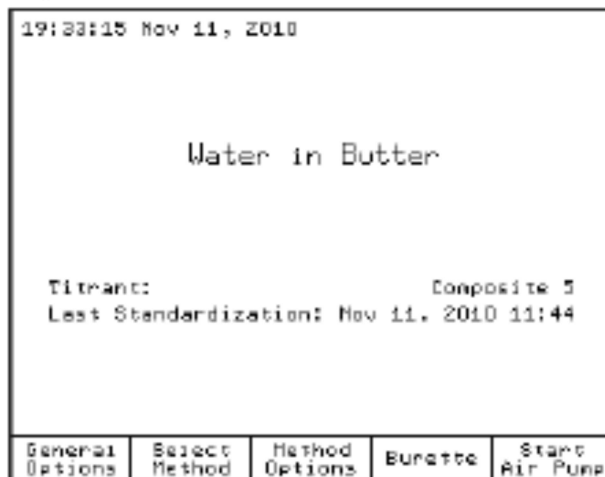
### 5.1 Métodos de Selección

Para seleccionar un método, presione la tecla  (cuando esté disponible). Será desplegada una lista de métodos disponibles.



En la pantalla de **Métodos de Titulación**, usted podrá ver la lista de todos los métodos disponibles (métodos estándar y de usuario si están disponibles).

Para seleccionar un método, destaque el método y presione . El nombre del método seleccionado será desplegado en la pantalla.



### 5.2 Métodos Estándar



Los métodos estándar fueron desarrollados para los tipos más comunes de análisis. También, los métodos estándar pueden ser utilizados como modelo para crear nuevos métodos de usuario.

Parámetros de método específico sólo pueden ser modificados por el usuario (ver Sección 5.5, Sección de Opciones de Método).

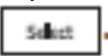
### 5.2.1 Actualización Métodos Estándar

Para actualizar el titulador con los nuevos métodos estándar, siga las etapas a continuación:


#### Desde el Dispositivo de Almacenamiento USB:

- Inserte el dispositivo de almacenamiento USB dentro de la puerta USB, localizada en el lado izquierdo del titulador.

- Acceder a la pantalla de **Opciones Generales**.

- Utilizando las teclas  $\triangle$  y  $\nabla$ , destaque la opción Restaurar Archivos desde Dispositivo de Almacenamiento USB y seleccione .

- utilizando las teclas  $\triangleleft$  y  $\triangleright$ , navegue a través de los archivos para encontrar "archivos de métodos estándar". Será desplegada la lista con los métodos estándar disponibles en el dispositivo de almacenamiento.

- Presione las teclas  o  para actualizar el titulador con los métodos estándar.

- Presione  para volver a la pantalla **Opciones Generales**.

**Nota:** Ver sección 4.8 Restaurar Archivos desde el Dispositivo de Almacenamiento USB.

#### Desde el PC:


Usted puede actualizar el titulador con métodos estándar desde un PC con la aplicación de PC HI 900 (ver Sección 4.9, conexión USB con el PC).

### 5.2.2 Borrar Metodos Estándar



Los métodos estándar no necesarios pueden ser removidos desde el titulador por medio de seguir el siguiente procedimiento a continuación:

#### Desde la pantalla de Opciones Generales:

- Acceder a la pantalla de **Opciones Generales**.

- Utilizando las teclas  $\triangle$  y  $\nabla$ , destaque la opción grabar Archivos a Dispositivo de Almacenamiento USB y presione .

- Utilizando las teclas  $\triangleleft$  y  $\triangleright$ , navegue a través de los archivos para encontrar "archivos de métodos estándar". Será desplegada la lista con los métodos estándar disponibles en el dispositivo de almacenamiento.

- Presione las teclas  o  para remover los métodos estándar no necesarios.


- Presione  para volver a la pantalla de **Opciones Generales**.

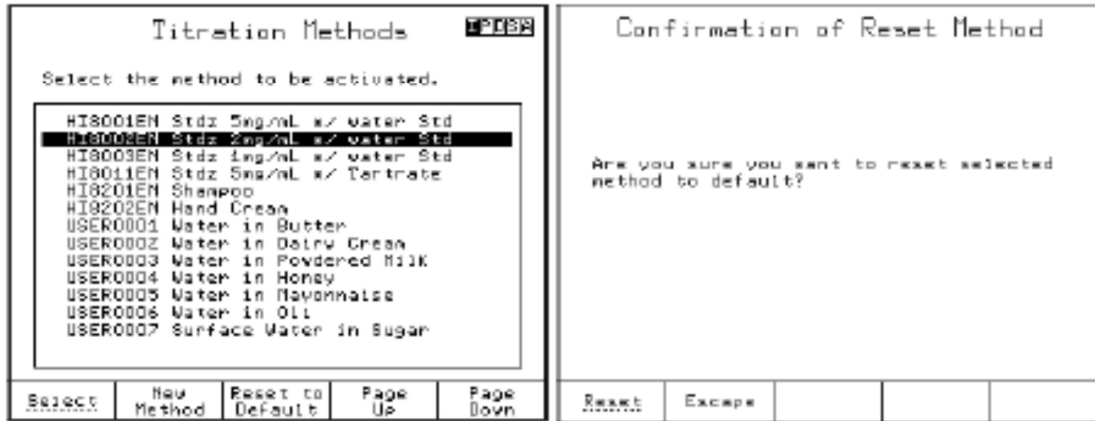
#### Desde el PC:

Los Métodos Estándar no Necesarios pueden ser removidos desde el titulador por medio de utilizar la aplicación HI 900 PC (ver Sección 4.9, Enlace USB con PC).

### 5.2.3 Restaurar los Métodos Estándar a los Ajustes de Fabrica

Usted puede restaurar los métodos estándar a los ajustes de fábrica por medio de destacar un

método estándar y presionar .




### 5.3 Métodos de Usuario

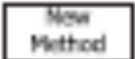

Estos métodos son definidos por el usuario (normalmente por medio de la modificación de un método estándar).

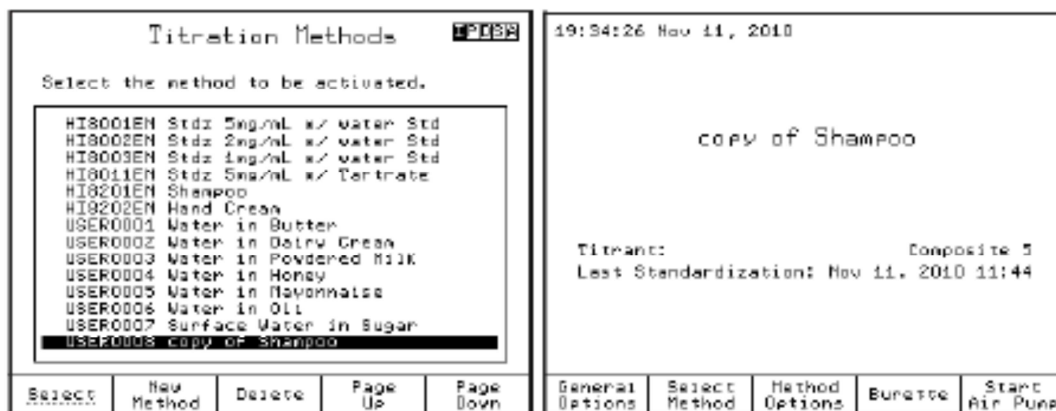
Los métodos de usuario pueden ser desarrollados de acuerdo a los requerimientos del usuario. Todos los parámetros de método pueden ser modificados por el usuario.

#### 5.3.1 Creando Métodos de Usuario

Para crear un nuevo método de usuario comience desde un estándar o método de usuario, y siga las siguientes etapas:

- Presione  desde la pantalla principal.
- Utilizando las teclas  $\Delta$  y  $\nabla$ , destaque un método existente desde la lista de métodos.



- Presione . Sera generado un Nuevo método de usuario.
- Presione  para activar el Nuevo método de usuario creado.



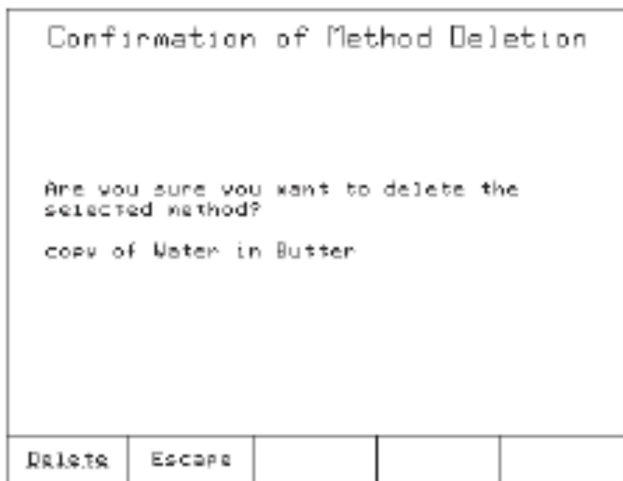
## MÉTODOS

**Nota:** Solo puede ser generado un número limitado de métodos de usuario. El titular puede soportar hasta cien métodos (estándar y usuario). Cuando este es alcanzado, es desplegado un mensaje de advertencia.





### 5.3.2 Borrando Métodos de Usuario

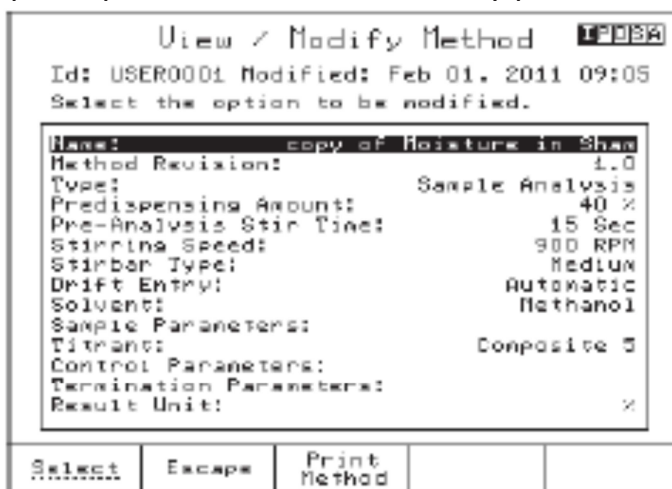
Para remover un método de usuario, presione  (cuando esté disponible). Destaque el método de usuario que usted necesita borrar y presione . Aparecerá una pantalla de modo de confirmar el borrado.

Presione  nuevamente para confirmar o presione  para cancelar la operación.




### 5.4 Ver/ Modificar Método

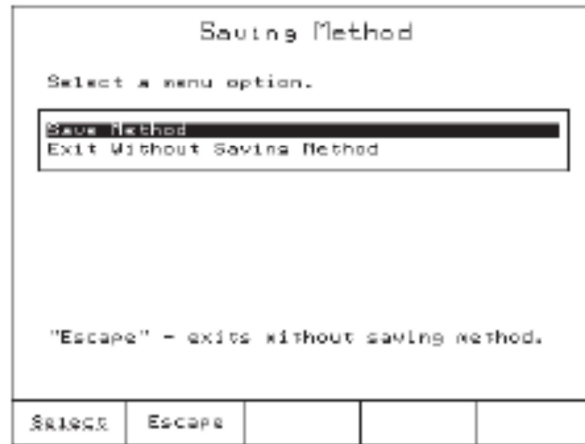
Para modificar los parámetros de métodos, presione  desde la pantalla principal. Sera desplegada una lista de todos los parámetros para el método seleccionado. Presione las teclas  y  para destacar la opción que usted necesita modificar y presione .



## Grabar Método:

Luego de realizar las modificaciones destaque **Grabar Método** y presione 


Luego de realizar las modificaciones, presione  y seleccione **Grabar Método** para mantener los cambios.



## 5.5 Opciones Métodos

### 5.5.1 Nombrando el Método del Usuario

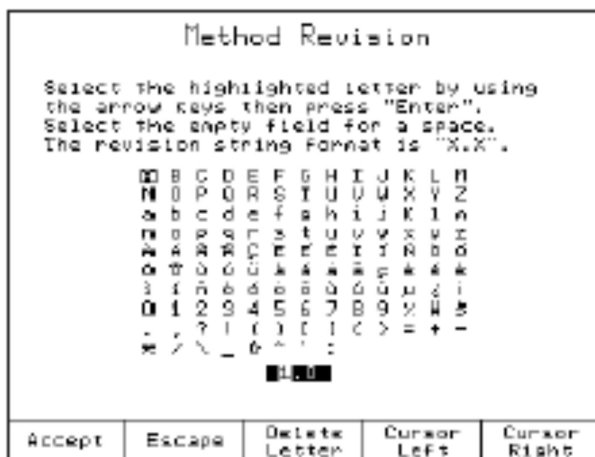
Esta opción le permite ingresar un nombre para el Nuevo método (hasta 24 caracteres).

Utilice las teclas de flecha para navegar a través de la tabla de caracteres. Presione  para agregar el carácter destacado para el nombre del método.



### 5.5.2 Revisión Métodos

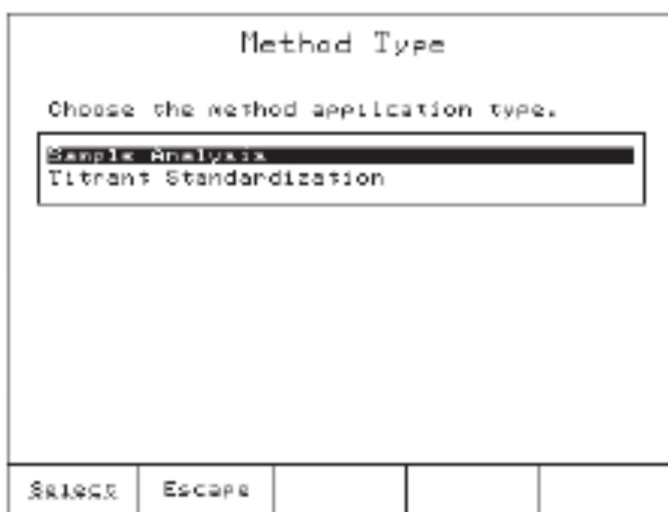
Esta opción le permite introducir una cadena que representa la revisión del método actual. El formato de cadena de revisión debe ser "X.Y", donde x e y son dígitos numéricos.



### 5.5.3 Tipo Método

Tipo de método es un parámetro listado en cada método.

De modo de realizar una titulación que el usuario tiene que elegir entre la determinación de agua en la muestra (Análisis de la Muestra) o determinación de concentración de titulador (Estandarización Titulador).



### 5.5.4 Cantidad Pre dispensada

La titulación puede ser en el inicio de la titulación y en el inicio del análisis, si el contenido de agua de la muestra es conocido.

Predispensina Amount				
Enter the percentage of titrant volume that will be predispensed.				
██████████ 40 %				
Low Limit: 0 % High Limit: 90 %				
Accept	Escape	Delete Digit		

La cantidad pre dispensada puede ser suministrada entre 1 y 90% del titulante requerido para alcanzar el punto final.

Ajustar la cantidad a 0% puede deshabilitar la característica de pre dispensado del titulante.

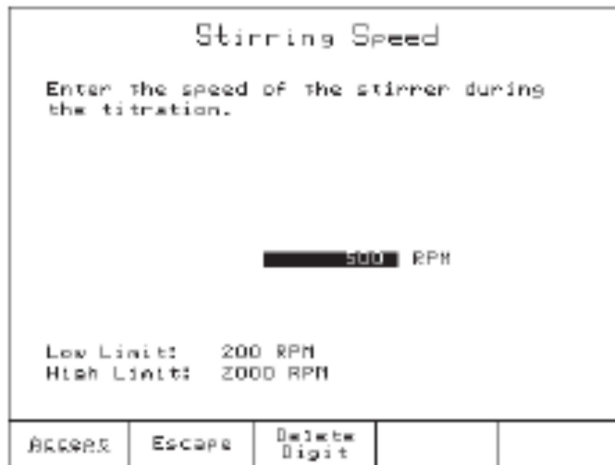
### 5.5.5 Tiempo de Agitado Pre análisis

Para evitar resultados erróneos o puntos finales no alcanzables al analizar muestras con solubilidad limitada, la muestra debe ser completamente disuelta en el solvente previo a iniciar una titulación.

El tiempo de agitación del pre análisis se puede ajustar entre 0 y 1000 segundos. Luego que la muestra es agregada al vaso de reacción el titulador la agitará por el período de tiempo establecido antes de que cualquier titulante (excluye pre dispensado) sea agregado a la celda.

Pre-Analysis Stir Time				
Enter the initial mixing time prior to the start of the titration.				
██████████ 10 seconds				
Low Limit: 0 seconds High Limit: 1000 seconds				
Accept	Escape	Delete Digit		

### 5.5.6 Velocidad de Agitación

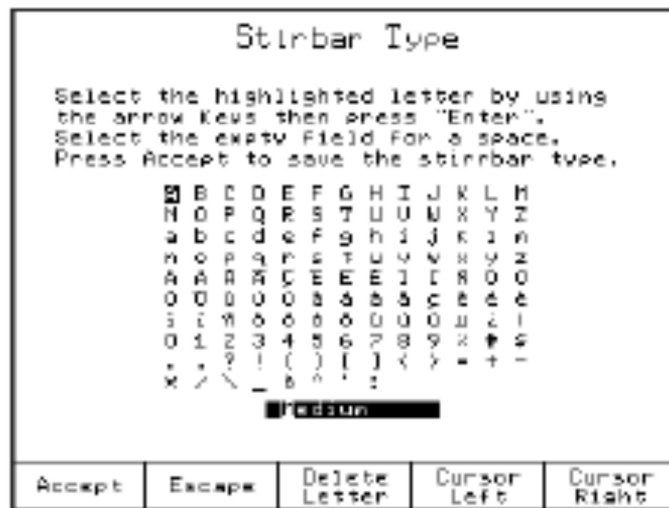


La velocidad de agitación puede ser establecida entre 200 y 2000 RPM con una resolución de 100 RPM.

El agitador puede permanecer encendido, tanto como el método este activo. La velocidad puede ser ajustada en cualquier momento por medio de utilizar las teclas  $\Delta$  y  $\nabla$  cuando el agitador está en operación.

### 5.5.7 Tipo Barra de Agitación

Permite al usuario editar la descripción de la barra de agitación.



### 5.5.8 Entrada Dispersión

Permite al usuario seleccionar el modo de entrada de dispersión que es utilizado durante el proceso de titulación:

The screenshot shows a terminal window titled "Drift Entry". The text inside reads "Choose the drift entry mode." Below this is a rectangular box containing two options: "Automatic" (which is highlighted with a thick black bar) and "User". At the bottom of the terminal window, there is a row of five buttons: "ABORT", "Escape", and three empty buttons.


Automático - la tasa de dispersión será calculada automáticamente luego de la pre-titulación del solvente.

Usuario - la dispersión es establecida en un valor fijo (introducida por el usuario). El usuario introduce el valor de dispersión estimado. Se omitirá la etapa de análisis de la dispersión y el usuario debe introducir el valor de dispersión entre 0.0  $\mu\text{g}/\text{min}$  y 10.0  $\mu\text{g}/\text{min}$ .

The screenshot shows a terminal window titled "User Drift Value". The text inside reads "Enter the background drift value for final result correction." Below this is a rectangular box containing the value "8.0  $\mu\text{g}/\text{min}$ ". At the bottom of the terminal window, there is a row of five buttons: "ABORT", "Escape", "Delete Digit", and two empty buttons.

### 5.5.9 Nombre Solvente

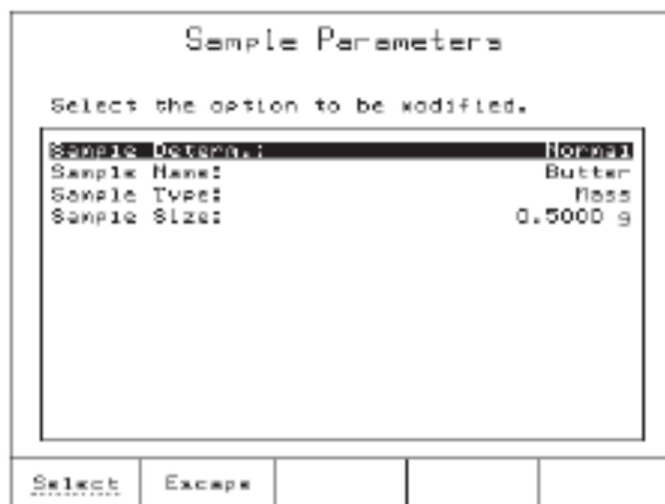


El usuario puede ingresar un nombre para el solvente (hasta 15 caracteres). Utilice las teclas de flecha para navegar a través de la tabla de caracteres. Presione  para agregar el carácter destacado al nombre del solvente.

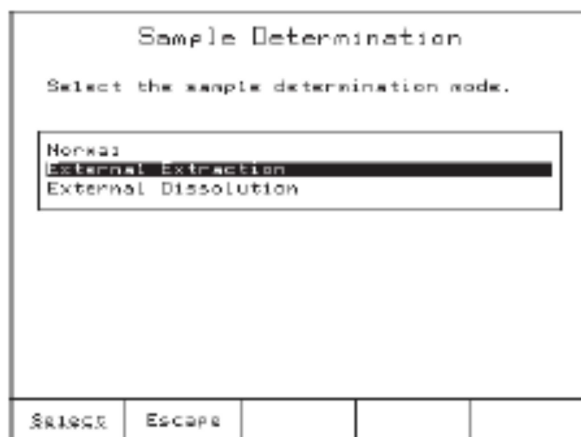


### 5.5.10 Parámetros Muestras (solo modo Análisis Muestra)

Esta pantalla permite al usuario acceder y configurar los parámetros específicos de la muestra.



Esta pantalla permite al usuario seleccionar el modo de determinación de la muestra.




La determinación de la muestra normal se realiza a través de la titulación directa de las muestras que son solubles en solvente o son finamente divididas y tienen una distribución homogénea en el agua. La extracción externa es un método para la preparación de muestras no solubles que requieren una extracción de agua externa. Usando los solventes adecuados la muestra se divide en una fina suspensión desde la cual, el agua es extraída y liberada en el solvente. La disolución externa es un método para la preparación de los siguientes tipos de muestras:

- las muestras con un contenido muy alto de agua.
- las muestras que no presentan una distribución homogénea del agua.
- las muestras de lenta disolución
- las muestras que pueden contaminar el recipiente de titulación, lo que reduce la exactitud, la precisión, el número de titulaciones entre cambios de solventes y elevar los requisitos de mantenimiento de la celda.

### 5.5.10.2 Nombre de muestra

Esta pantalla permite al usuario ingresar un nombre para la muestra (hasta 14 caracteres).

Use las teclas de flechas para navegar a través de la tabla de caracteres. Presione  para agregar el carácter destacado para el nombre de la muestra.



### 5.5.10.3 Tipo de Muestra

Esta opción permite al usuario seleccionar el tipo de muestra: masa, volumen o piezas.

Sample Type

Choose the sample amount type.

Mass  
Volume  
Pieces

ACCEPT Escape

Esta información es utilizada para determinar el tamaño de la muestra requerido para la titulación previo al análisis.

#### 5.5.10.4 Tamaño Muestra

Sample Size

Enter the sample size in current unit.

00.0000 g

Low Limit: 0.0010 g  
High Limit: 100.0000 g

ACCEPT Escape Delete Digit

Esta opción permite al usuario ingresar el tamaño de la muestra. Para disolución / externa, ingrese el tamaño de la alícuota tomada desde el vaso externo. Antes de comenzar la titulación, el usuario es consultado nuevamente para ingresar el tamaño de la muestra. El tamaño de la muestra (masa o volumen) puede ser automáticamente adquirida desde la balanza (cuando está habilitada la característica balanza) ver Sección 4.11, Ajuste Interface Balanza)

### 5.5.10.5 Tamaño Solvente Externo (Solo modos determinación Disolución / Extracción externa).

Ingrese la masa del solvente utilizado para la disolución externa o extracción de la muestra. Pese el solvente luego de determinar el contenido de agua solvente pero antes de añadir la muestra y el solvente

### 5.5.10.6 Conc. Solvente Externo. (Solo Modo Disolución / Extracción Externos).

Ingrese el contenido de agua del solvente utilizado para la extracción o disolución.

### 5.5.10.7 Tamaño Muestra Extraída (Solo Modo Determinación Extracción Externa).

Ingrese la cantidad de muestra agregada al vaso de Extracción Externo.

### 5.5.10.8 Tamaño Muestra Diluida (Solo Modo Determinación Disolución Externa).

Ingrese la cantidad de muestra agregada al vaso de Disolución Externo.

The screenshot shows a terminal-style interface titled "Standard Database". It prompts the user to "Select the KF standard to be modified." A list box contains the entry "Liquid 10 wgs". Below the list, the following properties are displayed:


Water Content:	10.0000
Concentration Unit:	mg/g
Type:	Liquid by mass
Standard Density:	1.000 g/mL


At the bottom, there are five buttons: "Select", "Escape", "Edit", "New Standard", and "Standard".

### 5.5.11 Estándar (solo modo Estandarización Titulante)

Esta pantalla permite al usuario definir una lista de estándares Karl Fischer y establecer los parámetros relacionados.

Utilizando las teclas  $\triangle$  y  $\nabla$ , destaque el estándar desde la lista y presione  para seleccionarlo.

Presione  si usted necesita crear o agregar un Nuevo estándar a la base de datos estándar Karl Fischer.

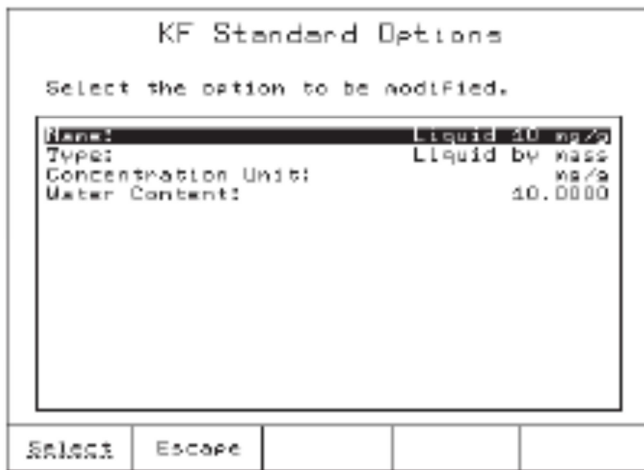
Presione  si usted necesita remover un estándar Karl Fischer desde la lista pre definida.

Presione  si usted necesita editar los parámetros estándar Karl Fischer.

Los Métodos Estándar Hanna (solo estandarizaciones titulante) son diseñados para ser utilizados con estándares de los tipos específicos y contenidos de agua. El HI903 puede automáticamente seleccionar un estándar apropiado cuando tal método es seleccionado. Si no existe un estándar utilizable en la base de datos estándar, será creada una nueva.

### 5.5.11.1 Nombre Estándar

Esta opción permite al usuario editar el nombre del titulante.



The screenshot shows a terminal window titled "KF Standard Options". Below the title is the instruction "Select the option to be modified." A scrollable list contains the following text:

Name:	Liquid 10 mg/g
Type:	Liquid by mass
Concentration Unit:	mg/g
Water Content:	10.0000

At the bottom of the window, there are four buttons: "Select", "Escape", and two empty buttons.

### 5.5.11.2 Tipo Estándar

El usuario puede determinar el tipo de estándar: Masa o Volumen.

### 5.5.11.3 Unidad Concentración

La unidad de concentración puede ser seleccionada: %[W/W], ppm, mg/g, mg/mL.

### 5.5.11.4 Contenido de Agua

Puede ser ingresada la concentración del estándar (contenido de agua en la unidad seleccionada).

### 5.5.12 Tamaño Estándar

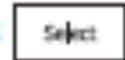
Ingrese la cantidad de estándar utilizado durante la calibración del titulador.

Antes de iniciar la normalización del titulador, el usuario es solicitado nuevamente para que ingrese el tamaño del estándar. El tamaño estándar (masa y volumen) puede ser adquirido automáticamente desde una balanza analítica compatible (cuando está activada la función de balanza- ver sección 4.11, configuración de Interfaz de Balanza).

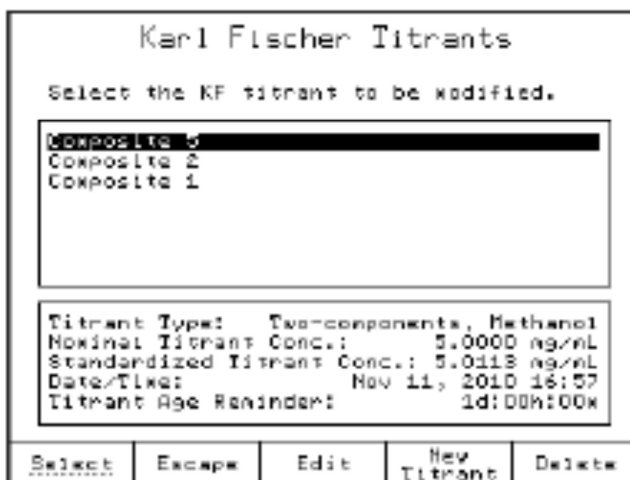
### 5.5.13 Titulante

El usuario puede acceder a la base de datos del titulante Karl Fischer y establecer los parámetros seleccionados.

Utilizando las teclas  $\Delta$  y  $\nabla$ , destaque el titulante desde la lista existente y presione



para seleccionarlo.




Karl Fischer Titrants

Select the KF titrant to be modified.


Composite 3
Composite 2
Composite 1

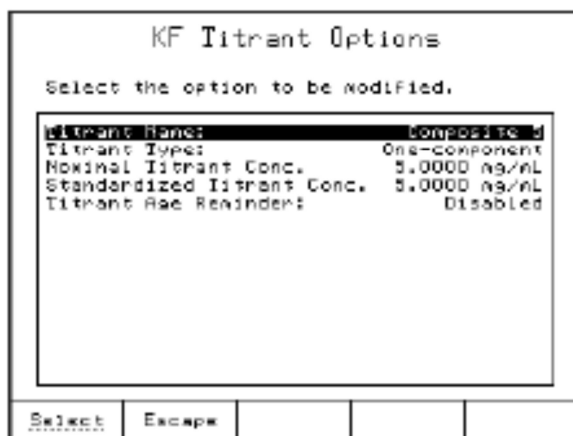
Titration Type: Two-components, Methanol  
Nominal Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL  
Standardized Titrant Conc.: 5.0118 mg/mL  
Date/Time: Nov 11, 2010 16:57  
Titrant Age Reminder: 1d:00h:00m

Select	Escape	Edit	New Titrant	Delete
--------	--------	------	-------------	--------

Presione  para crear un Nuevo titulante.

Presione  para remover el titulante desde la muestra.

Presione  para editar los parámetros del titulante.



KF Titrant Options

Select the option to be modified.

Titration Name: Composite 3
Titration Type: One-component
Nominal Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
Standardized Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
Titrant Age Reminder: Disabled

Select	Escape			
--------	--------	--	--	--

Los métodos Estándar Hanna están diseñados para ser utilizados con titulantes de tipos y concentraciones específicas.

El HI903 seleccionara automáticamente un titulador desde la base de datos cuando tal método es seleccionado. Si no existe un titulante utilizable en la base de datos, será creado uno nuevo.

### 5.5.13.1 Nombre Titulante

El usuario puede editar el nombre para el titulante.

### 5.5.13.2 Tipo de Titulante

El usuario puede seleccionar el tipo de titulante.

<p style="text-align: center;"><b>Titrant Name</b></p> <p>Select the highlighted letter by using the arrow keys then press "Enter". Select the empty field for a space. Press Accept to save the entire name.</p> <pre>   B C D E F G H I J K L M N O P Q R S T U U V W X Y Z a b c d e f g h i j k l m n o p q r s t u v w x y z A A A A C C E E I I R O O 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 0 1 2 3 4 5 6 7 8 9 * # % * / \ _ ` ^ ~ : </pre> <p style="text-align: center;">■ 000000000</p>				
Accept	Escape	Delete Letter	Cursor Left	Cursor Right

<p style="text-align: center;"><b>Titrant Type</b></p> <p>Select the Karl Fischer titrant type.</p> <pre> One-component Two-components, Methanol Two-components, Ethanol Others </pre>				
Select	Escape			

### 5.5.13.3 Concentración Titulante nominal

El usuario puede ingresar la concentración del titulante.

### 5.5.13.4 Concentración Titulante Estandarizado

El usuario puede ingresar manualmente la concentración exacta de titulante.

<p style="text-align: center;"><b>Nominal Titrant Conc.</b></p> <p>Enter the nominal titrant concentration.</p> <p style="text-align: center;">■ 000000 mg/mL</p> <p>Low Limit: 0.0010 mg/mL High Limit: 20.0000 mg/mL</p>				
Accept	Escape	Delete Digit		

<p style="text-align: center;"><b>Standardized Titrant Conc.</b></p> <p>Enter the standardized titrant conc.</p> <p style="text-align: center;">■ 000000 mg/mL</p> <p>Low Limit: 4.0000 mg/mL High Limit: 6.0000 mg/mL</p>				
Accept	Escape	Delete Digit		

### 5.5.13.5 Recordatorio Edad del Titulante

El usuario puede configurar un recordatorio que una verificación de la concentración de titulante es necesaria.

Cuando ha expirado el período de ajuste recordatorio, se mostrará un mensaje de advertencia en la pantalla principal. El período de recordatorio se restablecerá una vez que el titulante es re estandarizado o el tiempo establecido es modificado.

Titrant Age Reminder

Enter the time allowed to elapse before the standardization reminder appears.

days 00 hours 00 minutes 00

Press Next to move to the next entry.

Accept	Escape	Delete Digit	Next
--------	--------	--------------	------

### 5.5.14 Parámetros de Control

El usuario puede acceder y editar los parámetros relacionados con la titulación.

Control Parameters

Select the option to be modified.

Standby Mode:	Enabled
Standby Duration:	12:00 (hh:mm)
Imposed Current:	20 µA
Dosing Parameters:	
Tixed Increment:	1 second
End Point Value:	180.0 mV
Blanks Averages:	3 Readings
Flow Rate:	5.0 nL/min

Select	Escape			
--------	--------	--	--	--



### 5.5.14.1 Modo Inicio

El usuario puede seleccionar el modo de inicio para la titulación. En el modo de precaución, la dosificación del Titulador comienza con la dosis mínima para evitar la sobre titulación. En el modo Normal, la dosificación de titulador comienza con el valor medio entre el mínimo y máximo (es decir dosis mínima 5  $\mu$ L, dosis máxima 25  $\mu$ L, primera dosis será de 15  $\mu$ L).

Start Mode

Select the KF titration start mode.

CAUTION  
Normal

Select    Escape               

### 5.5.14.2 Modo Standby

Al habilitar esta opción el titulador volverá automáticamente al modo de espera luego que se ha completado una titulación.

Consulte también la opción de Duración de Standby (espera).

Standby Mode

Select the option for standby mode.

Disabled  
Enabled

Select    Escape

---

### 5.5.14.3 Duración Standby

El usuario puede ingresar el período de tiempo que la celda se mantenga seca y listo para su posterior análisis luego que ha terminado una titulación.

Standby Duration

Enter time period (10 or more minutes) which titrator will run in standby mode.

hours 00 minutes 00

Low Limit: 00:10  
High Limit: 23:59

Press Next to move to the next entry.

Back Escape Delete Digit Next

El usuario puede establecer el periodo de standby (espera) hasta 23 horas y 59 minutos.

### 5.5.14.4 Corriente Impuesta

El HI 903 utiliza un sistema de electrodos de bivoltamétricos. Durante una titulación, el titulador monitorea la tensión necesaria para mantener una corriente constante de polarización (corriente impuesta).

Esta opción permite al usuario seleccionar la polarización del electrodo actual desde la lista

Imposed Current

Choose the imposed current value in uA.

1 uA  
2 uA  
5 uA  
10 uA  
15 uA  
20 uA  
30 uA  
40 uA

Select Escape

predefinida.

**Nota:** Altas corrientes de polarización acelerarán la contaminación del electrodo y potencialmente degradaran las muestras.

### 5.5.14.5 Parámetros Dosificación

El usuario puede establecer el volumen máximo y mínimo de dosis de titulador. Los valores de dosis máxima y mínima de titulador están determinados por el tipo de reactivo, concentración de los reactivos y el contenido esperado de agua en la muestra. La determinación correcta de estos valores es necesaria para evitar la sobre-titulación y asegurar la máxima precisión posible.

Dosing Parameters

Enter the minimum and maximum dose.

0.500 µL - min Vol

20.000 µL - max Vol

Press Next to move to the next entry.

Accept    Escape    Delete Digit    Next

### 5.5.14.6 Aumento de Tiempo

El usuario puede ingresar el periodo de tiempo entre dos dosis sucesivas. El periodo de tiempo debe ser definido de acuerdo con las especificaciones del análisis.

Timed Increment

Choose the period for wait time up to the next dose dispensing.

0.5 seconds  
1 second  
2 seconds  
3 seconds  
4 seconds  
5 seconds

Select    Escape

### 5.5.14.7 Valor Punto Final

Esta opción define el valor de mV en el cual el punto de equivalencia de la titulación (punto final) ha sido alcanzado.

La pre-titulación se ha completado cuando el mV está bajo el valor del punto final, por el período de tiempo definido por el usuario (ver sección 5.5.14.4, Tiempo de Estabilidad de Punto final).

End Point Value

Enter the potential value representing the end point of the titration.

500.0 mV

Low Limit: 5.0 mV  
High Limit: 600.0 mV

BACK Escape Delete Digit

El valor mV puede ser establecido desde 5.0 a 600.0 mV.

### 5.5.14.8 Señal Promedio

Esta opción permite un promedio de la lectura mV cuando está habilitado.

Si es seleccionada 1 lectura, el filtrado está deshabilitado. El titulador tomará la última lectura y la colocara en una "ventana móvil" junto con las últimas 2, 3 o 4 lecturas de (dependiendo de la opción seleccionada). El promedio de aquellas lecturas es desplegado y es utilizado para hacer cálculos.

Signal Averaging

Select the number of readings to be averaged.

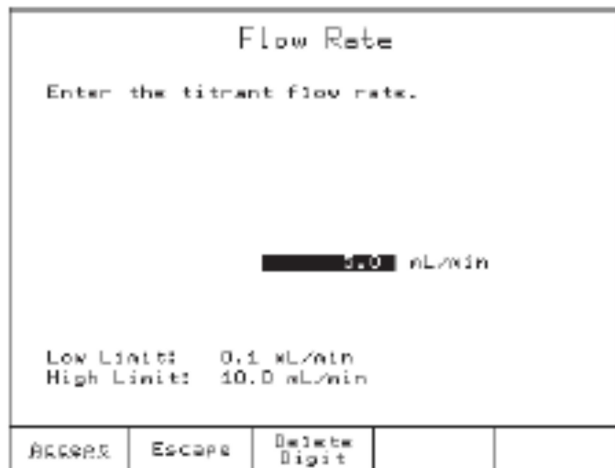
1 Reading  
2 Readings  
3 Readings  
4 Readings

Select Escape

Lecturas con más promedio son más útiles cuando es recibida una señal ruidosa del electrodo.

### 5.5.14.9 Tasa de Flujo

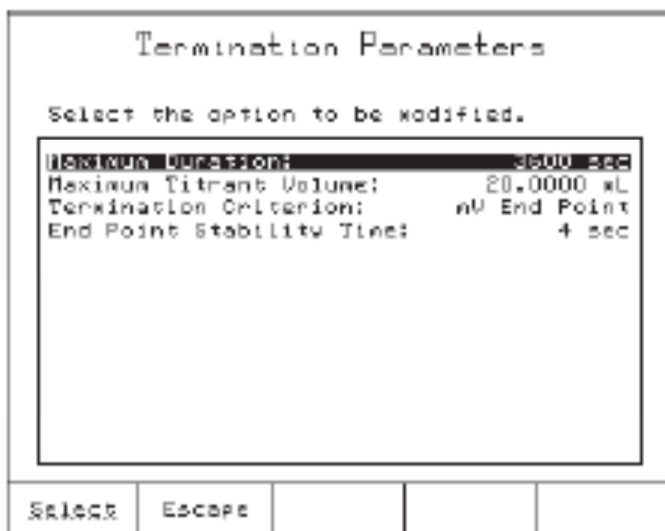
La tasa de flujo para el sistema de dosificación puede ser establecida por el usuario en un intervalo de 0,1 a dos veces el volumen de la bureta: 0,1 a 10 mL/min para una bureta 5 mL.



**Nota:** El titulador detectara automáticamente el tamaño de la bureta y desplegara el limite alto correcto de volumen.

La tasa de flujo es establecida para todas las operaciones de la bureta.

### 5.5.15 Parámetros de Termino



Esta pantalla permite al usuario el control de los parámetros relacionados con el término de la titulación.

### 5.5.15.1 Duración Máxima

Especificar el tiempo máximo que se permite para ejecutar una titulación. Una vez alcanzado este punto la titulación será terminada incluso si no ha sido alcanzado el punto final. El tiempo se puede programar desde 10 a 3600 segundos.

Maximum Duration				
Enter the time period after the titration is automatically stopped.				
██████████ 3600 seconds				
Low Limit: 10 seconds				
High Limit: 3600 seconds				
ACCEPT	Escape	Delete Digit		

### 5.5.15.2 Volumen Máximo de Titulante

El volumen máximo del titulador utilizado en la titulación se debe establecer de acuerdo con el análisis.

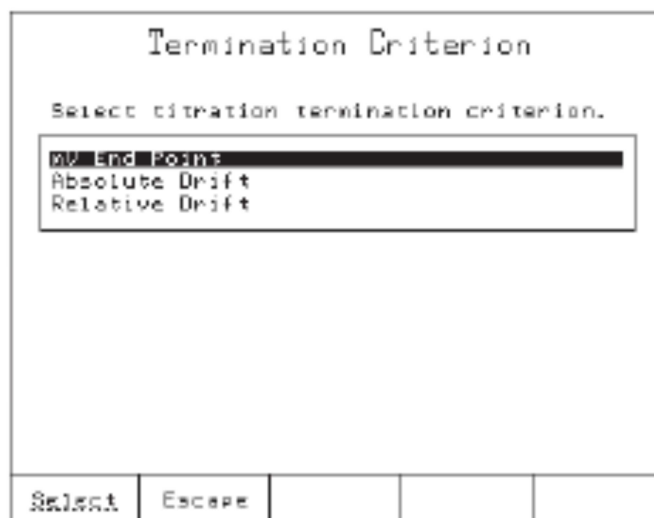
Si el punto final de la titulación no es alcanzado, la titulación finalizará luego que el máximo volumen de titulador haya sido distribuido. Aparecerá en la pantalla el mensaje de error ("límites excedidos").

El rango es de 0,100 a 50.000 mL.

Maximum Titrant Volume				
Enter the maximum titrant volume to be dispensed.				
██████████ 50.0000 mL				
Low Limit: 0.1000 mL				
High Limit: 50.0000 mL				
ACCEPT	Escape	Delete Digit		

### 5.5.15.3 Criterios de Término

Esta pantalla permite al usuario establecer el criterio de término de la titulación.



**mV Punto Final** La titulación es terminada cuando el potencial permanece por debajo de un valor de mV establecido durante un período determinado de tiempo (ver sección 5.5.14.4, Tiempo de Estabilidad Punto Final).

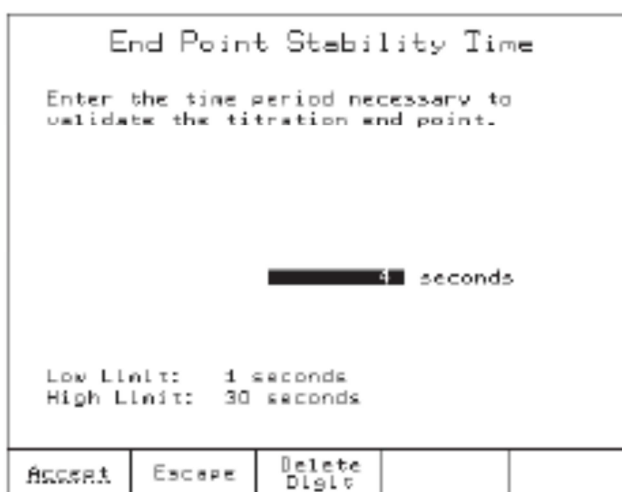
**Dispersión Absoluta** La titulación es terminada cuando la dispersión actual es menor que el valor predefinido de dispersión absoluta.

**Dispersión Relativa** La titulación es terminada cuando la dispersión actual es menor que la suma entre la dispersión inicial y la dispersión relativa predefinida.

#### 5.5.15.4 Tiempo Estabilidad Punta Final

Esta pantalla permite al usuario establecer el período de tiempo que debe permanecer estable el potencial de electrodo.

Este ajuste es de acuerdo al criterio de término de los mV de punto final.





## 5.5.16 Unidades de Resultado

El titulador proporciona los resultados basados en las unidades seleccionadas.

The image shows a terminal-style window titled "Result Unit". Inside the window, the text "Select the unit for your results." is displayed above a list of four options: "K", "ppm", "mg/l", and "ug/l". The "K" option is currently selected, indicated by a thick black horizontal bar behind it. At the bottom of the window, there are four buttons: "Select", "Escape", and two empty buttons.

## 5.6 Impresión

Para los parámetros de métodos de impresión, presione  desde la pantalla principal,

luego .

Si no está conectada ninguna impresora al enchufe dedicado, o si la impresora no está en línea, aparecerá un mensaje de error en la pantalla (ver Sección 8.3.3, Conectando una Impresora para información relacionada con la conexión de una impresora al titulador).



**TITULACION**

---

## Capítulo 6. Contenidos

<b>6</b>	<b>TITULACION .....</b>	<b>6 - 3</b>
<b>6.1</b>	<b>Idle (inactivo).....</b>	<b>6 - 3</b>
<b>6.2</b>	<b>Pre-titulación.....</b>	<b>6 - 3</b>
<b>6.3</b>	<b>Análisis Dispersión .....</b>	<b>6 - 4</b>
<b>6.4</b>	<b>Standby .....</b>	<b>6 - 5</b>
<b>6.5</b>	<b>Análisis Muestra .....</b>	<b>6 - 6</b>
<b>6.6</b>	<b>Estandarización Titulante .....</b>	<b>6 -11</b>



## 6.1 Idle (inactivo)

El titulador primero entra en modo inactivo cuando está encendido. Todas las funciones del software HI 903 y parámetros ajustables se pueden acceder desde el estado Idle (inactivo). Esto incluye todos los parámetros del método ajustable por el usuario, sistema de manejo solventes, transferencias de archivos, controles de calibración, actualizaciones de software, opciones para interfaz con PC y accesorios, así como opciones de bureta.

Para acceder al menú de titulación presione (Pantalla de proceso)



La titulación (Análisis Muestra o Estandarización Titulante) es realizada con el método seleccionado.

Asegúrese que el método seleccionado es establecido de acuerdo con las especificaciones de la aplicación.

Antes de realizar una titulación, asegúrese que se cumplan las condiciones siguientes:

- Todos los sistemas conectados (ej.: sistema de solventes) están ensamblados apropiadamente.
- La cantidad correcta de solvente está presente en el vaso precipitado (entre las marcas min. y max.) para mejor reproducibilidad.

Las siguientes etapas intermedias son realizadas automáticamente antes de iniciar el análisis:

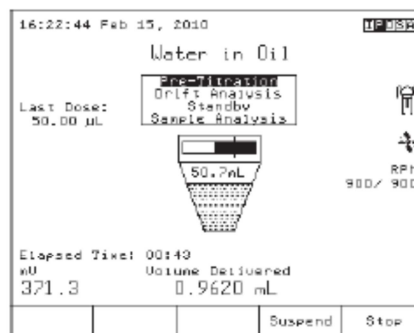
- **Pre titulación Solvente**
- **Análisis dispersión (solo Entrada Dispersión Automática)**

Cuando termine el proceso de análisis de la dispersión, el titulador entra en modo de espera. En este punto, se puede iniciar una titulación.

## 6.2 Pre-titulación

En la pre-titulación el agua residual en la superficie interior del vaso de titulación, el agua contenida en el aire atrapado y la pequeña cantidad de agua desde el solvente es eliminada. El HI 903 reacciona al agua residual agregando titulador hasta que es alcanzado el potencial de punto final especificado. Esta configuración está asociada con el método activo. Luego que el electrodo de potencial ha sido estabilizado, el titulador se mueve en la etapa de determinación de tasa de dispersión.

Cuando se inicia la pre-titulación, el agitador se enciende automáticamente (cuando el agitador interno o externo es seleccionado).



## TITULACION

Durante la pre-titulación el usuario no puede cambiar el método seleccionado actual o acceder a los parámetros del método.

Nota: Si la pre-titulación dura más de 30 minutos el titulador cambia al modo inactivo.

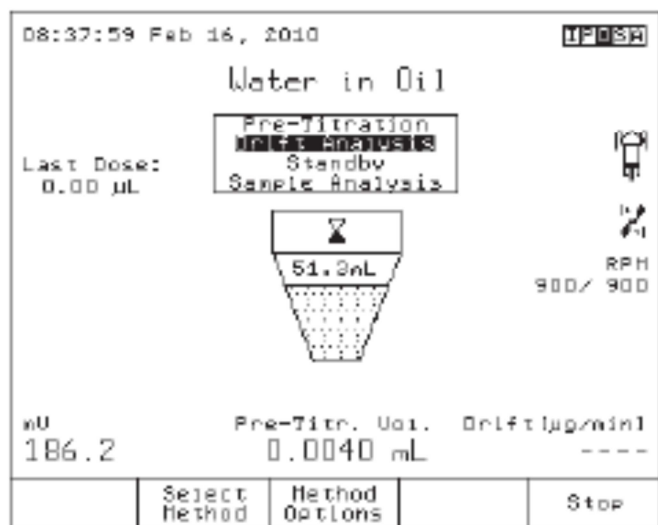
Pueden ocurrir errores en su sistema de titulación (el vaso precipitado no está correctamente sellado, titulador incorrecto o faltante, electrodo desconectado o en mal estado, etc.). Revise el sistema e inicie nuevamente la pre-titulación.

### 6.3 Análisis Dispersión (solo Entrada Dispersión Automática)

Mientras esta en este modo el HI 903 realiza un análisis automático de un minuto que determina la cantidad de humedad de la atmósfera que se filtra a la celda. A pesar que el vaso de titulación este sellado herméticamente, aun se filtrará agua en la celda. La cantidad de agua que migra a la celda por unidad de tiempo se conoce como la tasa de dispersión de fondo, o la tasa de dispersión.

La tasa de dispersión es determinada por el seguimiento de la cantidad de dosis muy pequeñas y sucesivas del titulador para mantener el 'secado' del solvente en el transcurso de un minuto. La tasa en la cual se filtra el agua dentro de la celda es entonces calculada y reportada por el HI 903 en unidades de  $\mu\text{g}/\text{min}$ .

El HI 903 utiliza la velocidad de dispersión determinada durante este estado para restar automáticamente la cantidad de agua que se filtra en la celda durante una titulación de los resultados de la titulación. Esto es especialmente importante para la exactitud de la titulación al analizar muestras con contenido muy bajo de agua, donde la cantidad de agua que se ha filtrado en la celda es una fracción considerable del agua total titulada durante el análisis.



Cuando la dispersión se vuelve estable el titulador cambia al modo de espera.

Durante el análisis de la dispersión, si la jeringuilla no puede mantener la sequedad de la celda, el titulador vuelve a la pre-titulación.

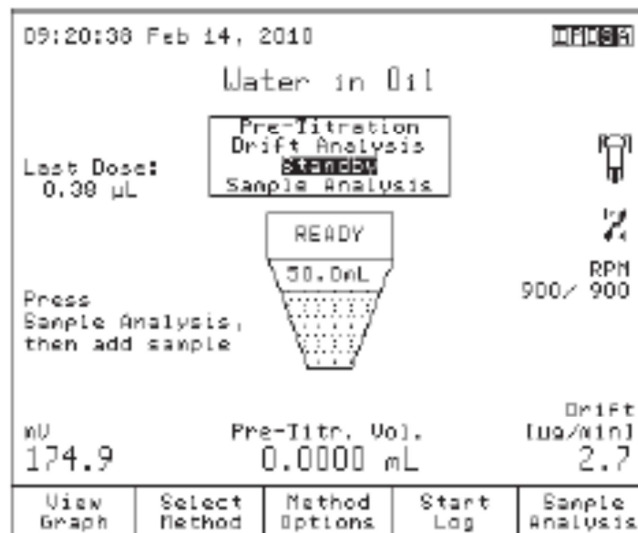
Nota: Si el modo de ingreso de dispersión es definido como Manual se salta la etapa de análisis de dispersión.

## 6.4 Standby (reposo)

Luego que ha sido determinada la tasa de dispersión, el HI 903 se mueve al modo de espera. En modo de espera se mantiene la sequedad de la celda de titulación y la tasa de dispersión es continuamente supervisada y actualizada.

Desde el modo de espera, un análisis de la muestra, sesión de registro tasa normalización o dispersión del titulador así como selección de método puede ser iniciada, personalización de los parámetros del método y opciones generales (sólo teclado externo, presionando Home). Luego de una configuración inicial del titulador y antes de la primera titulación o estandarización, la tasa de dispersión se debe establecer en modo de espera durante 45 minutos. Esto asegura que la tasa de dispersión sea estable y refleje la tasa real en la que el vapor de agua está entrando en la celda en lugar de representar un lento secado del aire entre el solvente y la parte superior de la celda. La estabilización se puede verificar mediante el examen de la tasa de dispersión v/s la curva de tiempo que sólo puede ser accedida desde modo de espera.

Durante la espera, si la dispersión se vuelve inestable, el Titulador vuelve al modo de análisis de dispersión.




## 6.5 Análisis Muestra

Mientras esta en el modo **Standby**, presione .

**Nota:** Si el valor de desplazamiento es cero, aparecerá un mensaje de advertencia para informar al usuario que el solvente puede ser sobre titulado.

WARNING				
Cell May Be Over Titrated!				
Results will be erroneous if the cell is over-titrated. Press <Continue> to ignore warning and begin titration, or press <Escape> to wait for a positive drift rate.				
Continue	Escape			

El usuario puede seleccionar continuar la titulación por medio presionar  o volver al

modo **Standby** presionando  de modo de esperar a que la dispersión se estabilice en un valor más alto.

Add Sample				
Please add the sample and enter the sample size.				
Estimated Conc.	1.0000	x		
Sample Size	0.2631	g		
Optimal Limits Low Limit: 0.2 g High Limit: 0.3 g				
Press <Start Analysis> to start the sample analysis.				
Start Analysis	Escape	Delete Digit	Next	

**Ingresar concentración estimada:** El usuario tiene la opción de introducir la concentración estimada, que está de acuerdo con la cantidad de pre-titulado y los límites óptimos sugeridos.

**Agregar la muestra:** El usuario puede agregar la muestra en el vaso de titulación a través de la puerta de muestra.

**Ingresar tamaño de muestra:** El usuario tiene dos opciones para determinar el tamaño de la muestra.

## **Ingreso Manual**

Siga las etapas a continuación:

Tamaño de la muestra por masa:

1. Mida la masa de la muestra en un vaso de pesaje o jeringa.
2. Deslice la clavija de muestra arriba de la parte superior del vaso para abrir la puerta de muestra, o insertar la aguja de la jeringa a través de la membrana.
3. Agregue rápidamente la muestra a través del puerto de la muestra asegurándose que toda la muestra sea transferida al solvente. Evite cualquier contacto entre la muestra y la cubierta de la celda.
4. Vuelva a colocar el conector de la muestra en la cubierta de la celda, o retire la jeringa desde el septum.
5. Determine la masa del vaso de peso 'vacío' o jeringa.
6. Calcule la masa de la muestra agregada (reste la masa del peso del vaso o jeringa de peso vacío, de la masa del vaso o jeringa de peso lleno).
7. Introduzca la masa calculada de la muestra.

Tamaño de muestra por volumen:

1. Coloque una aguja larga (aproximadamente 6 cm para un mejor control) para un volumen de precisión de la jeringa lo suficientemente grande como para contener al menos un ejemplo completo de volumen.
2. Enjuague la jeringa y la aguja con la muestra varias veces descargando una pequeña porción de la muestra, extienda completamente el émbolo, agitando para cubrir el interior de la jeringa y expulse la muestra en un recipiente de colección de residuos.
3. Extraiga suficiente muestra desde la jeringa para a lo menos una titulación.
4. Seque la parte exterior de la aguja con un paño libre de pelusa o tejido.
5. Inserte la aguja a través de la membrana en el puerto de la muestra. Empuje la jeringa a través del septum hasta el extremo de la aguja este aproximadamente a 1 cm de la superficie del solvente.
6. Dispense constantemente el volumen apropiado de muestra asegurándose que la muestra sea introducida directamente en el solvente y no salpique o salpicaduras en la pared del recipiente de valoración, electrodo o punta dispensadora.
7. Introduzca una pequeña cantidad de aire dentro de la célula en la jeringa para asegúrese que no queden gotas de muestra en la punta de la aguja.
8. Retire la jeringa y la aguja desde el septum teniendo cuidado de no tocar la aguja para el solvente u otros componentes de la celda interna.
9. Introduzca la masa calculada de la muestra.

Tamaño de muestra por piezas:

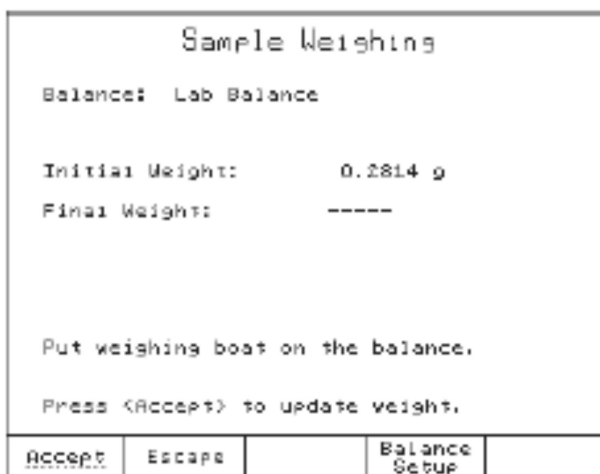
1. Ingrese el número de piezas que fueron agregados al vaso de titulación.



Si está disponible sólo para Muestras de Masa y Volumen de Muestra.

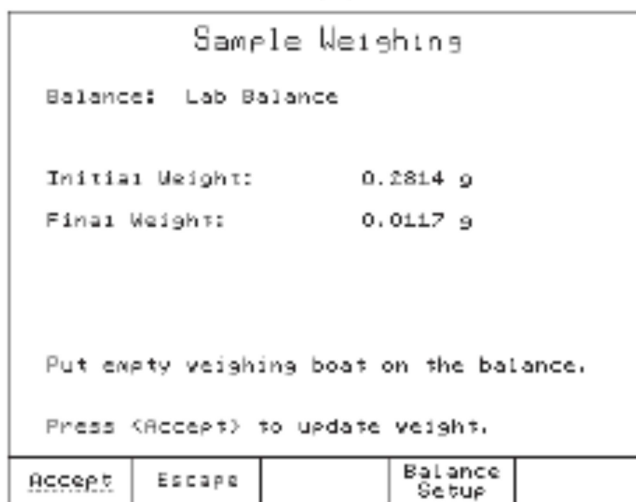
El tamaño de la muestra puede ser adquirido automáticamente desde la balanza cuando se conecta al titulador utilizando la interface RS232.

Nota: El usuario se debe asegurar que la balanza y el titulador están configurados correctamente y está activada la función de balanza (ver Sección 4.10, Establecer Interface Balanza).



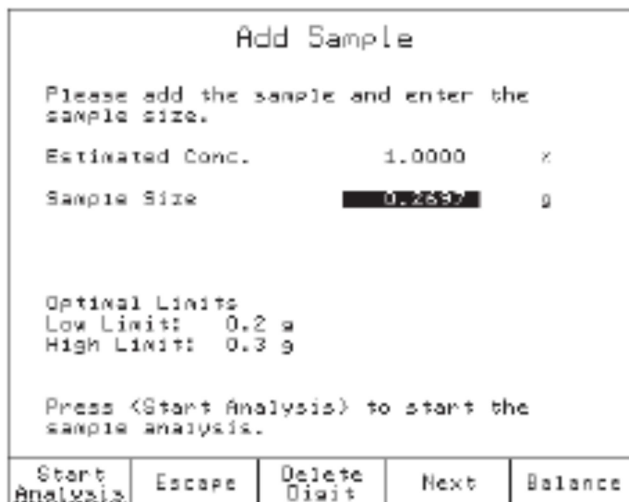
### Procedimiento

1. Coloque la jeringa o vaso de peso que contiene la muestra en la balanza.
2. Espere a que la lectura este estabilizada y presione .
3. Agregue la muestra en el vaso titulador.
4. Coloque la jeringa vacía o vaso de peso en la balanza nuevamente.
5. Espere a que la lectura se estabilice y presione .

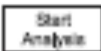


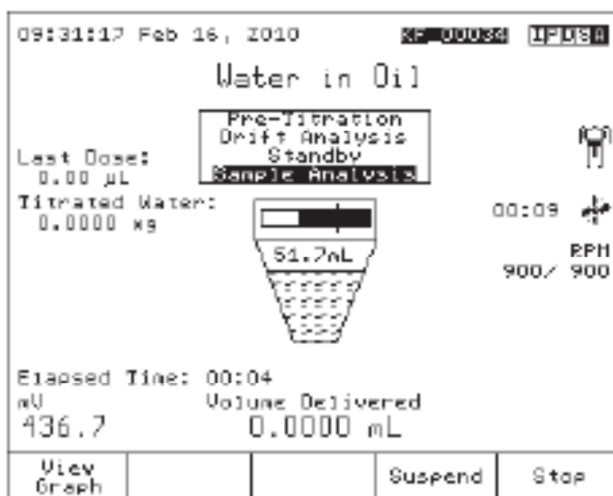
El titulador vuelve a la pantalla previa y el tamaño de la muestra es actualizado en forma automática.

Ahora puede ser iniciado el análisis.



### Inicio Análisis

Presione  para comenzar análisis.



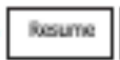
### Suspender Titulación

Mientras la titulación está en progreso, usted puede detenerla en forma temporal presionando




. La bureta dejara de dispensar titulante.

Para continuar la titulación presione



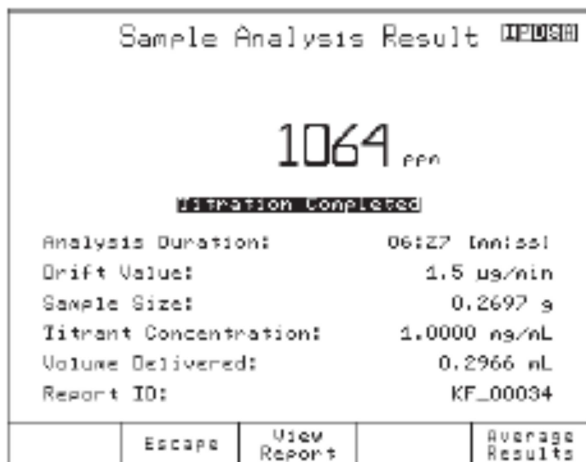
Durante una titulación, la curva de titulación puede ser desplegada en la pantalla **Gráficos**

**Titulación**, presionando . El reporte de ID del titulador también es desplegado en la pantalla gráfica.

Presione  para detener la titulación en forma manual y retornar al modo **Idle** (reposo).

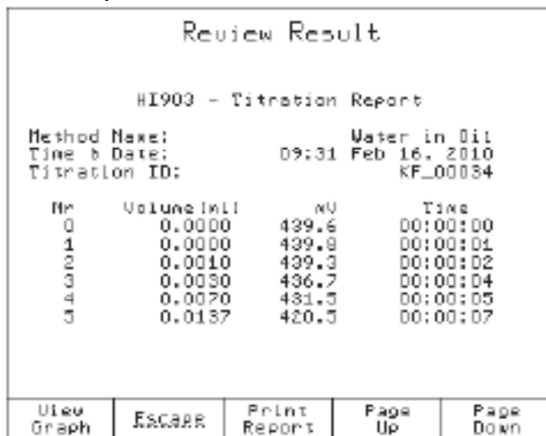
Presione  para detener la titulación y retornar al modo **Standby**.

Cuando es alcanzado el punto final la titulación es terminada y la siguiente pantalla es desplegada.



Esta pantalla despliega información relacionada con la titulación (duración, valor dispersión utilizado para compensación, tamaño muestra, concentración titulante, volumen titulante dispensado, reporte ID titulante).


Presione  para ver reporte de titulación.






Presione  para ver gráfico de titulación.

Presione  para imprimir el reporte.

## Resultados Análisis Muestra Promedio

Presionando , los resultados serán agregados al Historial de Análisis de la Muestra de modo de obtener un promedio de los resultados de la titulación.

Utilice la teclas  y  para desplazar la lista de resultados.

Utilice  para seleccionar los resultados de la concentración de la muestra que pueden ser utilizados para el promedio.

Sample Analysis History	
Date/Time	Sample Conc. (%)
May 06, 2009 15:22	9.65
May 06, 2009 15:26	9.29
May 06, 2009 15:30	8.81
Titrant Conc.: 5.0010 mg/mL	
Sample Size: 0.5960 g	
Average Sample Conc.: ---- %	
Standard Deviation: ---- %	
Select	Escape
	Delete

**Nota:** Cuando no existe resultados seleccionados aparecerán líneas de segmentos en la Concentración Muestra Promedio y los campos de Desviación Estándar.

## 6.6 Estandarización titulante

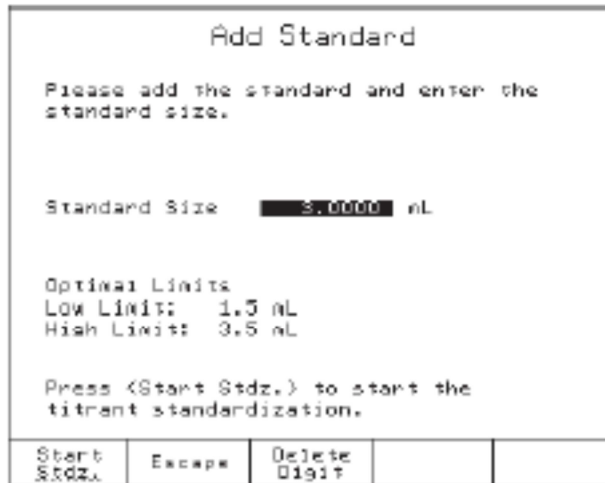
Mientras esta en el modo **Standby**, presione .

07:59:15 Mar 24, 2011		[LFUSE]	
Stdz 5mg/mL w/ Tartrate			
Last Dose: 0.13 µL		Pre-Titration Drift Analysis Standard Titrant Stdz.	
Press Stdz. Titrant, then add standard		READY 50.0nL	
µL 180.8		Pre-Titr. Vol. 0.0000 mL	
		Drift (µg/min) 2.8	
View Graph	Select Method	Method Options	Start Low
			Stdz. Titrant

**Nota:** Si el valor de dispersión es cero, aparecerá un mensaje de advertencia para informar al usuario que el solvente puede estar sobre titulado.

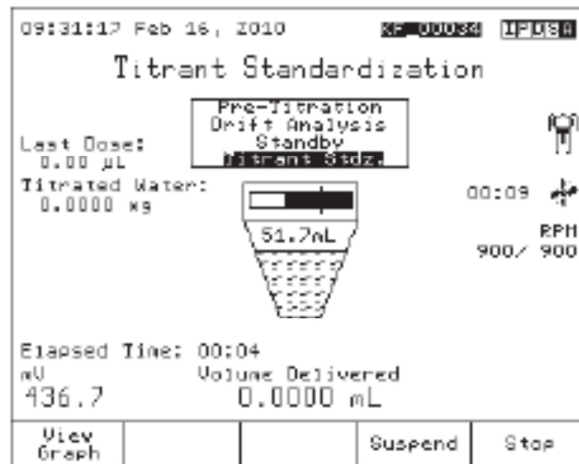
# TITULACION

**Agregar estándar:** El usuario debe agregar el estándar en el vaso precipitado e introduzca el tamaño estándar. Las unidades del tamaño de muestra están determinadas por el método establecido.



Siga el mismo procedimiento para las muestras agregadas (ver Sección 6.5, Análisis Muestra)  
**Inicio estandarización**


Presione  para comenzar estandarización.



**Nota:** Durante la estandarización del titulador, el usuario tiene las mismas opciones que un análisis de la muestra (ver Sección 6.5, Análisis Muestra).

Una vez terminada la estandarización del titulador el usuario tiene dos opciones para actualizar la concentración del titulador:

Presionando  el titulante es actualizado con el resultado actual.

Presionando  el usuario puede promediar la concentración del titulante utilizando mas resultados.

Standardization Result IP0088

1.7925 ng/mL

TITRATION COMPLETED

Analysis Duration:	06:30 Inital
Drift Value:	2.1 us/min
Standard Size:	0.0317 g
Standard Concentration:	10.0000 x(U/W)
Volume Delivered:	1.7763 mL
Report ID:	KF_00035

Escape	View Report	Update Titrant	Average Results
--------	-------------	----------------	-----------------

### Resultados Estandarización Titulante Promedio

Presionando Average Results los resultados los resultados pueden ser agregados al historial de análisis de la muestra de modo de obtener un promedio de la concentración del titulante.

Titrant Standardization History

Date/Time	Titer ug/mL
* Feb 16, 2010 11:36	1.7925
* Feb 16, 2010 11:44	1.7724
* Feb 16, 2010 11:55	1.7760

Standard Water Content:	10.0000 x(U/W)
Standard Size:	0.0227 g

Average Titer:	1.7813 ng/mL
Standard Deviation:	0.0102 ng/mL

Unselect	Escape	Update Titrant	Delete
----------	--------	----------------	--------

Utilice las teclas  $\triangle$  y  $\nabla$  para desplazar la lista de resultado de la concentración.

Utilice Update Titrant para seleccionar los resultados de la concentración del titulante que puede ser utilizada para el promedio.

Presione Select para actualizar la concentración con el valor actual.

**Note:** Cuando no existe resultados seleccionados aparecerán segmentos en la concentración promedio del titulante y campos de desviación estándar. Update Titrant no estará disponible en este caso.



**Capítulo 7. Contenidos**

<b>7. FUNCIONES AUXILIARES .....</b>	<b>7 - 3</b>
<b>7.1 Bomba de Aire .....</b>	<b>7 - 3</b>
7.1.1 Llenado Vaso Precipitado.....	7 - 3
7.1.2 Vaciado Vaso Precipitado.....	7 - 3
<b>7.2 Bureta .....</b>	<b>7 - 4</b>
7.2.1 Cebado de la Bureta.....	7 - 4
7.2.2 Lavado Punta .....	7 - 5
7.2.3 Dispensado Manual .....	7 - 5
7.2.4 Purga Bureta .....	7 - 6
<b>7.3 Agitador .....</b>	<b>7 - 6</b>
<b>7.4 Resultados .....</b>	<b>7 - 7</b>
7.4.1 Revisión Último Reporte Titulación .....	7 - 7
7.4.2 Revisión Reportes Disponibles .....	7 - 8
7.4.3 Datos GLP.....	7 - 8
7.4.4 Información Medidor .....	7 - 9
7.4.7 Establecer reporte Titulación .....	7 - 10



**FUNCIONES AUXILIARES**

## 7 FUNCIONES AUXILIARES

### 7.1 Bomba de Aire

La bomba de aire se utiliza para agregar o quitar el solvente en el vaso de titulación sin exposición a la humedad atmosférica.

Para iniciar bomba de aire, presione  desde la pantalla Idle.

La bomba de aire se puede detener presionando .

#### 7.1.1 llenado Vaso Precipitado

Para agregar el solvente al vaso de titulación:

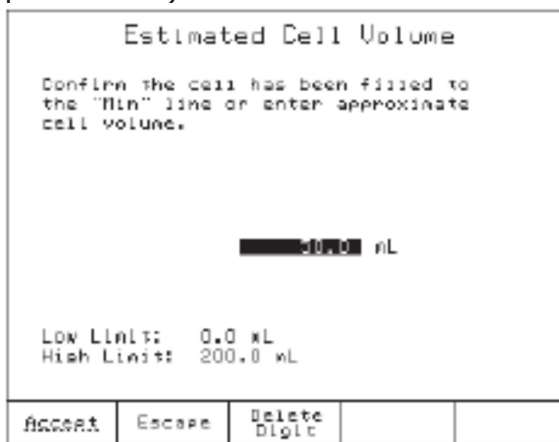
1. Presione el botón de 'fill (llenado)' en la parte superior de la carcasa de la bomba. Presionando el botón de goma se

crea un sello que proporciona la presión necesaria para que el solvente a fluya en la celda. Mantenga presionado el botón hasta que alcance el nivel de solvente dentro de la celda en la línea del indicador 'min'. Verificar si el solvente no fluye, o fluye muy lentamente, verificar que el conjunto superior de la botella este correctamente montado y herméticamente cerrado y que el tubo de manejo de líquido llegue a la parte inferior de la botella de solvente.

2. Cuando el nivel del solvente dentro de la celda de titulación alcance la línea de 'min' suelte

el botón **Fill** (llenado) y desactive la bomba de aire  con la tecla opción.

3. El **HI 903** le preguntara al usuario para verificar que la celda de titulación haya sido llenado hasta la línea 'min' (aprox. 50 mL).



Presione  para volver a la pantalla Idle.

#### 7.1.2 Vaciado del Vaso Precipitado

Para remover el residuo desde el vaso de titulación:

1. Suelte levemente el conector del tubo de residuos y deslice el tubo de desecho hacia abajo hasta que este alcance el fondo del vaso precipitado.

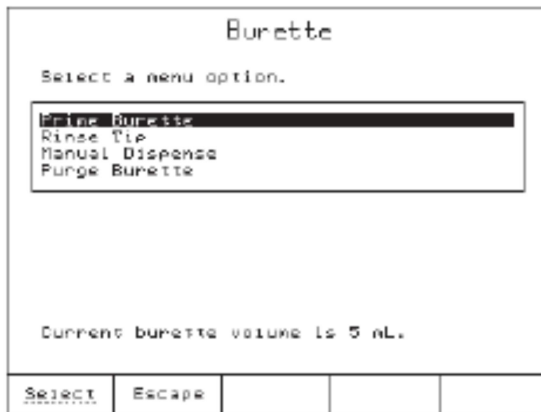
2. Presione y sostenga el botón **Empty** hasta que todo el residuo sea removido desde el vaso.

3. Vuelva a colocar el tubo de residuo dentro de su posición original y re apreté el conector.

## 7.2 Bureta

Para acceder a la pantalla **Bureta**, presione  desde la pantalla Idle.

Destaque la opción deseada y presione .

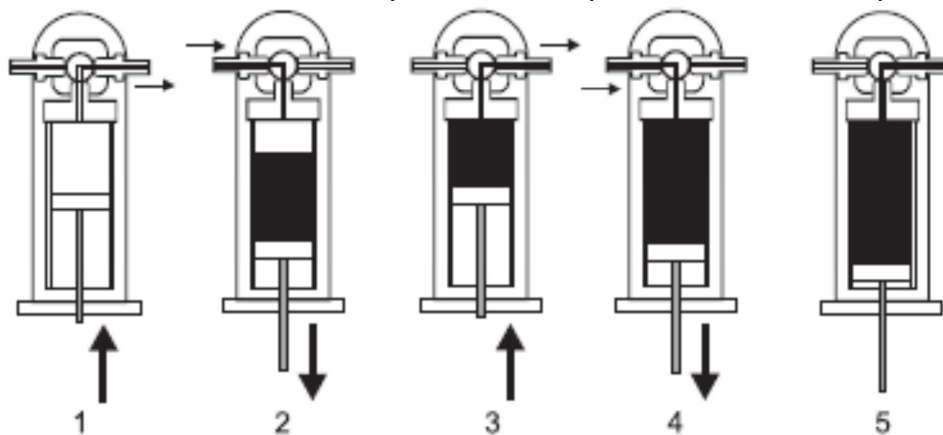


**Nota:** No realice funciones de la bureta con el solvente bajo la marca "Min". El hacer esto aspersara el titulante en la parte superior de la bureta u otros componentes.

### 7.2.1 Cebado de la Bureta

Luego que el solvente ha sido agregado a la celda de titulación, la bureta puede ser cebada con titulador. El proceso de cebado consiste en varios ciclos de llenado y vaciado de la bureta con titulador. Esto asegura que será removido cualquier aire, agua o vapor de agua en la bureta o la tubería.

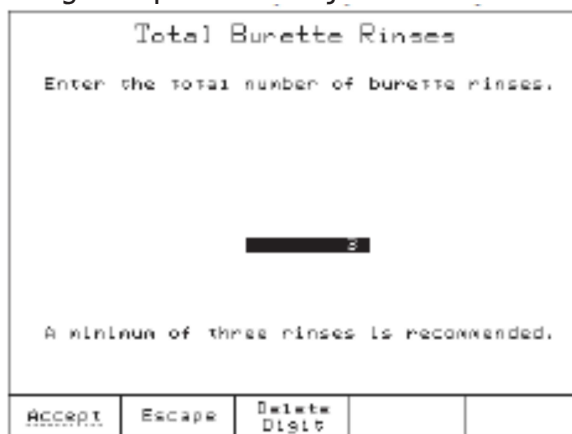
Dos ciclos de enjuague de la bureta son mostrados en la figura siguiente. El tubo está conectado en el lado derecho y el tubo de aspiración en el lado izquierdo.



**Nota:** Antes de comenzar esta operación, el tubo de aspiración debe ser insertado dentro de la botella de titulante

---

Para cebar la bureta, seleccione Cebiar Bureta desde la pantalla **Burette**. Ingrese el número de lavados y presione . El número de lavados de la bureta podrá ser establecido entre 1 y 5 (recomendamos a lo menos tres lavados para asegurar que las burbujas de aire sean completamente removidas).



### 7.2.2 Lavado Punta

Una dosis de 0.25 mL de titulante será dispensada desde la bureta cuando esta operación es seleccionada.

Esta operación eliminara toda contaminación desde la punta de dispersora anti difusora.

### 7.2.3 Dispensado Manual

El Dispensado Manual permite dosificar un volumen definido de titulante. Seleccione la opción

Dispensado Manual y presione . Se tornara active la pantalla **Manual Volume Dispense** y la pantalla le pedirá ingresar el volumen deseado a ser dispensado.



## FUNCIONES AUXILIARES

El volumen dispensado manual debe estar entre los límites mostrados a continuación:

0.01 A 4.500 mL para una bureta de 5-mL

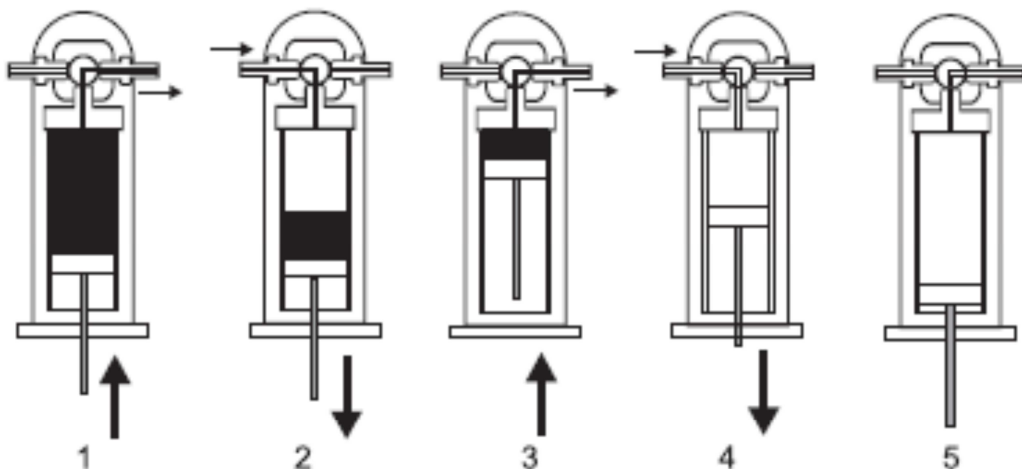
0.02

### 7.2.4 Purgar Bureta

Esta opción permite vaciar la bureta antes de su limpieza / almacenado.

**Nota:** Antes de iniciar esta operación, remueva el tubo de aspiración desde la botella de aspiración.

Las figuras mostradas a continuación muestran las etapas en la operación de purga de la bureta.



### 7.3 Agitador

**Nota:** Cuando esta seleccionado el agitador ajustable (ver Sección 4.4, capítulo Opciones Generales Agitador), los comandos relacionados con el agitador no están disponibles.

El agitador puede ser encendido y apagado presionando  mientras esta en el modo Idle.

Durante el proceso de titulación el agitador no se puede apagar.

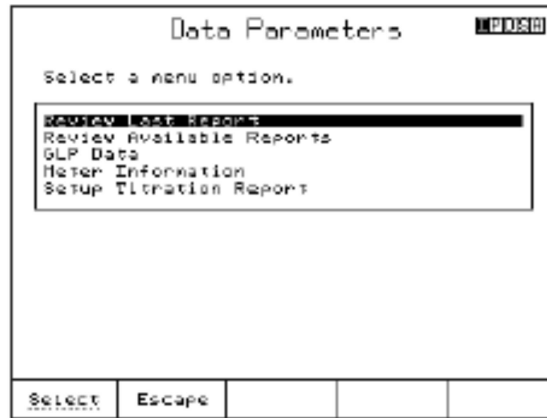
La velocidad de agitación es establecida dentro de los parámetros del método (ver Sección 5.5.6 Velocidad de Agitación).

Durante el proceso de titulación, la velocidad de agitación se puede ajustar manualmente mediante las teclas  $\triangle$  y  $\nabla$ .

## 7.4 Resultados

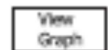
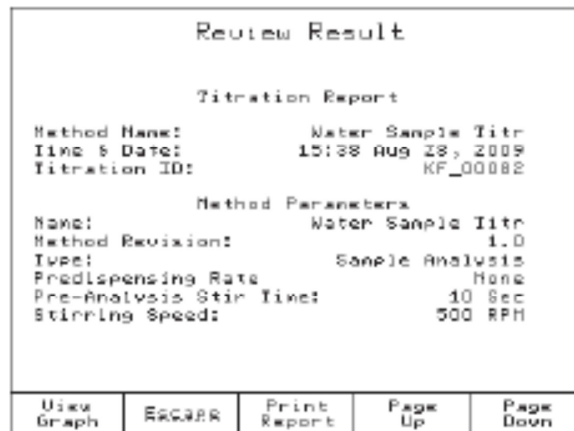
Para acceder a la pantalla "Data Parameters", presione el botón.

Desde la pantalla **Data Parameters** usted podrá acceder a las siguientes opciones:



### 7.4.1 Revisión Último Reporte de Titulación

El último reporte de titulación puede ser revisado.



El gráfico de titulación puede ser revisado seleccionando

La información vista en el reporte es basada en las selecciones realizadas en la pantalla

**Setup Titration Report** (reporte ajustes de titulación).

Las siguientes teclas son disponibles:




Revisión gráfico de titulación.



Imprimir reporte de titulación.

### 7.4.2 Revisión Reportes Disponibles

Pueden ser almacenados hasta 100 reportes en el titulador. Para visualizar uno de los reportes grabados destaque un reporte y luego presione . Todos los reportes grabados pueden ser revisados e impresos.



El reporte contiene solo información seleccionada en las pantallas **Setup Titration Report** durante la generación del reporte.

Las siguientes teclas son disponibles:



Revisión gráfico de titulación.



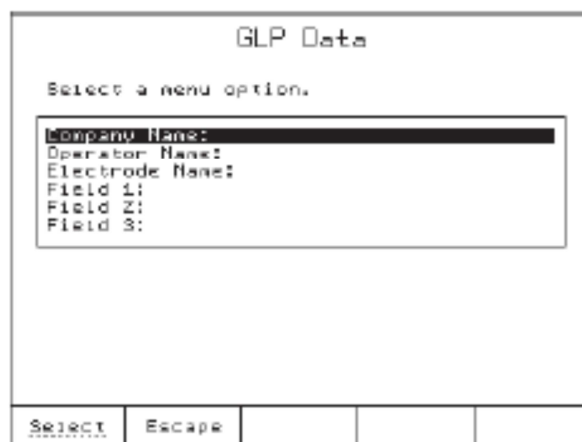
Imprimir reporte de titulación.



Borrar reporte seleccionado.

### 7.4.3 Datos GLP

Los datos GLP pueden ser desplegados opcionalmente en cada reporte.



Ingrese hasta veinte caracteres alfanuméricos para cada opción desde la pantalla **GLP Data**.

Nombre Compañía: Permite registrar el nombre de la compañía en cada reporte.  
Nombre Operador: Permite registrar el nombre del operador en cada reporte.  
Nombre Electrodo: Permite registrar el nombre del electrodo en cada reporte.  
Campos 1, 2, 3: Permite registrar cualquier información adicional en cada reporte.  
Los campos deben seleccionados desde la pantalla Reporte Ajustes Titulación (ver Sección 7.4.5, Reporte Ajustes de Titulación) de modo de desplegar el reporte de la titulación.



#### 7.4.4 Información Medidor

Despliega los datos de configuración del titulador.

**Número de Serie Titulador:** El número de serie de la placa base.

**Número de Serie Placa Análoga:** El número de serie de la placa análoga del titulador.

**Número de Serie Bomba Dosificadora:** El número de serie de la bomba conectada.

**Versión Software:** La versión de software actual instalada en el titulador.

**Versión Software Placa Base:** La versión de software actual presente en la placa base del titulador.

**Versión Software Bomba Dosificadora:** La versión de software actual para la bomba.

**Fecha Calibración Análoga:** Fecha calibración de fábrica para la placa análoga.

**Nota:** Si transcurrido más de 1 año desde la fecha de calibración de la placa análoga, aparecerá el mensaje Resultado de Calibración Análoga en la pantalla principal y se debe realizar una re calibración análoga de la placa.



### 7.4.5 Reporte Ajustes de Titulación

Personalizar un reporte único para registrar los resultados de la titulación. Un asterisco significa que será incluido en el informe de titulación.

Setup Titration Report

Select fields to be saved in the report.

<input checked="" type="checkbox"/> Result and Units
<input checked="" type="checkbox"/> Titration Method
<input checked="" type="checkbox"/> Standard/Sample Size
<input checked="" type="checkbox"/> End Point Volume
<input checked="" type="checkbox"/> Titration Duration
<input checked="" type="checkbox"/> Date and Time
<input checked="" type="checkbox"/> Titration Ended By
<input checked="" type="checkbox"/> All Data Points
Method Parameters
Company Name
Operator Name
Electrode Name
Field 1
Field 2

Unselect	Escape	Save Report	Page Up	Page Down
----------	--------	-------------	---------	-----------

---

## Capítulo 8. Contenidos

<b>8 MANTENCION PERIFERICOS .....</b>	<b>8 - 3</b>
<b>8.1 Mantención Bureta .....</b>	<b>8 - 3</b>
8.1.1 Ensamblado Bureta .....	8 - 3
8.1.2 Cambio de Bureta .....	8 - 3
8.1.3 Desarmado del Tubo de Dispensado y Aspiración .....	8 - 4
8.1.4 Ensamblado del Tubo de Dispensado y Aspiración.....	8 - 4
8.1.5 Limpieza de la Bureta .....	8 - 5
8.1.6 Preparación Bureta (llenado con Titulante) .....	8 - 7
<b>8.2 Mantención Sonda .....</b>	<b>8 - 8</b>
<b>8.3 Reemplazo Fusible .....</b>	<b>8 - 9</b>
<b>8.4 Periféricos .....</b>	<b>8 - 9</b>
8.4.1 Conectar Pantalla Externa .....	8 - 10
8.4.2 Conectar a un Teclado PC Externo .....	8 - 10
8.4.3 Conectar una Impresora .....	8 - 12
8.4.4 Conectar a un Computador .....	8 - 12

**MANTENCION, PERIFERICOS**

---

## 8 MANTENCION, PERIFERICOS

La bureta incluida de 5 mL con el titulador excede el estándar ISO 8655 para la exacta distribución de líquidos por una bureta impulsada por un pistón motorizado.

### 8.1 Mantención Bureta

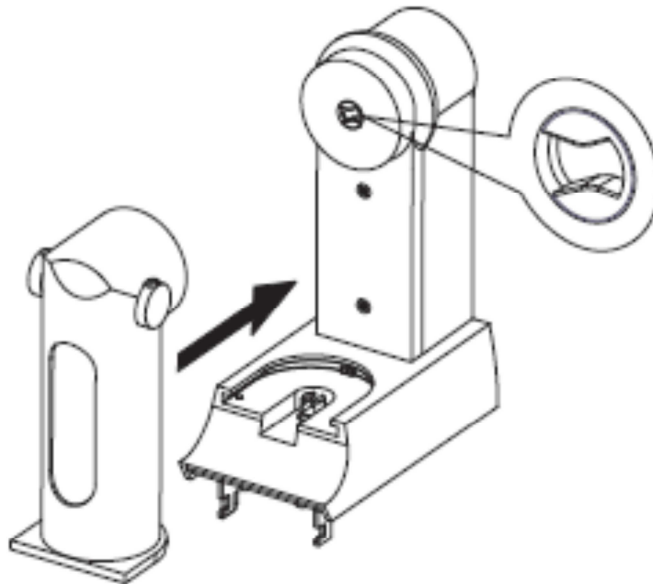
#### 8.1.1 Ensamblado de Bureta

La bureta se entrega con una jeringa de 5 mL dentro y con todos los accesorios montados (ver Sección 2. 3.4. 2, Conectar la Bureta para detalles de armado). El ensamblado de la bureta consiste de una cubierta rígida que mantiene la jeringa de vidrio, una válvula de 3 vías y está conectado al tubo Titulador con accesorios especialmente diseñado.

**Nota:** El tubo de suministro tiene dos extremos conectados. Un extremo está equipado con un conector de bureta y el otro está equipado con un conector de vaso.

#### 8.1.2 Cambio de la Bureta

Remueva la bureta desde el conjunto de la bomba deslizándolo hacia adelante y luego deslice la bureta nueva en su lugar (ver foto a continuación).

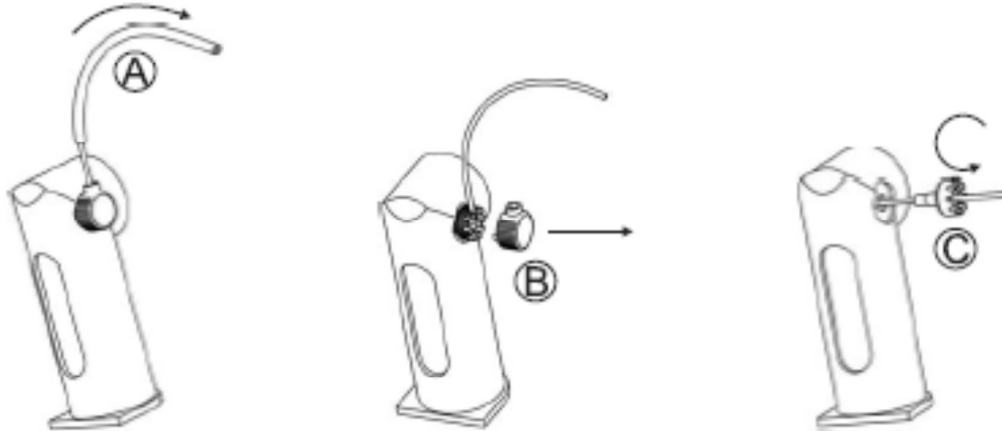


### 8.1.3 Desarmado del Tubo de Dispensado y el Tubo de Aspiración

Ambos tubos de aspiración y dispensado tienen una conexión y un protector del tubo. El tubo de aspiración deberá ser montado en el lado izquierdo y el tubo de dispensado deberá ser montado en el lado derecho de la bureta.

Para remover el tubo de dispensado y el tubo de aspiración siga estas etapas:

- Deslice el protector del tubo hacia arriba (A);
- Retire el seguro del tubo (B) desde el sostenedor de la bureta;
- Desatornille el conector (C);
- Repita estas etapas para el tubo de aspiración.



### 8.1.4 Ensamblado del Tubo de Aspiración y del Tubo de Dispensado

Para conectar el tubo de dispensado y el tubo de aspiración siga estas etapas:

- Inserte el extremo del tubo de dispensado con el conector de color bronce (A) en la salida de la válvula;
- Atornille el conector para que el más alto de sus nueve cortes permanezca en posición vertical en la posición final;
- Doble el tubo en posición vertical para ingresar en el corte más alto del conector;
- Ponga el seguro del tubo (B) en el conector;
- Deslice el protector del tubo (C) en el espacio dedicado al seguro del tubo;
- Repita estas etapas para el tubo de aspiración.



### 8.1.5 Limpieza de la Bureta

Para limpiar la bureta, siga estas etapas:

- Si se llena la bureta con titulador, retire el tubo de aspiración de la botella del titulador y purgue la bureta (ver Sección 7.2.4, Purgar Bureta).
- Introduzca el tubo de aspiración en el solvente Karl Fischer.
- Purgue la bureta para llenarla con solvente (utilice dos enjuagues) (ver Sección 7.2.1, Purgar Bureta).

• Durante el segundo relleno de la bureta retire el tubo de aspiración del solvente o solución de limpieza y permita que el aire vuelva reemplace el líquido en la bureta. Esto limpiará el tubo de aspiración.

Si este procedimiento de limpieza simple no es suficiente, continúe con estas etapas:

- Deslice la bureta hacia fuera desde el conjunto de la bomba.
- Retire los tubos de dispensado y aspiración. Limpie los filtros por separado o inserte unos nuevos.
- Remueva la tapa protectora de la parte inferior del conjunto de la bureta mediante la herramienta especial (HI900942).
- Remueva la jeringa desde el conjunto de la bureta para desatornillarla con los dedos.
- Extraiga el émbolo de la jeringa.
- Limpie el pistón y la jeringa con solución de limpieza adecuada.
- Retire el exceso de líquido.

## MANTENCION, PERIFERICOS

---

**Advertencia:** Evite el contacto con el titulador con las manos desnudas.

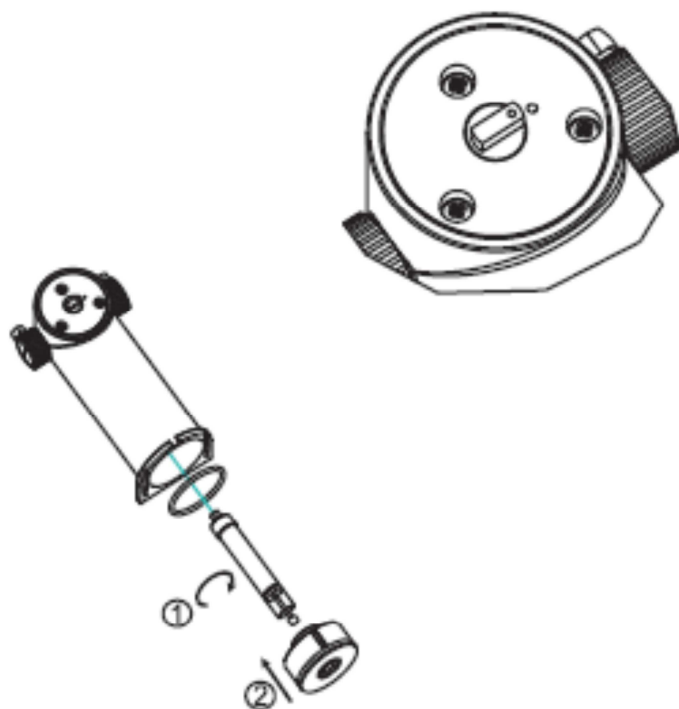
Evite derramar el titulador.

Limpie la parte exterior de la jeringa y el émbolo para retirar productos químicos agresivos.

No toque la parte de teflón del pistón o las paredes internas de la bureta con las manos desnudas o materiales grasosos.

Consulte al fabricante de MSDS para instrucciones de manejo seguro.

- Reinserte el émbolo dentro de la jeringa.
- Reinserte la jeringa atornillándola en la válvula con los dedos.
- Reinserte la tapa protectora en la parte inferior del conjunto de la bureta. Coloque con cuidado la tapa en la bureta.
- Deslice la bureta en el soporte de la bureta. Posicione el eje del pistón para acoplar la bomba correctamente.
- Se recomienda cebar la bureta tres veces con el titulador nuevo.

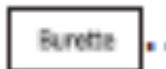


### 8.1.6 Preparación Bureta (Llenado con Titulante)

Antes de iniciar una titulación, la bureta debe ser llena con el titulador para obtener un resultado preciso y repetible. Para llenar la bureta, siga las siguientes etapas y recomendaciones:

- Si es necesario, limpie la bureta y asegúrese que este vacía y seca.

- Desde la pantalla principal presione

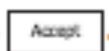


- Destaque la opción cebar bureta y presione



- Ingrese el número de veces que la bureta necesita ser lavada (son recomendados tres lavados mínimos para permitir que las burbujas de aire sean evacuadas).

- Presione



Inserte el tubo de aspiración en la botella del titulador sólo cuando el pistón está bajando y ha alcanzado aproximadamente  $\frac{1}{4}$  desde la parte superior.

Para evitar la presencia de burbujas de aire dentro de la bureta, asegúrese de tener flujo de líquido continuo dentro de la bureta y es normal un poco de aire justo por encima del líquido durante el primer llenado. El siguiente llenado será evacuar todo el aire, no deberá quedar aire en la válvula.

Algunas veces durante este proceso, es útil para remover cualquier burbuja de aire residual de los tubos, golpearlos ligeramente con los dedos.



## 8.2 Mantenición de la Sonda

Una mantención apropiada de la sonda es fundamental para mediciones confiables y extender la vida de la sonda. La frecuencia de mantención dependerá en gran medida del tipo de muestras que son analizadas. La mantención puede ser requerida si es observado algo de lo siguiente:

- Lenta o ninguna respuesta del electrodo;
- Lecturas de mV ruidosas;
- Residuos en o entre las puntas de electrodos
- Revestimiento en las puntas de electrodos

Si se observan estos signos, las puntas de los electrodos pueden estar sucias. Enjuague el electrodo con un solvente apropiado para el tipo de muestra utilizada – metanol es generalmente suficiente. Permita que seque completamente antes de volver a instalar la sonda.

Si se requiere una limpieza más profunda, sumerja el electrodo en la Solución de Limpieza de Electrodo HI 7061 Solución para uso General durante varias horas, luego enjuague con agua seguido por metanol. Permite que seque antes de reinstalarlo.

Luego de permitir que la sonda se seque, inspeccione cualquier grieta del vidrio, especialmente cerca de las puntas de los electrodos. Si detecta cualquier grieta, reemplace el electrodo.

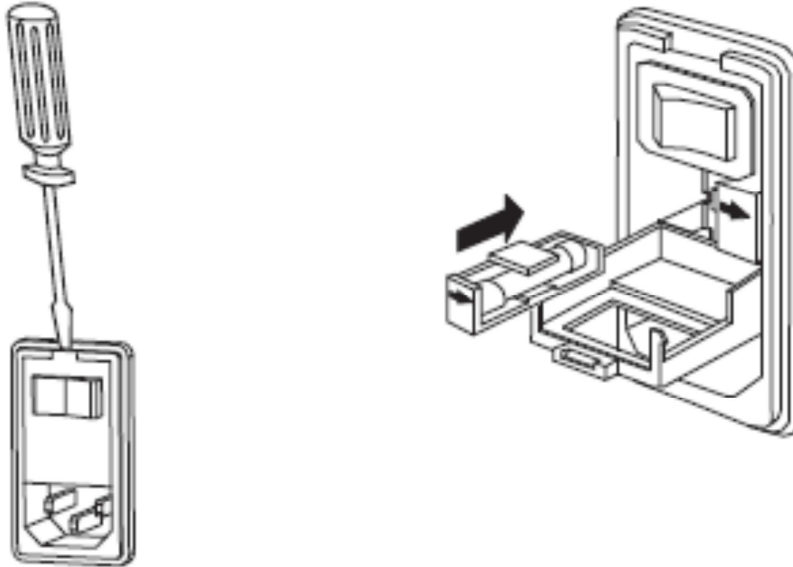
***Advertencia:*** Proteja cuidadosamente la puntas de los electrodos! Evite el uso de cepillos abrasivos para limpiar las puntas. Los pasadores se pueden doblar fácilmente, lo que provocará errores permanentes en las lecturas de mV!

---

### 8.3 Reemplazo de Fusibles

Para reemplazar los fusibles, siga las siguientes etapas:

- Apague el titulador.
- Remueva el cable conector desde el enchufe localizado en la cara posterior de la carcasa del titulador.
- Con un desatornillador abra la cubierta de la caja de fusibles del Titulador.



- Extraiga el sostenedor de los fusibles.
- reemplace los fusibles (por los fusibles recomendados, ver la etiqueta localizada sobre el interruptor principal).
- Cierre la tapa de los fusibles.
- Conecte el cable de alimentación.

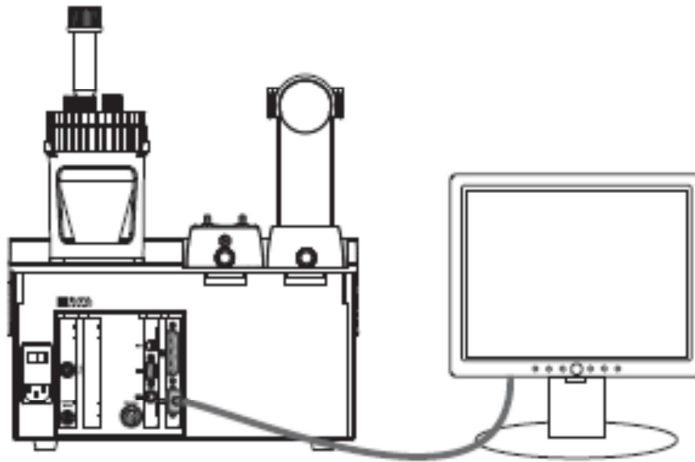
**Nota:** Para otras operaciones de mantenimiento por favor contacte a su distribuidor Centro de Servicio al Cliente Hanna más cercano.

### 8.4 Periféricos

**Advertencia!** La conexión desconexión del CABLE DE ALIMENTACION, CONJUNTO DE LA BOMBA, PANTALLA PC EXTERNA, IMPRESORA, INTERFASE RS232 o DISPOSITIVO DE EXPANSION se debe hacer sólo cuando el titulador y dispositivos externos están apagados. La correspondencia entre teclado del Titulador y el teclado externo del tipo 101 teclas norteamericano:

**Teclado PC Externo**

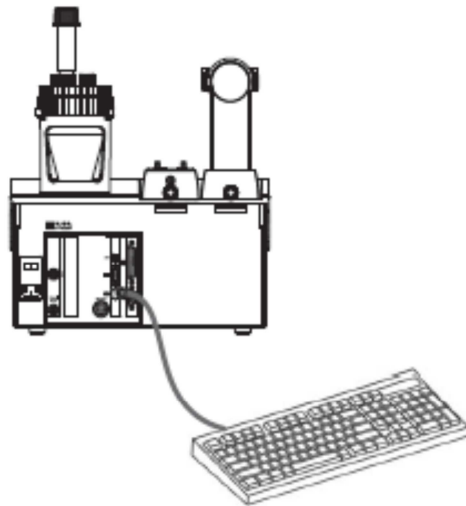
La información que aparece en la pantalla del titulador también se puede ver en una pantalla VGA estándar conectada con un cable de 15 pines, tal como se presenta a continuación.



Conecte la pantalla externa en el enchufe de la pantalla.  
Encienda el titulador y **luego encienda** la pantalla externa.

#### **8.4.2 Conectando un Teclado de PC Externo**

Esta opción le permite utilizar un Teclado PS/2 PC adicionalmente al teclado del titulador.



Conexión de un Teclado PC externo (conector PS/2).

**(Norteamericano 101)**

**Teclado Titulador**

Tecla Función **F-1**



Tecla Función **F-2**



Tecla Función **F-3**



Tecla Función **F-4**



Tecla Función **F-5**

Tecla opción **1** (desde izquierda a derecha)

Tecla Función **F-6**

Tecla opción **2** (desde izquierda a derecha)

Tecla Función **F-7**

Tecla opción **3** (desde izquierda a derecha)

Tecla Función **F-8**

Tecla opción **4** (desde izquierda a derecha)

Tecla Función **F-9**

Tecla opción **5** (desde izquierda a derecha)

Tecla Función **F-10**



Tecla flecha: **Arriba**



Tecla flecha: **Abajo**



Tecla flecha: **Izquierda**



Tecla flecha: **Derecha**



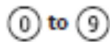
**Avance pag**



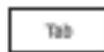
**Retrocede pag**



Teclas numéricas: **0 a 9**



**Tab**



**Enter ,**



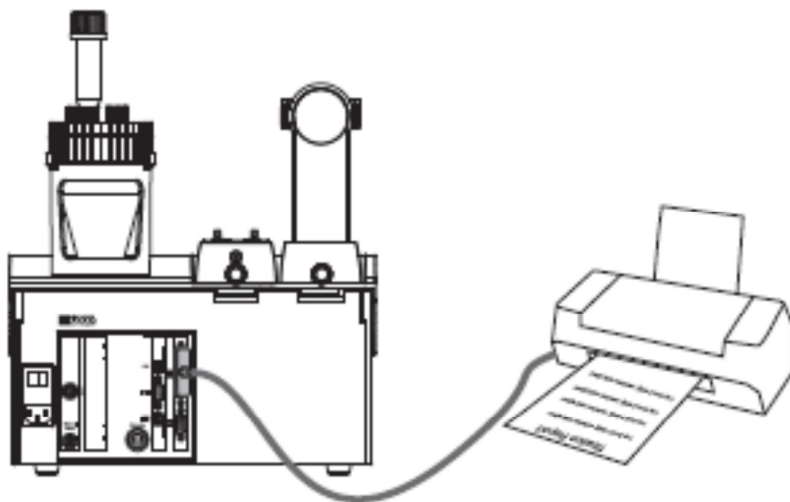
**Home** (accede Opciones Generales)

Teclas Alfanuméricas

Permite entradas alfanuméricas.

### 8.4.3 Conexión Impresora

Una variedad de impresoras en paralelo se puede conectar al puerto paralelo del titulador utilizando un cable estándar DB25–pines.



**Advertencia:** El titulador y la impresora externa deben estar ambos apagados antes de ser conectados. Conecte la impresora externa al enchufe estándar de 25 pines. Encienda el titulador y luego la impresora.

### 8.4.4 Conectando a una Computadora

El titulador puede ser conectado a un computador utilizando un cable USB. Necesita estar instalada la aplicación HI 900 PC para ser instalado en el PC.

Conecte el cable al puerto USB en el panel trasero del titulador.

Conecte el cable al puerto USB del PC.

Seleccione la conexión **USB con la pantalla del PC** en el titulador siguiendo la ruta de acceso:

#### **Opciones generales - enlace USB con PC**

Inicie la aplicación HI 900 PC y a continuación, seleccione el puerto correspondiente USB en el PC.

La aplicación HI 900 PC permite la transferencia de archivos (métodos y reportes) entre el titulador y el PC.

## Capítulo 9. Contenidos

<b>9 OPTIMIZACION</b> .....	<b>9 - 3</b>
<b>9.1 Ajustes Titulador</b> .....	<b>9 - 3</b>
9.1.1 Parámetros Control.....	9 - 3
9.1.1.1 Punto final Potencial y Corriente de Polarización .....	9 - 3
9.1.1.2 Parámetros Dosificación .....	9 - 4
9.1.1.2.1 Dosis Mínima .....	9 - 4
9.1.1.2.2 Dosis Máxima .....	9 - 4
9.1.1.3 Aumento de Tiempo .....	9 - 5
9.1.1.4 Modo inicio .....	9 - 6
9.1.1.5 Señal Promedio .....	9 - 6
9.1.1.6 Tasa de Flujo .....	9 - 6
9.1.2 Parámetros de termino .....	9 - 6
9.1.2.1 Tiempo Estabilización .....	9 - 6
9.1.2.2 Criterio Termino detención Dispersión .....	9
- 6	
9.1.2.2.1 Detención Relativa Dispersión .....	9
- 7	
9.1.2.2.2 Detención Absoluta Dispersión .....	9
- 7	
9.1.3 Opciones Método .....	9 - 8
9.1.3.1 Cantidad Pre dispensado .....	9 - 8
9.1.3.2 Tiempo Agitación Pre Análisis .....	9 - 8
9.1.3.3 Velocidad de Agitación .....	9 - 8
9.1.3.4 Entrada de tasa de dispersión de fondo.....	9 - 8
<b>9.2 La Muestra</b> .....	<b>9 - 9</b>
9.2.1 Procedimiento Apropriado Muestreo .....	9 - 9
9.2.2 Determinación Tamaño Óptimo de la Muestra .....	9 - 9
9.2.3 Muestras Solidas.....	9 - 10

## METODOS OPTIMIZACION

9.2.4 Muestras Liquidas .....	9 - 1 1
9.2.5 Técnicas de Preparación de la Muestra .....	9 - 1 2
9.2.5.1 Extracciones Internas .....	9 - 1 2
9.2.5.2 Diluciones.....	9 - 1 2
9.2.5.3 Disolución Externa .....	9 - 1 3
9.2.5.4 Extracciones Externas .....	9 - 1 3
9.2.5.5 Homogenización .....	9 - 1 4
9.2.5.6 Calentado.....	9 - 1 4
<b>9.3 Sistema Reactivo Karl Fischer.....</b>	<b>9-15</b>
9.3.1 Clasificación Sistema Reactivo .....	9 - 1 5
9.3.1.1 Sistema Reactivo Un Componente .....	9 - 1 5
9.3.1.2 Sistema Reactivo Dos Componentes.....	9 - 1 5
9.3.1.3 Reactivos Aldehídos y Quetonas .....	9 - 1 5
9.3.2 Seleccionar y Modificar un Solvente .....	9 - 1 6
9.3.3 Estándares Agua .....	9 - 1 6
9.3.4 Estandarizar el Titulante .....	9 - 1 7

## 9.1 Ajustes Titulación

La configuración por defecto con los métodos estándar ha sido desarrollada por Hanna Instruments con el fin de proporcionar resultados precisos para la mayoría de las muestras sin necesidad de entrada de analista adicional o método de ajuste. Sin embargo, con el fin de adaptarse a una variedad más amplia de tipos de muestras y matrices, todos los parámetros de titulación del HI 903 son personalizables. Esta sección proporciona las descripciones de los parámetros críticos de titulación necesarios para un analista para modificar un método estándar o desarrollar un método de titulación desde cero.

Los métodos del HI 903 se pueden modificar y personalizar basados en los requisitos de la muestra, matriz de la muestra y la formulación del reactivo Karl Fischer. Las configuraciones cambiables por el usuario son separadas en dos categorías: los Parámetros de Control, los cuales definen las funciones críticas que determinan el curso de una titulación y la forma en que se terminan las titulaciones y Opciones de Método las cuales controlan menos características no directamente relacionadas con las medidas de control y principalmente permiten a los usuarios avanzados acortar el tiempo de titulación.

### 9.1.1 Parámetros de Control

#### 9.1.1.1 Potencial Punto final y Corriente de Polarización

El **HI 903** utiliza el sistema de electrodo polarizado conocido como indicación bivoltamétrica. El titulador monitorea el voltaje necesario para mantener una polarización constante actual (I<sub>pol</sub>) entre los pasadores de un electrodo Karl Fischer de pines de doble-platino en el curso de una titulación. Durante una titulación, no está presente un exceso de yodo. Con el fin de mantener la polarización actual ajustada el HI 903 debe aplicar una tensión relativamente grande a través de los pines del electrodo. Al final de la titulación, la cantidad de yodo agregado es igual a la cantidad de agua de la muestra. Cuando se ha agregado un exceso de titulador, el yodo está presente en la solución. Fácilmente se reduce el exceso de yodo y el yoduro resultante se oxida fácilmente en las reacciones del electrodo en el cátodo y el ánodo respectivamente. La facilidad de estas reacciones para mantener la corriente de polarización constante con un menor potencial de electrodo. En teoría, un gran cambio en el potencial de electrodo indica el punto final. En la práctica, un punto final de la titulación es alcanzado cuando el potencial del electrodo cae por debajo de un valor definido por el usuario y se cumplen los criterios de término elegidos.

La elección del potencial de punto final debe ser basada, principalmente, en la polarización actual y, en menor medida, sobre la composición del solvente Karl Fischer y la matriz de la muestra. Si la polarización actual es cambiada, también se debe cambiar el punto final potencial. Además existen trampas para ser evitadas al elegir un punto final potencial. Seleccionar los puntos finales que son 'muy altos' o 'muy bajos' resultará en tiempos largos de titulación y pobre reproducibilidad. Los puntos finales que son 'muy altos' son aquellas que resultan en los puntos finales que preceden o coinciden con el punto de equivalencia de forma tal que la concentración de exceso de yodo no se detecta confiablemente. Potenciales de punto final son considerados 'insuficientes' cuando corresponden a un exceso de yodo en la celda de titulación.

## METODOS OPTIMIZACION

9-3

La tabla siguiente correlaciona rangos de puntos finales potenciales para cada uno de las posibles configuraciones de la polarización actual del HI 903. Los puntos finales sugeridos a continuación son aplicables para los reactivos formulados con metanol. Los puntos finales potenciales se deberían aumentar en 20 a 25% cuando la titulación con sistemas de reactivo



formulados para ser utilizados con aldehídos o acetonas o donde el metanol ha sido reemplazado con alcoholes más altos o éteres sustituidos como éter monoetílico de dietilenoglicol o 2-metoxietanol.

Polarization Current	1 $\mu$ A	2 $\mu$ A	5 $\mu$ A	10 $\mu$ A	15 $\mu$ A	20 $\mu$ A	30 $\mu$ A	40 $\mu$ A
Endpoint Potential	20 to 30 mV	25 to 35 mV	50 to 70 mV	80 to 100 mV	90 to 110 mV	100 to 120 mV	130 to 150 mV	150 to 170 mV

Adicionalmente, la duración de una titulación es proporcional a la corriente de polarización. Por lo tanto, el tiempo de titulación se puede reducir mediante el aumento de la polarización actual. Mientras que el valor por defecto valor  $I_{pol}$  de 20 mA resulta en titulaciones más rápidas que los más pequeños 1, 2, 5, 10 y 15 mA opciones de un aumento a 30 o 40 mA sin acortar significativamente la titulación. Sin embargo, la elección de altas corrientes de polarización acelerará la contaminación del electrodo y potencialmente la degradación de las muestras utilizando sistemas de solventes especiales.

### 9.1.1.2 Parámetros de Dosificación

El HI 903 predice la aproximación del punto final y reduce los volúmenes de titulante agregado hasta que el punto final es alcanzado. Este es un proceso controlado por software conocido como dinámica de dosificación.

La dinámica de dosificación evita la adición del titulador más allá del punto final y proporciona mayor densidad de datos en las proximidades del punto final resultante en la determinación del punto exacto y titulaciones más rápidas. El volumen de la dosis mínima y máxima debe ser ajustado apropiadamente por el usuario para que la dosificación dinámica sea efectiva.

#### 9.1.1.2.1 Dosis Mínima

Disminuyendo la dosis mínima aumenta la precisión, pero alarga el tiempo de titulación. La única excepción es cuando el tiempo de estabilidad ha sido seleccionado como el criterio de término y existe una alta tasa de dispersión. En estas circunstancias, la dosis mínima debe ser lo suficientemente alta como para mantener el punto final potencial por medio de reaccionar toda el agua debido a la tasa de dispersión sobre el curso del período de tiempo elegido. Aumentar la dosis mínima acorta el tiempo de titulación pero reduce la precisión y aumenta la posibilidad de una sobre titulación.

#### 9.1.1.2.2 Dosis Máxima

El volumen de la dosis máxima se debe adaptar de acuerdo a la formulación y la concentración de la titulación. El volumen de la dosis máxima se debe establecer tan alto como sea posible sin exceder la velocidad de reacción del sistema reactivo. La siguiente tabla proporciona la dosis máximas sugeridas para sistemas de reactivos populares basados en sus tasas relativa de reacción.

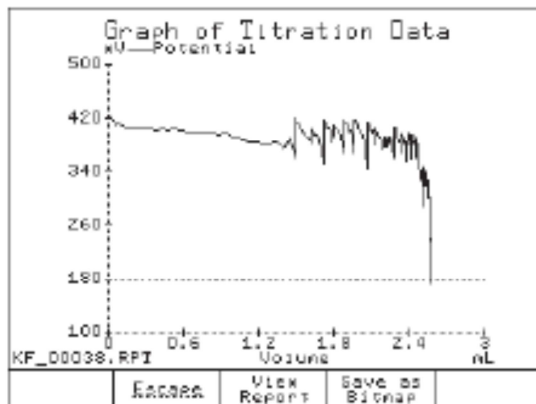
La forma más eficaz para optimizar el volumen de la dosis máxima es considerar la duración de la titulación y examinar la forma de la curva de titulación. En el caso donde el volumen máximo de la dosis es demasiado alto, el yodo puede ser agregado más rápido que la velocidad de la reacción de la titulación.

9-4

## METODOS OPTIMIZACION

Este exceso de yodo resultará en una caída pronunciada en el potencial del electrodo que será interpretada por el HI 903 como un punto final que se aproxima. Esto a su vez resultará en el

algoritmo de dosificación dinámica que reduce el tamaño de la dosis hasta que el exceso de yodo tiene tiempo de reaccionar. El tamaño de la dosis reducida interrumpe efectivamente la titulación y agrega un tiempo considerable a la duración de la titulación. La titulación será interrumpida repetidamente de esta manera, de forma tal que el tiempo de titulación general es más largo, a pesar de que el valor del tamaño de la dosis máxima se establece un gran volumen.



Sera mostrada la curva de titulación resultante:

Debido a que las tasas de reacción son más rápidas con dos componentes reactivos que aquellas observadas con reactivos de un componente, el volumen de dosis máxima se puede ajustar ligeramente superior al utilizar sistemas de dos componentes. En el caso donde la dosis máxima es demasiado baja, se extenderá el tiempo de titulación.

Karl Fischer Reagent System	Maximum Dose Volume
One-Component Systems	20 to 30 $\mu\text{L}$
One-Component Systems for aldehydes and ketones	20 to 25 $\mu\text{L}$
One-Component Systems formulated with pyridine	15 to 20 $\mu\text{L}$
Two-Component Systems	40 to 60 $\mu\text{L}$
Two-Component Systems formulated with pyridine	25 to 30 $\mu\text{L}$

### 9.1.1.3 Aumento de Tiempo

Esta opción controla la cantidad de tiempo entre dosis sucesivas de titulador.

Es importante el ajuste apropiado del aumento del tiempo para asegurar que el titulado tiene el tiempo adecuado para mezclar con la muestra de tal manera que el electrodo mida una solución homogénea antes que el titulador tome la decisión sobre el tamaño de la dosis siguiente del titulador.

El valor del aumento programado depende del tipo de sistema de reactivo utilizado.

Mientras que el valor predeterminado de 1 segundo es compatible con cualquier sistema de reactivos, las titulaciones que utilicen sistemas de dos componentes reactivos pueden ser

## METODOS OPTIMIZACION

### 9.1.1.4 Modo Inicio

El HI 903 puede ser ajustado en cualquier modo de inicio normal o precaución. La característica de inicio de precaución está diseñada para prevenir la sobre titulación accidental de una muestra con muy bajo contenido en agua. En el modo de inicio de precaución, el HI

903 inicia una titulación utilizando el tamaño de la dosis mínima especificado por el usuario, en lugar de comenzar con la mitad del tamaño de la dosis máxima como en un modo de inicio normal.

#### **9.1.1.5 Promedio de Señal**

El valor elegido para el promedio de la señal determina cuántas lecturas la electrónica promediara para producir un único punto de datos de la curva de titulación. Mientras que los valores más altos de 3 o 4 lecturas reducen el tiempo de respuesta del electrodo, también resultan en una curva de titulación 'más suave' lo cual puede resultar en una titulación más rápida (lecturas individuales inestables pueden causar que el tamaño de la dosis se reduzca).

#### **9.1.1.6 Tasa de Flujo**

El ajuste de la tasa de flujo especifica el volumen del titulador entregado por minuto. La tasa de flujo por defecto se debe utilizar para la mayoría de las titulaciones. En casos donde el titulador es más viscoso, se puede reducir el caudal.

#### **9.1.2 Parámetros de Término**

El HI 903 ofrece una selección de tres criterios que pueden ser considerados para una titulación que alcance un punto final con éxito.

##### **9.1.2.1 Tiempo de Estabilidad**

Cuando es seleccionado este criterio de término, es considerada una titulación que ha alcanzado un punto final cuando el potencial de electrodo se mantiene por debajo del punto final potencial especificado para un período de tiempo, llamado tiempo de estabilidad. La estabilidad típica para el rango de tiempo de punto final varía entre 5 y 15 segundos.

De modo que este criterio termine con éxito una titulación el tiempo de estabilidad y el tamaño de la dosis mínima deben ser establecidos de forma tal que, al final de una titulación, el tamaño de la dosis mínima sea lo suficientemente grande como para reaccionar toda el agua que ingresa en la celda debido a la dispersión durante el tiempo de estabilidad establecido.

Si el volumen de la dosis mínima es demasiado pequeño para compensar el agua introducida por la dispersión, la titulación nunca terminará.

##### **9.1.2.2 Criterio de Término Detención Dispersión**

Los criterios de término basados en la dispersión o término de la dispersión, término de titulaciones basadas en la idea de que en el final de una titulación, cuando toda el agua debido a la muestra ha sido reaccionada, el titulador sólo se debe titular el agua que penetra en la celda debido a la tasa de dispersión de fondo (ver Sección 6.3 para una explicación detallada de la dispersión de fondo).

Idealmente, los criterios de término de una detención de una dispersión pueden terminar una titulación cuando se observa una tasa de dispersión idéntica a la que precedió el inicio de una titulación al final de una titulación. Sin embargo, desde un punto de vista práctico el logro de una tasa de dispersión idéntica resulta en muy largos tiempos de titulación.

Con el fin de acortar los tiempos de titulación mientras se siguen aprovechando los aspectos positivos de

9-6

## **METODOS OPTIMIZACION**

término basados en la dispersión, el HI 903 incorpora dos criterios de término de detención de dispersión que termina titulaciones cuando la tasa de dispersión pasa por debajo de un

umbral especificado. Los métodos se pueden distinguir por la forma en que se especifican los umbrales de la tasa de dispersión.

#### 9.1.2.2.1 Detención Dispersión Relativa

El parámetro relativo de término de la detención de la dispersión debe ser el primer criterio de término elegido. Este es el más universalmente aplicable, más fácil de usar y resulta en titulaciones rápidas y repetibles. Este parámetro tiene la ventaja sobre otros criterios de término en que el valor de la tasa de dispersión se puede ajustar independientemente de la concentración de titulador y la tasa inicial de dispersión.

Bajo este criterio una titulación alcanza un punto final con éxito cuando el **HI 903** titula toda el agua introducida con la muestra y mantiene una tasa de dispersión que es igual a la suma del desplazamiento inicial (tasa de dispersión cuando se inició la titulación) y el valor establecido 'detención dispersión relativa' (es decir, una dispersión ligeramente superior a la tasa inicial de dispersión).

La elección del valor de detención de la dispersión relativa influye en la duración de la titulación y la reproducibilidad.

Seleccionando valores de detención de la dispersión relativamente bajos (5 a 10  $\mu\text{g}/\text{min}$ ) resultará en titulaciones altamente reproducibles y de larga duración. Ajustando los valores de detención de la dispersión relativamente altos (20 a 30  $\mu\text{g}/\text{min}$ ) resultará en titulaciones rápidas con una reproducibilidad potencialmente reducida. La reducción de la reproducibilidad en valores de detención de la dispersión más altos es de particular preocupación cuando se utilizan reactivos que tienen bajas tasas de reacción (reactivos de un componente o de aldehídos y acetonas).

Es importante establecer un valor de detención de dispersión relativa apropiado cuando se trabaja con muestras no soluble o muestras poco solubles. Durante estos tipos de titulaciones, los últimos rastros de agua son liberados muy lentamente. Si los trazos finales pueden ser ignorados debido a que el contenido de agua de la muestra es grande, luego las titulaciones pueden ser terminadas en un valor mayor de terminación de tasa de dispersión

#### 9.1.2.2.2 Detención Dispersión Absoluta

Bajo este criterio, una titulación alcanza un punto final con éxito cuando la dispersión cae por debajo de un umbral predefinido llamado el valor absoluto de detención de dispersión.

El valor absoluto de detención de dispersión no considera la tasa de dispersión inicial pero tiene la ventaja de poder establecerse sin tener en cuenta la concentración del titulador.

Adicionalmente, para que una titulación alcance el punto final, se debe establecer el umbral del valor absoluto de detención de dispersión más alto que el de la velocidad de dispersión inicial.

La principal desventaja asociada con el criterio de término de la tasa de dispersión absoluta es que la tasa de dispersión de fondo actual debe ser considerada antes de ajustar el umbral de la tasa de dispersión absoluta.

Cuando se ajuste el umbral de dispersión absoluto, se debe establecer un equilibrio entre la velocidad de titulación y la precisión. La elección de un umbral levemente más alto que la tasa inicial de dispersión resultará en una alta reproducibilidad y titulaciones relativamente lentos. Ajustando el umbral superior (30  $\mu\text{g}/\text{min}$ ) resultará en titulaciones muy rápidas y reproducibilidad de titulación reducida.

---

## METODOS OPTIMIZACION

9-7

### 9.1.3 Opciones Métodos

#### 9.1.3.1 Cantidad Pre dispensada

Es posible acortar los tiempos de la titulación agregando una gran fracción de la titulación en el inicio del análisis si se conoce el contenido de agua aproximado de la muestra.

Cuando está activa, la cantidad de pre-dispensado se puede configurar para suministrar entre 1 y 90% de la titulación requerida para alcanzar el punto final de la titulación.

Una gran cantidad de pre-dispensado (alrededor de 90%) aumenta las posibilidades de resultados erróneos.

Cantidades pre dispensadas por encima de 50% sólo se deben utilizar si la reacción es muy rápida.

#### **9.1.3.2 Tiempo de Agitación Pre-análisis**

Al analizar muestras sólidas con solubilidad limitada o liberación enlazada de agua lentamente, la muestra se debe remover en el disolvente elegido antes del comienzo de una titulación, para evitar resultados erróneos de baja titulación o puntos finales inalcanzables. La opción de tiempo de agitación de pre-análisis asegura que luego que la muestra es agregada la mezcla de titulación es agitada durante un período de tiempo antes que cualquier titulación sea agregada a la celda. El tiempo de agitación de pre análisis se puede ajustar entre 0 y 1000 segundos.

#### **9.1.3.3 Velocidad de Agitación**

La velocidad de agitación de los HI 903 se puede fijar entre 200 y 2000 RPM con resolución de 100 RPM.

El sistema de agitación está equipado con un mecanismo de retroalimentación óptica para garantizar que la rotación del motor este girando a la velocidad establecida por el usuario.

La velocidad óptima de agitación es obtenida cuando un pequeño vórtice es visible. Si la velocidad de agitación es demasiado baja, el titulador no reaccionara con la muestra antes de alcanzar el electrodo resultando en una sobre-titulación y baja reproducibilidad de la titulación. Si la velocidad de agitación es demasiado alta, se formaran burbujas en la solución. Las burbujas pueden desestabilizar o falsear el potencial medido del electrodo.

La velocidad de agitación por defecto para los reactivos estándar Karl Fischer disponibles comercialmente utilizados dentro del rango de volumen operable de la celda de Hanna Instruments estándar y con la barra de agitación magnética suministrada es de 900 RPM. Las muestras que resulten en una solución de titulación con mayor o menor viscosidad puede requerir ajustar la velocidad de agitación.

#### **9.1.3.4 Entrada de Tasa de Dispersión de Fondo**

Esta opción proporciona una elección entre la determinación automática del tipo de dispersión de los HI 903 y asigna un valor fijo para ser utilizado por el titulador como la tasa de dispersión.

El principal beneficio de omitir la función de la tasa de dispersión automática es ahorro de tiempo. Esto es apropiado cuando se titulan muestras con alto contenido de agua donde la tasa de dispersión es demasiado baja para afectar los resultados de la titulación o en situaciones de diagnóstico donde no hay ninguna ventaja en esperar al HI 903 para llevar a cabo un análisis de la tasa de dispersión.

### 9.2.1 Procedimiento de Muestreo Apropriado

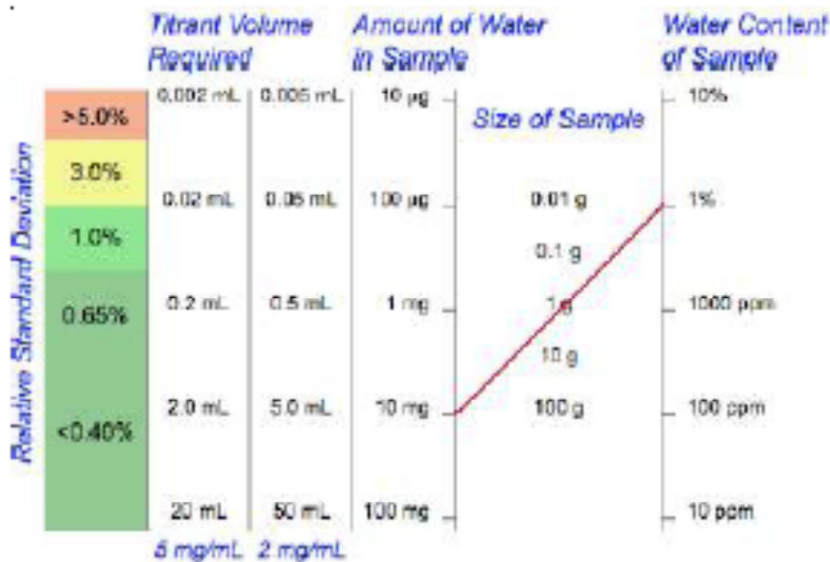
El muestreo apropiado es esencial para determinar con precisión el contenido de agua de materiales a granel, particularmente con muestras no homogéneas. Muchos métodos estándar detallan instrucciones para asegurar el muestreo apropiado. Como regla general, se deben seguir las siguientes pautas:

1. La muestra debe ser representativa. El contenido de agua de la muestra tomada es el igual que el contenido de agua promedio del material a granel.
2. Evite exponer muestras a los efectos contaminantes de la humedad atmosférica. Tome las muestras lo antes posible y proteja la muestra durante el transporte y / o almacenamiento.
3. Tome las muestras desde el interior de materiales a granel. Las superficies de materiales higroscópicos pueden contener altos niveles de humedad en relación con el resto del material. Las superficies de materiales que liberen el agua pueden contener menos agua en relación con el resto del material.
4. La toma de muestras grandes materiales a granel dará lugar a una muestra mas representativa.

### 9.2.2 Determinando el Tamaño Óptimo de la Muestra

La elección correcta del tamaño de la muestra es fundamental para lograr resultados de titulación precisos y repetibles. Como regla general, se debe seleccionar el tamaño de la muestra de forma tal que aproximadamente 30-70 del volumen de la bureta sea consumida durante una titulación. Esto proporciona suficiente titulador para asegurar una buena exactitud de la conservación de los reactivos y minimizar la generación de residuos.

La siguiente tabla ilustra la relación entre la reproducibilidad de la titulación, el volumen de titulador consumido durante una titulación, la cantidad de agua contenida en una muestra, el



## METODOS OPTIMIZACION

tamaño de la muestra y el contenido de agua de una muestra.



El tamaño ideal de la muestra se puede estimar usando la tabla dibujando una línea desde el contenido de agua esperado a la cantidad de agua en la muestra correspondiente a la reproducibilidad deseada de la titulación (desviación estándar relativa). El tamaño ideal de la muestra es indicado donde la línea dibujada intersecta la escala 'tamaño de la muestra'.

Considere la línea sobre la tabla como ejemplo. La línea fue trazada para un usuario con una muestra que tiene aproximadamente un agua que requiere la mejor reproducibilidad posible. La intersección de la línea roja con la columna del tamaño de la muestra indica que de modo de introducir los óptimos 10 mg de agua en la celda de titulación, el usuario debe agregar 1 g de muestra.

La cantidad de muestra requerida para introducir 10 mg de agua en la celda de titulación, puede ser calculada directamente utilizando la siguiente ecuación.

$$\text{Sample mass (g)} = \frac{1}{\% \text{ H}_2\text{O in sample}}$$

### 9.2.3 Muestras Sólidas

La muestra de agua debe estar disponible para reaccionar con el titulador. Esto normalmente significa que la muestra debe ser adecuadamente disuelta en el solvente. Esto se logra mediante la elección adecuada del sistema de solventes, una preparación adecuada de la muestra y la optimización de las condiciones de reacción.

Luego de asegurarse que la muestra es soluble en la elección del solvente o mezcla de solventes, la disolución de una muestra sólida puede ser ayudada por medio de moler la muestra en un polvo fino, aumentando el tiempo de agitado del pre análisis o calentar el solvente durante una titulación con una celda de titulación revestida opcional y circulador de agua.

Las muestras sólidas son agregadas a la celda de titulación retirando el conector de la muestra. La cantidad de muestra sólida agregada se puede introducir en el HI 903 como una masa o por número de piezas si, por ejemplo, deben ser analizadas píldoras.

La forma más precisa para determinar la masa de la muestra agregada en la celda mediante una técnica analítica llamada pesaje posterior. El pesaje posterior consiste en las siguientes etapas:

1. Medir la masa de una muestra en un vaso de pesaje.
2. Iniciar la secuencia de titulación en el HI 903 utilizando la tecla de opción 'iniciar análisis' desde el modo de espera. Aparecerá la pantalla de 'Añadir muestra'.
3. Deslice la clavija de muestra hacia arriba de la parte superior del vaso para abrir el puerto de la muestra.
4. Agregue rápidamente la muestra a través del puerto de muestra asegurándose que toda la muestra es transferida al solvente. Evite cualquier contacto entre la muestra y las paredes de la celda o parte superior.
5. Reemplace el tapón de la muestra en la parte superior del recipiente.
6. Determinación de la masa del vaso de peso 'vacío'.
7. Calcular la masa de la muestra agregada (restar la masa del vaso de pesaje de la masa de todo pesar barco).
8. Introduzca la masa calculada de la muestra en el HI 903.
9. Inicie la titulación utilizando la tecla de opción 'iniciar análisis' desde la pantalla de agregar la muestra.

Se debe tener cuidado al añadir una muestra sólida tan rápido como sea posible para minimizar la cantidad de tiempo el puerto de la muestra está abierto. También es importante asegurarse que toda la muestra alcance el solvente y no haga contacto o se pegue a la parte interior de la tapa del vaso. Incluso perder una pequeña fracción de la masa de la muestra resultará en un contenido de agua muy alto en la muestra.

En algunos casos muestras sólidas pueden requerir una de las etapas preparatorias adicionales indicadas en las secciones que siguen. Instrucciones de preparación de la muestra específica se incluyen con cada método estándar.

### 9.2.4 Muestras Líquidas

Como con los sólidos, el agua contenida en las muestras líquidas debe estar disponible para reaccionar con el titulador. Es importante seleccionar un sistema solvente o mezcla con la que la muestra es miscible.

Normalmente se añaden líquidos a través de la membrana en el puerto de la muestra a través de una jeringa y aguja mediante las siguientes etapas:

1. Coloque una aguja larga (aproximadamente 6 cm largo, calibre 21) en una jeringa lo suficientemente grande para mantener el volumen de a lo menos una muestra completa.
2. Enjuague la jeringa y la aguja con la muestra varias veces, drenando una pequeña porción de la muestra, extender completamente el émbolo, sacudiendo para recubrir el interior de la jeringa y expulsando la muestra en un recipiente de recogida de residuos.
3. Extraiga suficiente muestra en la jeringa para a lo menos una titulación.
4. Seque la parte exterior de la aguja con un paño libre de pelusa o tejidos.
5. Determinar la masa de la jeringa y la muestra.
6. Iniciar una titulación del modo de espera presionando la tecla de opción 'iniciar análisis'.
7. Inserte la aguja a través de la membrana en el puerto de la muestra. Empuje la jeringa a través del tabique hasta que la punta de la aguja este aproximadamente 1 cm desde la superficie del solvente.
8. Constantemente dispense el contenido de la jeringa para asegurar que la muestra sea introducida directamente en el solvente y no salpicar o salpicaduras en la pared del electrodo recipiente de titulación o punta dispensadora.
9. Introduzca una pequeña cantidad de aire dentro de la celda en la jeringa para que no queden gotas de muestra en la punta de la aguja.
10. Retire la jeringa y la aguja desde el tabique teniendo cuidado de no tocar la aguja para el solvente u otros componentes de la celda interna.
11. Determinar la masa de la jeringa y la aguja.
12. Calcular la masa de la muestra en la celda de titulación (restar la masa de la jeringa luego de añadir la muestra de la masa de la jeringa antes de agregar la muestra).
13. Introduzca la masa calculada de la muestra en el HI 903.
14. Iniciar la titulación utilizando la tecla de opción 'iniciar análisis' desde la pantalla de agregar la muestra. Como se indicó anteriormente, cuando se agrega una muestra líquida con una aguja y una jeringa, es importante que la muestra sea introducida directamente dentro del solvente



La muestra que se deposita en los costados del vaso u otros componentes internos de la celda no puede ser titulada con el resto de la muestra.

Es igualmente importante que no queden gotas en la punta de la aguja. 'Gotas en suspensión' terminarán arriba en el fondo del septum. Esto conducirá a falsos resultados bajos para la determinación.

Muestras líquidas de alta viscosidad como la miel se pueden agregar a través de una jeringa sin aguja a través del puerto de la muestra siguiendo las etapas previamente descritas.

En algunos casos las muestras líquidas pueden requerir una de las etapas preparatorias adicionales indicadas en las secciones que siguen. Instrucciones de preparación de la muestra específica se incluyen con cada uno método estándar.

## **9.2.5 Técnicas de Preparación de la Muestra**

Mientras que muchas muestras se pueden introducir directamente en el vaso de titulación (ver sección 6.5 Adición de la Muestra), otros requieren medidas preparatorias. Es fundamental que las muestras no sean contaminadas con agua adicional o pierdan agua durante la fase de preparación.

Las etapas necesarias para las técnicas de preparación de muestra más comunes son descritas a continuación.

Para instrucciones detalladas de aplicación específica, consulte las instrucciones incluidas con métodos estándar aplicables.

El HI 903 proporciona opciones para el cálculo automático de muestras preparadas normalmente, mediante extracción externa y disolución externa.

### **9.2.5.1 Extracciones Internas**

La extracciones internas se llevan a cabo mediante la opción de tipo de muestra 'normal' en el 'menú de parámetros muestra'. Este tipo de preparación de la muestra es adecuado para las muestras sólidas que liberan su agua relativamente rápidamente (durante el tiempo de agitación del pre análisis) y exhiben una solubilidad limitada o nula o en solventes Karl Fischer. La extracción interna se debe utilizar preferentemente en técnicas de extracción externa debido a que el agua extraída es titulada inmediatamente, lo cual favorece la extracción completa por el principio de Le Chatlier.

A continuación se presenta un esquema del procedimiento general:

1. Agregar metanol o un solvente apropiado a la celda de titulación y pre-titular a secado.
2. Ajustar el tiempo de agitación del pre análisis lo suficientemente para completar la extracción. Los tiempos apropiados establecidos serán los de la muestra y solvente específico. Consulte un método estándar aplicable o experimento aumentando el tiempo de agitación del pre análisis y titulación de las muestras hasta que ya no aumente el contenido de agua resultante.
3. Reducir las muestras como a un fino de polvo como sea posible para asegurar que el agua de la muestra sea rápidamente extraída.
4. Añadir la muestra en el vaso de titulación usando el método de pesaje posterior.

### **9.2.5.2 Diluciones**

Es muy difícil agregar cantidades muy pequeñas precisas de muestra al recipiente de titulación. De modo de producir resultados precisos y reproducibles, las muestras que tengan mayor contenido de agua del 50%, por tanto, debe ser diluido con un solvente seco antes de ser introducido en el vaso de titulación.

Las diluciones se realizan utilizando la opción de tipo de muestra 'disolución externa'. El metanol anhidro es el solvente de elección para las diluciones de la muestra. Si la muestra contiene grasas o aceites luego una mezcla de metanol y cloroformo se puede utilizar para promover la solubilidad de la muestra.

Lo siguiente describe un procedimiento genérico de dilución:

1. Determinar la masa de un matraz seco equipado con un tapón de septum.
2. Transferir aproximadamente 1 g de muestra en el matraz y medir la masa del matraz y la muestra juntos.
3. Agregar 30 gramos de solvente de dilución en el matraz. Volver a cerrar herméticamente y mezclar el contenido del matraz.
4. Determinar el contenido de humedad del solvente seco utilizado como diluyente en una titulación separada.
5. Añadir la muestra diluida según las instrucciones para agregar muestras líquidas en esta sección.

### 9.2.5.3 Disolución Externa

Disoluciones externas se recomiendan para titulaciones que requieren una gran cantidad de muestra sólida soluble debido a la distribución no homogénea del agua o muy bajo contenido de agua. La disolución externa reduce el error típicamente asociado con la titulación de sólidos de bajo contenido de agua recogiendo el agua liberada por una gran cantidad de muestra sólida por medio de disolver en una cantidad de solvente relativamente pequeña. Luego se puede inyectar una pequeña porción del solvente en el recipiente de titulación.

La preparación de la muestra y la elección del solvente o mezcla de solventes es específico de la muestra. Consulte con un método estándar aplicable para detalles de procedimiento.

El HI 903 llevará a cabo los cálculos necesarios automáticamente cuando sea seleccionada la 'disolución externa' en el menú de tipo de muestra.

### 9.2.5.4 Extracción Externa

La extracción externa se recomienda para las muestras sólidas no solubles que liberan agua lentamente.

El HI 903 llevará a cabo los cálculos necesarios automáticamente cuando la 'extracción externa' sea seleccionada en el menú del tipo de muestra.

A continuación un esbozo de un procedimiento general:

1. Determinar la masa de un frasco de extracción o matraz equipado con un septum.
2. Agregue el solvente de extracción al frasco y determine la masa de la botella y el solvente. Con el fin de maximizar la eficacia de la extracción, el contenido de agua del solvente debe ser tan bajo como sea posible. Al elegir un solvente de extracción, se debe considerar cuidadosamente el límite de saturación del agua para un posible solvente.
3. Determinar el contenido de agua del solvente.
4. Determinar la masa del solvente restante en la botella de extracción.
5. Agregar una muestra finamente molida al solvente en la botella de extracción. La cantidad de muestra agregada debe ser suficientemente grande para que la cantidad de agua en la muestra sea mucho mayor que en el solvente antes de la extracción.

## METODOS OPTIMIZACION

---

6. Facilitar la extracción sacudiendo la solución o colocar en una placa de agitación o en un sonicador.
7. Permita que la parte no soluble de la muestra se asiente en la parte inferior de la botella de extracción.
8. Valorar una muestra de tamaño adecuado del sobrenadante (solvente por encima de la muestra sólida Asentada).

### 9.2.5.5 Homogenización

La homogenización es recomendada para muestras líquidas de fase no acuosa o mixta, así como sólidos con una distribución no homogénea de agua. El agua puede ser distribuida uniformemente a través de la muestra recogida por el uso de alta velocidad, mezcladores de alto cizallamiento llamados homogenizadores.

En muestras no acuosas de fase mixta (aceite y agua), el agua que tiende a migrar a la superficie de la solución de la muestra, se adhiere a las paredes interiores o se hunde hasta el fondo de la botella de muestra.

Esto es especialmente problemático cuando el muestreo se realiza a altas temperaturas y posteriormente la muestra se deja enfriar a temperatura ambiente antes del análisis.

Las muestras sólidas exhiben típicamente distribuciones de agua no homogénea y por lo tanto deben ser homogenizadas o completamente reducidas a polvo. El procedimiento para la homogenización depende de las características de la muestra específica.

La homogenización es especialmente apropiada para suspensiones y muestras semisólidas y es el único método que puede alterar las células de la planta y el tejido para liberar el agua dentro de las celdas. La homogenización típicamente es realizada externamente en un recipiente seco con la adición de un solvente adecuado, preferentemente metanol.

### 9.2.5.6 Calentado

El calentado de la muestra se utiliza para el análisis de muestras sólidas o líquidas que no pueden ser extraídas o interfieren con la reacción de Karl Fischer. Estos incluyen plásticos, minerales, productos petroquímicos que contienen aditivos y materias primas para productos farmacéuticos.

Las muestras son calentadas en un horno especial mientras que una corriente de secado de gas portador pasa a través de la cámara de la muestra o para muestras líquidas, la muestra en sí misma. El gas portador es introducido al recipiente de titulación.

La temperatura de calentado es específica de la muestra y se puede encontrar en métodos estándar aplicables.

Las temperaturas son elegidas para ser tan altas como sea posible sin descomponer la muestra, lo cual puede resultar en la contaminación del vaso de titulación.

### 9.3 Sistema de Reactivo Karl Fischer

Una gran variedad de reactivos Karl Fischer, existen en el mercado hoy en día, cada uno diseñado y formulado para matrices de muestra y condiciones de titulación específicas. Los sistemas de reactivos Karl Fischer constan de un solvente y un titulador. El solvente es el líquido que se agrega a la muestra en el vaso de reacción. El titulador es el líquido que contiene yodo bombeado en la celda durante la titulación.

#### 9.3.1 Clasificación Sistema de Reactivo

Los sistemas de reactivos son clasificados como componente de uno o dos componentes dependiendo si el dióxido de azufre y la base se incluyen en el titulador o con el solvente. En los sistemas de un solo componente, también conocido como compuestos, el titulador contiene todos los reactivos necesarios para realizar la titulación (yodo, dióxido de azufre y una base) disuelta en alcohol o éter. En un sistema de reactivos de dos componentes, el solvente contiene ya el dióxido de azufre y la base mientras el titulador es típicamente una solución de yodo y metanol.

##### 9.3.1.1 Sistema de Reactivos Un Componente

Los reactivos de un componente son menos estables que los sistemas de dos componentes, típicamente tienen sólo una vida útil de dos años, pero proporcionan varias ventajas significativas. La principal ventaja es que el titulador es proporcionar el dióxido de azufre y la base. El suministro constante de componentes de reacción desde el titulador permite un alto nivel de flexibilidad con respecto a la composición química del solvente y proporciona una capacidad casi ilimitada de solvente para agua. Los sistemas de solventes de un componente se pueden personalizar fácilmente, crear mezclas especialmente adaptadas a las características específicas de la muestra sin tener que preocuparse de niveles adecuados de dióxido de azufre y componentes del tampón. La mezclas de solventes comunes incluyen etanol, cloroformo, xileno, tolueno y alcoholes de cadena larga como el hexanol y decanol.

##### 9.3.1.2 Sistema de Reactivos Dos Componentes

Dos componentes reactivos tienen ventajas propias. Son más estables y tienen una vida útil más larga que los sistemas de un solo componente. El dióxido de azufre es premezclado en exceso con un solvente en base de alcohol, por lo tanto, los ésteres de sulfito reactivos necesarios están presentes en gran exceso antes del inicio de una titulación. Esto resulta en velocidades de titulación más alta y mayor precisión para bajos niveles de agua. Adicionalmente, teniendo la base presente en exceso en el solvente antes de la adición de la muestra se traduce en una mayor capacidad del tampón del solvente.

##### 9.3.1.3 Reactivos para Aldehídos y Quetonas

La adición de una muestra que contiene aldehídos o cetonas a un metanol de al solvente Karl Fischer provoca reacciones secundarias que afectan negativamente los resultados de la titulación. Cuando reaccionan los alcoholes con los grupos carbonilo de aldehídos y cetonas ellos forman acetales y cetales a través de una reacción que libera agua. La generación de agua durante una titulación falsa inflará los resultados del contenido de agua y podría conducir a la desaparición de los puntos finales.

Mientras que las cetonas son menos reactivas que los aldehídos, la reactividad de ambas especies es inversamente

## METODOS OPTIMIZACION

proporcional a las longitudes de cadena de carbonilo. También depende de la formación de acetales y cetales, el tipo de alcohol incluido en el solvente. Como la longitud de la cadena de alquilo del alcohol o grupo alquilo sustituido aumenta, la reactividad del alcohol hacia las cetonas y aldehídos disminuye (es decir, es el metanol es el más reactivo).

La formación de acetal o cetal puede prevenirse mediante el uso de reactivos libre de metanol especialmente producido para este propósito. Los reactivos para análisis de aldehídos y cetonas reemplazan el metanol con alcoholes más altos, éteres, alcanos halogenados o combinaciones similares.

### 9.3.2 Selección y Modificación de un Solvente

El solvente desempeña un papel importante en la titulación de Karl Fisher. Esta debe reaccionar con dióxido de azufre para formar la especie de sulfito de metilo reactiva, disolver la muestra y /o extraer agua y debe ayudar a prevenir reacciones secundarias que se produzcan. El solvente más común es el metanol.

Los co-solventes se pueden agregar para aumentar la solubilidad de la muestra en un componente de solventes, mientras como la mezcla contiene metanol de a lo menos 20-30%. En un sistema de dos componentes reactivos, pueden ser utilizados 50% de solvente para el sistema de dos componentes y 50% de co-solvente. Esto garantiza que exista suficiente dióxido de azufre y la base para que la reacción de Karl Fischer tome lugar.

En general, un solvente se debe seleccionar de acuerdo con la composición de la muestra: grasas, aceites e hidrocarburos de cadena larga han limitado la solubilidad en metanol. Se deben usar co-solventes de alcoholes de cadena larga (n-decanol) o cloroformo;

los carbohidratos y las proteínas tienen baja solubilidad en metanol, la formamida se puede utilizar como un co-solvente;

El análisis de ácidos o bases puede tomar el pH fuera del rango óptimo y puede ser requerido un tamponado adicional; se puede agregar un reactivo 'Tampón' comercial Karl Fischer o puede ser agregado extra imidazol para muestras de ácido y ácido salicílico se pueden agregar al solvente para muestras básicas;

Para análisis de cetonas o aldehídos, el metanol se puede reemplazar con reactivos especiales de "K" que contengan mezclas incluyendo 2-cloroetanol, cloroformo, etanol o 1-metoxi-2-propanol.

### 9.3.3 Estándares Agua

Estándares de agua son utilizados para estandarizar el titulador y para verificar el funcionamiento del titulador y técnica de análisis. Estándares de agua son parte integrante de las directrices FDA, ISO 9000, GMP y GLP para la determinación de agua.

El estándar de agua más comúnmente utilizados para la titulación volumétrica Karl Fisher es dihidrato del tartrato sodio. Disponible como un polvo altamente purificado, no higroscópico, el dihidrato del tartrato sodio tiene un contenido de agua estable de  $15.66 \pm 0.05$ . El compuesto es, sin embargo, con moderación soluble en metanol que requiere al menos de 3 minutos de agitación para la completa disolución.

Si se requiere alta precisión o trazabilidad NIST, estándares de agua en ampollas de vidrio sellado también están disponibles comercialmente. Aunque son más costosas, vienen las normas selladas pre-analizadas y certificadas por el fabricante y están disponibles en una amplia gama de concentraciones.

El analista experto también puede utilizar volúmenes muy pequeños de agua desionizada como estándar.

Debido a la naturaleza muy sensible al agua de una titulación Karl Fischer, sólo unos pocos miligramos de agua son necesarios para una estandarización o verificación del sistema típica. Por consiguiente es requerida una gran habilidad y atención en la determinación de la masa del agua introducida en el vaso de titulación de modo de lograr resultados muy precisos.

### 9.3.4 Estandarizando el Titulante

La estandarización del titulador o determinar el titulante, es una rutina y parte necesaria de análisis exactos de Karl Fischer. El titulador se debe estandarizar diariamente para mayor exactitud. La estandarización sirve para estandarizar la combinación de parámetros seleccionados como parte de un método particular y sirva como una verificación del sistema. Se recomienda que el titulador sea re-estandarizado si el método que se utilizará para un análisis es muy diferente de lo que se utilizó para estandarizar el titulador inicialmente. El titulador se puede estandarizar utilizando sal hidratada, los estándares de agua líquida o pequeñas cantidades de agua pura.

Un procedimiento general para la estandarización del titulador:

1. Configure el titulador de acuerdo con el manual de instrucciones. Asegúrese que el titulador esté configurado con los mismos reactivos, solventes, las condiciones de trabajo, temperatura y configuración del titulador para el análisis de las muestras posteriores.
2. Seleccione el método de estandarización correspondiente incluido con el HI 903.

Utilizando un estándar del dihidrato del tartrato de sodio:

3. El peso posterior entre 30 y 200 mg del estándar. Asegúrese que la sal tenga un alto estándar de calidad, que se ha almacenado correctamente y existe como un fino, de polvo libre de flujo.
4. Repita la estandarización al menos tres veces y actualice la concentración del titulador utilizando el valor del resultado promedio a través de la pantalla de estadísticas si la variabilidad entre las estandarizaciones es pequeño.

Utilizando un Preparado de Estándar de Agua Líquida (ampolla):

3. Rompa una ampolla de norma. Enjuague una jeringa con una pequeña porción de estándar.
4. Drene el remanente del estándar en la jeringa, pese y valore alrededor de un tercio del estándar en la jeringa.
5. Realice dos estandarizaciones más con el estándar en la jeringa.
6. Revise el conjunto de resultados en la pantalla de estadísticas de 'resultados promedio'. La concentración del titulador se debe actualizar con los resultados promedios siempre y cuando no exista una excesiva variabilidad entre los resultados de la estandarización.

Con los estándares de agua pura:

3. Drene aproximadamente 10  $\mu\text{L}$  de agua pura en una jeringa de cristal micro litros.
4. Introducir el estándar de agua por peso posterior utilizando una balanza analítica con una resolución de 0,01 mg. Debido al tamaño muy pequeño de la muestra, es importante seguir estrictamente el procedimiento para la adición de las muestras líquidas se indica previamente en la sección 'agregado de muestras líquidas'.

## METODOS OPTIMIZACION

---

5. Revisar el conjunto de resultados en la pantalla de estadísticas 'resultados promedio'. La concentración del titulador se debe actualizar con los resultados promedios siempre y cuando no exista una excesiva variabilidad entre los resultados de la estandarización.

**Apéndice 1. Contenidos**

**A1 ESPECIFICACIONES TECNICAS..... A1-3**





Rango	100 ppm a 100%
Resolución	1 ppm a (0.0001%)
Unidades Resultados	%, ppm, mg/g, µg/g, mg, µg, mg/mL, µg/mL, mg/pc, µg/pc
Tipo de Muestra	Líquida o Sólida

## Determinación

Acondic. Pre titulación	Automático
Corrección Dispersión Fondo	Automática o Valor Seleccionable por Usuario
Criterio Punto Final	Fijo persistencia mV, Detención dispersión relativa o Detención dispersión absoluta
Dosificación	Dinámica con pre dispensado opcional
Estadísticas Resultados	Media, Desviación Estándar

## Sistema Bureta Intercambiable Clip-Lock™

Bomba Dosificación	
Resolución	1/40000 del volumen de la bureta (0.125 µL por dosis)
Precisión	± 0.1% del volumen total de la bureta
Jeringa	5-mL de alta precisión con embolo PTFE
Válvula	impulsada por motor de 3-vías, material de contacto líquido PTFE
Tubos	PTFE con bloque liviano y aislación térmica
Dispensador	Punta Vidrio, anti difusor posición fija
Vaso de Titulación	Cónico con volumen de operación entre 50-150 mL
Sistema Manejo Solvente	sistema sellado, bomba de aire de diafragma integrada.

## Electrodo

Tipo	Electrodo polarización pasador doble de platino,
Conexión	BNC
Corriente de Polarización	1, 2, 5, 10, 15, 20, 30 o 40 µA
Rango Voltaje	2 mV a 1000 mV
Resolución Voltaje	0,1 mV
Precisión	± 0,1%

## Agitador

Tipo	Magnético, Regulado ópticamente, agitador digital
Velocidad	200- 2000 RPM
Resolución	100 RPM
Agitador Externo	4-pines mini Conexión DIN permite el control de un aparato agitador externo

## Dispositivos Periféricos

PC	Métodos de transferencia y reportes vía conexión USB al PC utilizando el software PC HI 900
----	---

## APENDICE 1

---

Flash Drive USB	Métodos y reportes pueden ser fácilmente transferidos Entre los dispositivos utilizando un Flash Drive USB. Fáciles Actualizaciones de Software.
Balanza Analítica Laboratorio	Puerto RS-232 para conectar cualquier balanza de laboratorio
Impresora	Puerto paralelo utilizado para conectar una impresora la cual permita imprimir desde el titulador
Monitor	El estado del instrumento y las titulaciones pueden ser vistas ampliadas en una gran pantalla utilizando un monitor externo VGA compatible
Teclado	El texto alfanumérico puede ser ingresado utilizando un teclado opcional PS/2
<b>Pantalla Grafica</b>	5.7" (320 x 240 Pixel) LCD Color
<b>Fuente de Poder</b>	HI 903-01: 115 VAC, 50-60 Hz HI 903-02: 230 VAC, 50-60 Hz
<b>Consumo Energía</b>	HI 903-01: 0,2 Amps HI 903-02: 0,1 Amps
<b>Fusibles</b>	2 fusibles intercambiables
<b>Idiomas</b>	Inglés, Portugués, Español
<b>Métodos Titulación</b>	Hasta 100 métodos (estándar y usuarios)
<b>Data Storage</b>	Hasta 100 reportes de titulación completa y reportes de tasa de desviación pueden ser almacenados
<b>Conformidad GLP</b>	Buenas Prácticas de Laboratorio y Almacenamiento e impresión Datos Instrumentación
<b>Material Caja</b>	Plástico ABS y acero
<b>Teclado</b>	Policarbonato
<b>Dimensiones</b>	Ancho x Profundidad x Altura = 390 x 350 x 380 mm (15.3" x 13.8" x 14.9")
<b>Peso</b>	Aproximado 10 kg (22 lbs.)
<b>Ambiente Operación</b>	10 a 40°C, hasta 95% humedad relativa
<b>Ambiente Almacenamiento</b>	-20 a 70°C, hasta 95% humedad relativa

---

## **Apéndice 2. Reactivos Recomendados**

<b>A2 REACTIVOS RECOMENDADOS .....</b>	<b>A2-3</b>
<b>A2.1 Titulantes .....</b>	<b>A2-3</b>
A2.1.1 1-Titulantes componentes .....	A 2 - 3
A2.1.2 2- Titulantes componentes.....	A 2 - 3
<b>A2.2 Solventes .....</b>	<b>A 2 - 3</b>
A2.2.1 1-Solventes componentes .....	A 2 - 3
A2.2.2 1- Solventes componentes.....	A 2 - 4
<b>A2.3 Estándares .....</b>	<b>A2-4</b>



**A2 REACTIVOS RECOMENDADOS**

**A2.1 Titulantes**

**A2.1.1 1-Titulantes componentes**

Sigma-Aldrich®	34805 HYDRANAL® Composite 5
	34806 HYDRANAL® Composite 2
	34816 HYDRANAL® Composite 5K
	34827 HYDRANAL® Composite 1
GFS Chemicals®	1600 WaterMark® Solución Individual Libre de Piridina, 5 mg/mL
	1601 WaterMark® Solución Individual Libre de Piridina, 2 mg/mL
J.T. Baker®	8890 HYDRA-POINT™ Comp 5
	8891 HYDRA-POINT™ Comp 2

**A2.1.2 2- Titulantes componentes**

Sigma-Aldrich®	34723 HYDRANAL® Titrant 2E
	34811 HYDRANAL® Titrant 2
GFS Chemicals®	1603 WaterMark® Estable, 2 mg/mL, No-higroscópica
	1604 WaterMark® Estable, 5 mg/mL, No-higroscópica
	1616 WaterMark® 5 mg/mL, en Metanol
	1970 WaterMark® Stable, 0.5 mg/mL, No-higroscópica
J.T. Baker®	8844 HYDRA-POINT™ Titulante 5
	8845 HYDRA-POINT™ Titulante 2

**A2.2 Solventes**

**A2.2.1 1- Solventes componentes**

Sigma-Aldrich®	34697 HYDRANAL® Solver (Crudo) Medio de Trabajo Oleoso
	34698 HYDRANAL® Medium Medio de Trabajo K
	34734 HYDRANAL® CompoSolver Medio de Trabajo E
	34738 HYDRANAL® KetoSolver Medio de Trabajo
	34741 HYDRANAL® Methanol Medio de Trabajo Seco
	34855 HYDRANAL® LipoSolver medio de Trabajo CM

### A2.2.2 2- Componentes Solventes

GFS Chemicals®	1609 WaterMark® Solvent, Libre de Metanol
	1610 WaterMark® Solvent, Proposito General
J.T. Baker®	8855 HYDRA-POINT™ Solvent G

### A2.3 Estándares

Sigma-Aldrich®	34803 HYDRANAL® Standard Dihidrato del Tartrato del Sodio
	34828 HYDRANAL® Water Standard 1.00
	34847 HYDRANAL® Water Standard 0.10
	34849 HYDRANAL® Water Standard 10.0
GFS Chemicals®	2302 KF Water Standard, 1.0 mg/g

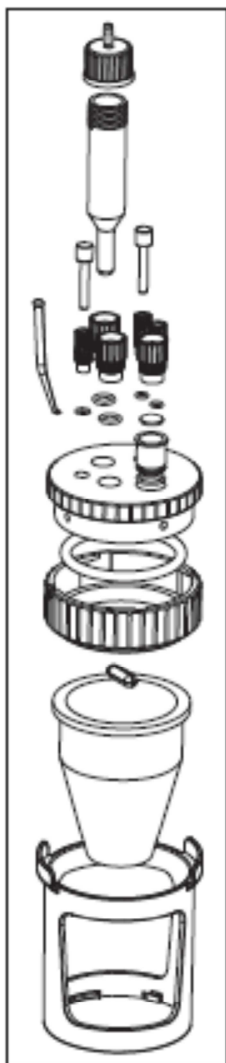
**Apéndice 3. Accesorios**

**A3 COMPONENTES TITULADOR..... A3-3**





**A3 COMPONENTES TITULADOR**



**HI900520**  
 Conjunto  
 Vaso precipitado



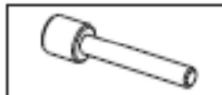
**HI900522**  
 Vaso para  
 HI 9003



Punta  
 dispensadora  
 2 piezas



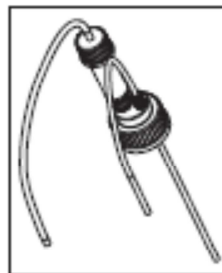
**HI900527**  
 Septum 5 pzas.



**HI900528**  
 Conectores puerto solventes  
 2 piezas



**HI900530**  
 Conjunto superior botella  
 titulante



**HI900531**  
 Conjunto superior botella  
 Solvente / desecho



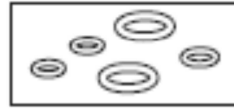
**HI900532**  
 Cartucho desecante para  
 Vaso o titulador

## APENDICE 3



**HI900533**

Cartucho desecante  
Para Solvente o  
Desecho



**HI900540**

Juego O'ring



**HI900570**

Tubo Aspirado



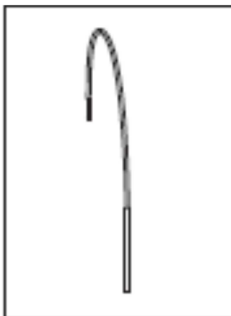
**HI900534**

Botella Desecho



**HI900580**

Tubos y Conectores  
Dispensado



**HI900535**

2 x Tubo para manejo  
Solvente/Desecho

**HI900536**

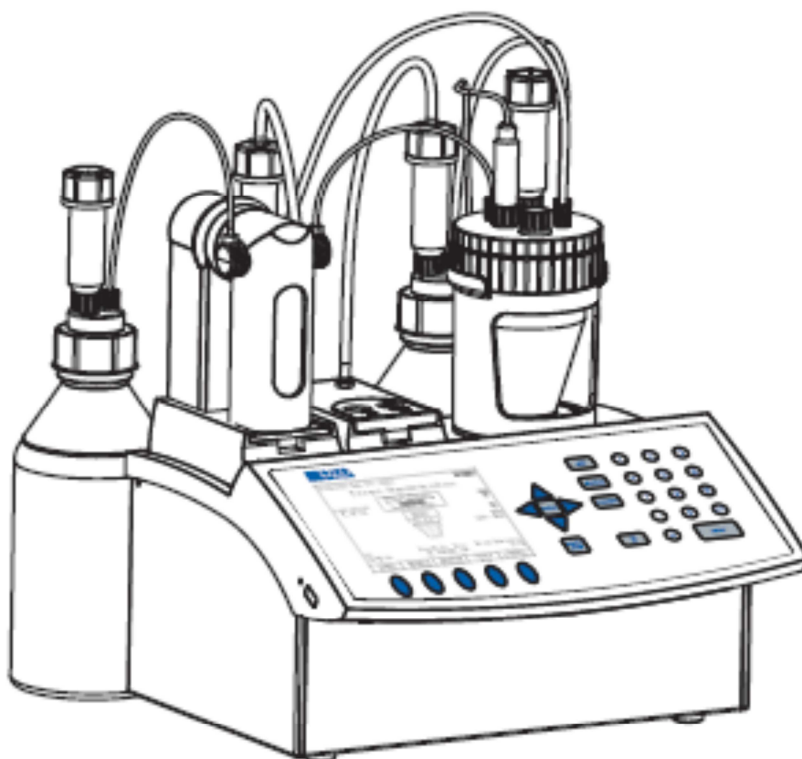
2 x Tubo para Bomba de Aire

MAN  
05

HI900550 Desecante, 250 g  
HI900810 Manual (Ingles) para HI 903  
HI900903U Aplicación PC Flash Drive USB  
HI900941 Llave de Calibración  
HI900942 Herramienta para Remoción Tapa Bureta  
HI900943 Fusibles, 1A (UL) x 2 piezas  
HI900944 Fusibles, 2A (UL) x 2 piezas

---

**FOLLETO APLICACIONES GENERALES**  
**HI 903**  
**TITULADOR VOLUMETRICO**  
**KARL FISCHER**  
Revisión 1.00





## 5.0 mg/mL Estandarización Titulante utilizando un Estándar de Agua Líquido

para titulante de un componente

Método para la estandarización de 5.0 mg/mL Un-Componente Titulador Karl Fischer utilizando un Estándar de Líquido de Agua. Los resultados se expresan en mg/mL.

Electrodo:

HI 76320 Reactivos para Electrodo de Doble Pin de Platino:

5 mg/mL Titulador Volumétrico Karl Fisher Un Componente

Estándar Agua Líquido 10 mg/g

Metanol Seco

Otros accesorios:

Una jeringa de 3 mL limpia y seca

Una aguja de penetración limpia y seca calibre 22, 6 " septum sin núcleo

Botella solvente hilo-GL 45

Procedimiento:

Configure el titulador de acuerdo con el manual de instrucciones.

Presione "Seleccionar Método" en la pantalla principal. Utilice las teclas de dirección para destacar "HI8001EN Stdz 5mg/mL w Agua Std. " y presione "Seleccionar".

Instale una bureta 5 mL llena con 5 mg/mL Un-Componente Titulador Volumétrico Karl Fisher a ser estandarizado y verificar que no estén presentes burbujas de aire en la bureta o la tubería. Si es necesario purgue hasta que todo el aire sea completamente eliminado.

Conecte el conjunto superior de la botella solvente a la botella de metanol de acuerdo con el manual.

Prepare el vaso de titulación de acuerdo con el Manual. Dispense suficiente solvente de la botella solvente para llenar el recipiente hasta la línea de "min" (aproximadamente 50 mL).

Presione "Start/Stop (Inicio/Detención)" para pre-titular el solvente y la humedad del vaso de titulación. Permita que la tasa de dispersión de fondo se establezca antes de proceder a la siguiente etapa.

Llene la jeringa y la aguja con el estándar de agua.

Pese la jeringa, la aguja y el estándar del agua.

Presione "Start Analysis (Iniciar análisis)". Se le pedirá introducir el tamaño de la muestra.

Dispense 1.00 g (1 mL) de la norma en el vaso de titulación a través de la membrana con la aguja. Preste atención de no obtener cualquier muestra del electrodo o las paredes del vaso de precipitados. Si es necesario agite el vaso titulador con la mano.

Limpie la aguja de estándar residual por medio de tomar un pequeño volumen de aire desde el vaso de titulación.

Si se observa una "gota colgante" del estándar en el extremo de la aguja, sumerja el extremo de la aguja brevemente en el solvente.

Remueva la aguja desde el vaso de titulación y pese nuevamente la jeringa de modo de determinar la masa estándar agregada (por diferencia de las dos mediciones).

Utilice el teclado numérico para introducir el peso exacto y presione "Enter" para iniciar el análisis.

Al final de la titulación, es desplegada la pantalla "Resultados Estandarización". Los resultados son expresado en mg/mL.

### Parámetros Métodos:

Nombre: Stdz 5mg/mL w/ Std agua

Método Revisión: 1.0

Tipo: Titulante Estandarización

Cantidad Pre dispensada: 25 %

Tiempo de Agitación Pre-análisis: 5 Sec

Veloc. Agitación: 900 RPM

Tipo Barra Agitación: Media

Entrada Dispersión: Automática

Solvente: Metanol

Estándar: Líquido 10 mg/g

Tipo: Líquido por masa

Concentración Unidades: mg/g

Contenido de Agua: 10.0000 mg/g

Tamaño Estándar: 1.0000 g

Titulante: Compuesto 5

Tipo Titulante: Un Componente

Conc. Nominal Titulante.: 5.0000 mg/mL

Conc Titulador Est.: 5.0000 mg/mL

Fecha/Hora: Ene 1, 2011 12:00

Recordatorio Edad Titulante: 2d:00h:00m

Parámetros Control:

Modo Inicio: Normal

Modo Standby: Habilitado

Duración Standby: 720 minutos

Corriente Impuesta: 20 uA

Dosis Mínima: 0.500 uL

Dosis Máxima: 20.000 uL

Aumento Tiempo: 1 segundo

Valor Punto Final: 180.0 mV

Promedio Señal: 3 Lecturas

Tasa Flujo: 10.0 mL/min

Parámetros de Termino:

Duración Máxima: 1200 seg

Volumen Máximo Titulación: 10.0000 mL

Criterio Term.: Dispersión Relativa

Dispersión Relativa: 7.0 ug/min

### Cálculos:

Unidades titulante: mg/mL

Volumen consumido titulante: V (mL)

Unidades Resultados Finales: mg/mL

Concentración Estándar: 10.0000 mg/g

Masa Estándar: 1.0000 g

$$\text{mg/mL} = \frac{10.0000 \times 1.0000}{V}$$

## 5.0 mg/mL Estandarización Titulante utilizando un Estándar de Agua Líquido

para titulante de un componente

### Resultados:

Reporte Titulación

Nombre Método: Stdz 5mg/mL w/ water  
Std.

Hora y Fecha: 12:00 Ene 1, 2011

Tamaño Estándar: 1.0000 g

Conc Estándar: 10.0000 mg/g

Valor Dispersión: 5.4 ug/min

Volumen punto final: 2.0341 mL

Resultado: 4.9276 mg/mL

Duración Titulación: 4:19 [mm:ss]

Volumen Estimado Celda: 55.88 mL

Titulación a Compleción

Nombre Operador:

Firma Analista: \_\_\_\_\_



## 2.0 mg/mL Estandarización Titulante utilizando un Estándar de Agua Líquido

para titulante de un componente

### Descripción:

Método para la estandarización de 2.0 mg/mL mono componente titulador Karl Fischer utilizando un estándar líquido de agua. Los resultados se expresan en mg/mL.

Electrodo:

HI 76320 Electrodo Pasador de Platino Doble

Reactivos:

2 mg/mL Titulador Volumétrico Karl Fisher Un Componente

1.00 mg Estándar Líquido Agua

Metanol Seco

Otros accesorios:

Una jeringa limpia y seca de 3 mL

aguja de penetración septum sin núcleo calibre 22, 6 "

Botella Solvente Hilo GL 45

Procedimiento:

Configuración titulador de acuerdo con el manual de instrucciones.

Presione "Seleccionar Método" en la pantalla principal. Use las teclas de dirección para resaltar "HI8002EN Stdz 2mg/mL w agua STD. " y presionar "Seleccionar".

Instale una bureta de 5 mL llena con 2 mg/mL titulador KF para estandarizar y verificar que no haya burbujas de aire presentes en la bureta o la tubería. Si es necesario purgue hasta eliminar todo el aire completamente.

Conecte el conjunto superior de la botella solvente a la botella de metanol de acuerdo el manual.

Prepare el recipiente de titulación de acuerdo con el manual. Dispense suficiente solvente desde la botella de solvente para llenar el recipiente hasta la línea de "min" (aproximadamente 50 mL).

Presione "StartStop" para pre-titular el solvente y la humedad del vaso de titulación. Permita que la tasa de dispersión de fondo se estabilice antes de proceder a la siguiente etapa.

Llene la jeringa y la aguja con el estándar de agua.

Pese la jeringa, la aguja y el estándar del agua.

Presione "Iniciar análisis". Se le pedirá a introducir el tamaño de la muestra.

Dispense 2.00 g (aproximadamente 2 mL) del estándar en el recipiente de valoración a través de la membrana usando la aguja. Preste atención que no haya algo de muestra en las paredes del electrodo o vaso de precipitados. Si es necesario agite el recipiente de titulación con

Limpie la aguja de estándar residual absorbiendo un pequeño volumen de aire desde el recipiente de titulación. Si se observa una "gota colgante" del estándar en el extremo de la aguja, sumerja el extremo de la aguja brevemente en el solvente.

Remueva la aguja desde el vaso de titulación y pese nuevamente la jeringa con el fin de determinar la masa estándar agregada (por diferencia de las dos mediciones).

Utilice el teclado numérico para ingresar el peso exacto y presione "Enter" para iniciar el análisis.

Al final de la titulación de la normalización "Aparecerá la pantalla de resultado". Los resultados son expresado en mg/mL.

### Parámetros Métodos:

Nombre: Stdz 2mg/mL w/ Est. agua

Revisión Método: 1.0

Tipo: Estandarización Titulante

Cantidad Pre dispensada: 25 %

Tiempo Agitación Pre análisis: 5 Sec

Velocidad Agitación: 900 RPM

Tipo Barra Agitación: Media

Entrada Dispersión: Automática

Solvente: Metanol

Estándar: Líquido 1.0 mg/g

Tipo: Líquido por masa

Unidad Concentración: mg/g

Contenido de Agua: 1.0000 mg/g

Tamaño Estándar: 2.0000 g

Titulante: Compuesto 2

Tipo Titulante: Un Componente

Conc Titulante Nominal.: 2.0000 mg/mL

Conc. Titulante Est.: 2.0000 mg/mL

Fecha/Hora: Ene 1, 2011 12:00

Recordador Edad Titulante: 2d:00h:00m

Parámetros Control:

Modo Inicio: Normal

Modo Standby: Habilitado

Duración Standby: 720 minutos

Corriente impuesta: 20 uA

Dosis Mínima: 1.000 uL

Dosis Máxima: 20.000 uL

Aumento de Tiempo: 1 segundo

Valor Punto Final: 180.0 mV

Promedio Señal: 3 Lecturas

Tasa Flujo: 10.0 mL/min

Parámetros de Terminación:

Duración Máxima: 1200 sec

Volumen Máximo Titulante: 10.0000 mL

Criterio Term.: Dispersión relativa

Dispersión relativa: 7.0 ug/min

### Cálculos:

Unidades titulante: mg/mL

Volumen titulante consumido: V (mL)

Unidades Resultado Final: mg/mL

Concentración Estándar: 1.0000 mg/g

Masa Estándar: 2.0000 g

$$\text{mg/mL} = \frac{1.0000 \times 2.0000}{V}$$



## 2.0 mg/mL Estandarización Titulante utilizando un Estándar de Agua Liquido

para titulante de un componente

### Resultados:

Reporte de Titulación

Nombre de Método: Estand. 2mg/mL w/  
Est. de agua.

Hora & Fecha: 12:00 Jan 1, 2011

Tamaño Estándar: 2.0000 g

Conc. Estándar.: 1.0000 mg/g

Valor Dispersión: 5.0 ug/min

Volumen Punto final: 1.0605 mL

Resultado: 1.9103 mg/mL

Duración Titulación: 5:10 [mm:ss]

Volumen Estimado Celda: 60.11 mL

Titulación a Compleción

Nombre operador:

Firma analista: \_\_\_\_\_

# 1.0 mg/mL Estandarización Titulante utilizando un Estándar de Agua Líquido

para titulante de un componente

## Descripción:

Método para la estandarización de 1.0 mg/mL mono componente titulador Karl Fischer utilizando un estándar líquido de agua. Los resultados se expresan en mg/mL.

Electrodo:

HI 76320 Electrodo Pasador de Platino Doble

Reactivos:

1 mg/mL Titulador Volumétrico Karl Fisher Un Componente

1.00 mgg Estándar Líquido Agua

Metanol Seco

Otros accesorios:

Una jeringa limpia y seca de 3 mL

aguja de penetración septum sin núcleo calibre 22, 6 "

Botella Solvente Hilo GL 45

Procedimiento:

Configuración titulador de acuerdo con el manual de instrucciones.

Presione "Seleccionar Método" en la pantalla principal. Use las teclas de dirección para resaltar "HI8003EN Stdz 2mg/mL w agua STD. " y presionar "Seleccionar".

Instale una bureta de 5 mL llena con 1 mg/mL titulador KF para estandarizar y verificar que no haya burbujas de aire presentes en la bureta o la tubería. Si es necesario purgue hasta eliminar todo el aire completamente.

Conecte el conjunto superior de la botella solvente a la botella de metanol de acuerdo el manual.

Prepare el recipiente de titulación de acuerdo con el manual. Dispense suficiente solvente desde la botella de solvente para llenar el recipiente hasta la línea de "min" (aproximadamente 50 mL).

Presione "StartStop" para pre-titular el solvente y la humedad del vaso de titulación. Permita que la tasa de dispersión de fondo se establezca antes de proceder a la siguiente etapa.

Llene la jeringa y la aguja con el estándar de agua.

Pese la jeringa, la aguja y el estándar del agua.

Presione "Iniciar análisis". Se le pedirá a introducir el tamaño de la muestra.

Dispense 2.00 g (aproximadamente 2 mL) del estándar en el recipiente de valoración a través de la membrana usando la aguja. Preste atención que no haya algo de muestra en las paredes del electrodo o vaso de precipitados.

Si es necesario agite el recipiente de titulación con la mano.

Limpie la aguja de estándar residual absorbiendo un pequeño volumen de aire desde el recipiente de titulación. Si se observa una "gota colgante" del estándar en el extremo de la aguja, sumerja el extremo de la aguja brevemente en el solvente.

Remueva la aguja desde el vaso de titulación y pese nuevamente la jeringa con el fin de determinar la masa estándar agregada (por diferencia de las dos mediciones).

Utilice el teclado numérico para ingresar el peso exacto y presione "Enter" para iniciar el análisis.

Al final de la titulación de la normalización "Aparecerá la pantalla de resultado". Los resultados son expresado en mg/mL.

## Parámetros Metodos:

Nombre: Estand lmg/mL w/ Estand. agua

Método Revisión: 1.0

Tipo: Estandarización titulante

Cantidad Pre dispensada: 25 %

Tiempo Agitación Pre dispensado: 5 Seg

Velocidad Agitación: 900 RPM

Tipo Barra de Agitación: Media

Entrada Disperaión: Automática

Solvente: Metanol

Estándar: Líquido 1.0 mg/g

Tipo: Líquido por masa

Unidades Concentración: mg/g

Contenido de Agua: 1.0000 mg/g

Tamaño Estándar: 2.0000 g

Titulante: Compuesto 1

Tipo Titulante: Un Componente

Conc. Titulante nominal.: 1.0000 mg/mL

Conc. Titulante Estand.: 1.0000 mg/mL

Fecha/Hora: Jan 1, 2011 12:00

Recordatorio Edad Titulante: 2d:00h:00m

Parámetros Control:

Modo Inicio: Normal

Modo Standby: Habilitado

Duración Standby: 720 minutos

Corriente Impuesta: 20 uA

Dosis Mínima: 2.000 uL

Dosis Máxima: 40.000 uL

Aumento de Tiempo: 1 segundo

Valor Punto Final: 180.0 mV

Promedio Señal: 3 Lecturas

Tasa Flujo: 10.0 mL/min

Parámetros Término:

Duración Máxima: 1200 sec

Volumen máximo Titulante: 10.0000 mL

Criterio Termino: Dispersión Relativa

Dispersión Relativa: 7.0 ug/min

## Cálculos:

Unidades titulación: mg/mL

Volumen titulante consumido: V (mL)

Unidades Resultado Final: mg/mL

Concentración Estándar: 1.0000 mg/g

Masa Estándar: 2.0000 g

$$\text{mg/mL} = \frac{1.0000 \times 2.0000}{V}$$

# 1.0 mg/mL Estandarización Titulante utilizando un Estándar de Agua Líquido

para titulante de un componente

## Resultados:

Reporte de Titulación  
Nombre de Método: Estand. 1mg/mL w/  
Est. de agua.  
Hora & Fecha: 12:00 Ene 1, 2011  
Tamaño Estándar: 2.0000 g  
Conc. Estándar.: 1.0000 mg/g  
Valor Dispersión: 5.0 ug/min  
Volumen Punto final: 1.8732 mL  
Resultado: 1.0824 mg/mL  
Duración Titulación: 5:30 [mm:ss]  
Volumen Estimado Celda: 64.20 mL  
Titulación a Compleción  
Nombre operador:  
Firma analista: \_\_\_\_\_

## 5.0 mg/mL Estandarización Titulante utilizando Dihidrato Tartrato Disódico

para titulante de un componente

### Descripción:

Método para la estandarización de 5.0 mg/mL mono componente titulador Karl Fischer utilizando un estándar de Dihidrato de Tartrato Disodico. Los resultados se expresan en **mg/mL**.

### Electrodo:

HI 76320 Electrodo Pasador de Platino Doble Reactivos

### Reactivos:

5 mg/mL Titulador Volumétrico Karl Fisher Un Componente  
Dihidrato Tartrato Disódico, 15.66% H<sub>2</sub>O (w/w)  
Metanol Seco  
Formamida Seca

### Otros Accesorios:

Un vaso de peso limpio y seco  
Botella Solvente Hilo GL 45

### Procedimiento:

Configure el titulador de acuerdo con el manual de instrucciones.

Presione "Seleccionar método" en la pantalla principal. Use las teclas de dirección para destacar "HI8011EN Stdz 5mg/mL w Tartrato" y presione el botón "Select".

Instale una bureta 5 mL llena con 5 mg/mL Titulante Un - componente KF a ser estandarizado y verifique que no haya burbujas de aire presentes en la bureta o la tubería. Si es necesario purgue hasta que todo el aire sea eliminado completamente.

Conecte el conjunto superior de la botella solvente a la botella de metanol de acuerdo con el manual.

Prepare a lo menos 200 mL de solvente metanol seco de 2 piezas y 2 piezas formamida seco en una botella de solvente.

Fije el conjunto superior de la botella solvente a la botella de acuerdo con el manual de instrucciones.

Prepare el vaso de titulación de acuerdo con el Manual. Dispense suficiente solvente de la botella solvente para llenar el recipiente a la línea de "min" (aproximadamente 50 mL).

Presione "StartStop" para pre-titular el solvente y la humedad del vaso de titulación. Permita que la tasa de dispersión de fondo se estabilice antes de proceder a la siguiente etapa.

Llene la jeringa y la aguja con el estándar de agua.

Agregue 0.050 g a 0.100 g de estándar tartrato a un vaso de pesaje.

Pese el vaso de pesaje y el estándar tartrato.

Presione "Iniciar análisis". Se le pedirá ingresar el tamaño de la muestra.

Retire rápidamente el conector del puerto de la muestra del conjunto del vaso, vierta el tartrato en el vaso de titulación y reemplace el conector del puerto de la muestra.

Preste atención no haya algo de muestra en las paredes del electrodo o vaso de precipitados. Si es necesario agite el vaso de titulación con la mano.

Pesar el vaso de pesaje nuevamente con el fin de determinar la masa estándar agregada (por diferencia de las dos mediciones). Utilice el teclado numérico para ingresar el peso exacto y presione "Enter" para iniciar el análisis.

Al final de la titulación de la normalización "Aparecerá la pantalla de resultado". Los resultados son expresado en **mg/mL**.

### Parámetros Metodos:

Nombre: Estand. 5mg/mL w/ Tartrato  
Método Revisión: 1.0  
Tipo: Estandarización Titulante  
Cantidad Pre dispensado: 15 %  
Tiempo Agitación Pre análisis: 30 Seg  
Velocidad Agitación: 900 RPM  
Tipo Barra Agitación: Media  
Entrada Dispersión: Automática  
Solvente: MeOH Form. 2:1  
Estándar: Tartrato Sodio  
Tipo: Solido por masa  
Unidad Concentración: %  
Contenido de Agua: 15.66 %  
Tamaño Estándar: 0.1000 g  
Titulante: Compuesto 5  
Tipo Titulante: Un Componente  
Conc. Titulante Nominal: 5.0000 mg/mL  
Conc. Titulante Estándar: 5.0000 mg/mL  
Fecha/Hora: Jan 1, 2011 12:00  
Recordatorio Edad Titulante: 2d:00h:00m  
Parámetros de Control:  
Modo inicio: Normal  
Modo Standby: Habilitado  
Duración Standby: 720 minutos  
Corriente impuesta: 20 uA  
Dosis Mínima: 2.000 uL  
Dosis máxima: 40.000 uL  
Aumento de tiempo: 1 segundo  
Valor Punto final: 180.0 mV  
Promedio de señal: 3 lecturas  
Tasa de Flujo: 10.0 mL/min  
Parámetros de Termino:  
Duración Máxima: 1200 sec  
Volumen Titulante Máximo: 10.0000 mL  
Criterio de Termino: Dispersión Relativa  
Dispersión Relativa: 7.0 ug/min

### Cálculos:

Unidades titulante: mg/mL  
Volumen titulante consumido: V (mL)  
Unidades resultado final: mg/mL  
Concentración Estándar: 15.66 %  
Masa Estándar: 0.1000 g

$$\text{mg/mL} = \frac{0.1000 \times 0.1566 \times 1000}{V}$$

## 5.0 mg/mL Estandarización Titulante utilizando Dihidrato Tartrato Disódico

para titulante de un componente

### Resultados:

Reporte de Titulación

Nombre de Método: Estand. 5mg/mL w/  
tartrato

Hora & Fecha: 12:00 Ene 1, 2011

Tamaño Estándar: 0.1000 g

Conc. Estándar.: 15.66%

Valor Dispersión: 4.0 ug/min

Volumen Punto final: 3.1185 mL

Resultado: 5.0329 mg/mL

Duración Titulación: 8:48 [mm:ss]

Volumen Estimado Celda: 69.26 mL

Titulación a Compleción

Nombre operador:

Firma analista: \_\_\_\_\_

## Determinación Humedad en Crema de Leche

### Descripción:

Método para la detección de humedad en crema de leche. Los resultados son expresados en % de masa y deben estar entre 70 y 80 %.

### Electrodo:

HI 76320 Electrodo Pasador de Platino Doble

### Reactivos:

5 mg/mL Titulador Volumétrico Karl Fisher Un Componente

Metanol seco

Cloroformo seco

Formamida seca

### Otros Accesorios:

Jeringa limpia y seca de 1 mL

aguja de penetración septum sin núcleo calibre 22, 6 "

Botella Solvente Hilo GL 45

Procedimiento:

Configuración titulador de acuerdo con el manual de instrucciones.

Presione "Seleccionar Método" en la pantalla principal. Use las teclas de dirección para resaltar HI8101EN Humedad en Crema de Leche y presionar "Seleccionar".

Instale una bureta de 5 mL llena con 1 mg/mL titulador KF para estandarizar y verificar que no haya burbujas de aire presentes en la bureta o la tubería. Si es necesario purgue hasta eliminar todo el aire completamente.

Para la determinación de la concentración exacta del titulante, continúe **HI8001EN 5.0 mg/mL Estandarización Titulante utilizando Estándar Líquido de Agua.**

Prepare a lo menos 200 mL de solvente agregando 2 partes de cloroformo seco, 2 partes metanol seco, y 1 parte de formamida seca en una botella de solvente. Presione "StartStop" para pre-titular el solvente y la humedad del vaso de titulación. Permita que la tasa de dispersión de fondo se estabilice antes de proceder a la siguiente etapa.

Llene la jeringa y la aguja con el estándar de agua.

Pese la jeringa, la aguja y el estándar del agua.

Presione "Iniciar análisis". Se le pedirá a introducir el tamaño de la muestra

Conecte el conjunto superior de la botella solvente a la botella de metanol de acuerdo el manual.

Prepare el recipiente de titulación de acuerdo con el manual. Dispense suficiente solvente desde la botella de solvente para llenar el recipiente hasta la línea de "min" (aproximadamente 50 mL).

Dispense 0.0200 g a 0.0250 g de crema de leche dentro del vaso de titulación a través del septum utilizando la aguja.

Preste atención que no haya algo de muestra en las paredes del electrodo o vaso de precipitados.

Si es necesario agite el recipiente de titulación con la mano.

Limpie la aguja de estándar residual absorbiendo un pequeño volumen de aire desde el recipiente de titulación. Si se observa una "gota colgante" del estándar en el extremo de la aguja, sumerja el extremo de la aguja brevemente en el solvente.

Remueva la aguja desde el vaso de titulación y pese nuevamente la jeringa con el fin de determinar la masa estándar agregada (por diferencia de las dos mediciones).

Utilice el teclado numérico para ingresar el peso exacto y presione "Enter" para iniciar el análisis.

Al final de la titulación de la normalización"

Aparecerá la pantalla de resultado". Los resultados son expresados en % de masa de agua.

### Parámetros Metodos:

Nombre: Humedad en Crema de Leche

Revisión Método: 1.0

Tipo: Análisis muestra

Cantidad Pre dispensada: 30 %

Tiempo de Agitación Pre análisis: 30 Seg

Velocidad agitador: 900 RPM

Tipo Barra agitación: Media

Entrada Dispersión: Automática

Solvente: Solvente crema

Parámetros muestra:

Determ. muestra: Normal

Nombre muestra: Crema de leche

Tipo de muestra: Masa

Tamaño de muestra: 0.0250 g

Titulante: Compuesto 5

Tipo titulante: Un Componente

Conc. Titulante nominal: 5.0000 mg/mL

Conc. Titulante Estand: 5.0000 mg/mL

Fecha/Hora: Ene 01, 2011 12:00

Recordatorio Edad Titulante: 2d:00h:00m

Parámetros de control:

Modo de inicio: Normal

Modo Standby: Habilitado

Duración Standby: 720 minutes

Corriente impuesta: 20 uA

Dosis mínima: 0.500 uL

Dosis máxima: 30.000 uL

Aumento de tiempo: 1 segundo

Valor Punto final: 180.0 mV

Promedio de señal: 3 Lecturas

Tasa de Flujo: 10.0 mL/min

Parámetros de término:

Duración Máxima: 900 sec

Volumen Titulante máximo: 10.0000 mL

Criterios de termino: Dispersión relativa

Dispersión relativa: 15.0 ug/min

Unidades resultado: %

### Cálculos:

Unidades titulante: mg/mL

Volumen consumido titulante: V (mL)

Unidades resultado final: % Mass

Concentración titulante: 5.0000 mg/mL

Masa muestra: 0.0250 g

$$\% \text{ Mass} = \frac{V \times 5.0000}{0.0250 \times 10}$$

## Determinación Humedad en Crema de leche

### Resultados:

Reporte de Titulación  
Nombre de Método: Humedad en crema de  
leche  
Hora & Fecha: 12:00 Ene 1, 2011  
Tamaño Muestra: 0.0241 g  
Conc. Titulante Estándar.: 5.0000 mg/mL  
Valor Dispersión: 4.7 ug/min  
Volumen Punto final: 3.4567 mL  
Resultado: 71.5481%  
Duración Titulación: 8:36 [mm:ss]  
Volumen Estimado Celda: 65.72 mL  
Titulación a Compleción  
Nombre operador:  
Firma analista: \_\_\_\_\_

## Determinación Humedad en Leche

### Descripción:

Método para la determinación de humedad en leche.

Los resultados son expresados en % de masa y debe estar entre 80 y 95 %.

### Electrodo:

HI 76320 Electrodo Pasador de Platino Doble

### Reactivos:

5 mg/mL Titulador Volumétrico Karl Fisher Un Componente

Metanol seco

### Otros Accesorios:

Una jeringa limpia y seca de 3 mL

aguja de penetración septum sin núcleo calibre 22, 6 "

Botella Solvente Hilo GL 45

### Procedimiento:

Configuración titulador de acuerdo con el manual de instrucciones.

Presione "Seleccionar Método" en la pantalla principal. Use las teclas de dirección para resaltar „HI8102EN Humedad en Leche“ y presione "Select".

Instale una bureta de 5 mL llena con 1 mg/mL titulador KF para estandarizar y verificar que no haya burbujas de aire presentes en la bureta o la tubería. Si es necesario purgue hasta eliminar todo el aire completamente.

Para la determinación de la concentración exacta del titulador siga **HI8001EN 5.0 mg/mL**

### Estandarización Titulante utilizando Estándar Líquido de Agua.

Conecte el conjunto superior de la botella solvente a la botella de metanol de acuerdo el manual.

Prepare el recipiente de titulación de acuerdo con el manual. Dispense suficiente solvente desde la botella de solvente para llenar el recipiente hasta la línea de "min" (aproximadamente 50 mL).

Presione "StartStop" para pre-titular el solvente y la humedad del vaso de titulación. Permita que la tasa de dispersión de fondo se establezca antes de proceder a la siguiente etapa.

Llene la jeringa y la aguja con el estándar de agua.

Pese la jeringa, la aguja y el estándar del agua.

Presione "Iniciar análisis". Se le pedirá a introducir el tamaño de la muestra.

Dispense 0.0150 g a 0.0200 g de leche dentro del vaso de titulación a través del septum utilizando la aguja. Preste atención que no haya algo de muestra en las paredes del electrodo o vaso de precipitados. Si es necesario agite el recipiente de titulación con la mano.

Limpie la aguja de estándar residual absorbiendo un pequeño volumen de aire desde el vaso de titulación.

Si se observa una "gota colgante" del estándar en el extremo de la aguja, sumerja el extremo de la aguja brevemente en el solvente.

Remueva la aguja desde el vaso de titulación y pese nuevamente la jeringa con el fin de determinar la masa estándar agregada (por diferencia de las dos mediciones).

Utilice el teclado numérico para ingresar el peso exacto y presione "Enter" para iniciar el análisis.

Al final de la titulación de la normalización

Aparecerá la pantalla de resultado". Los resultados son expresados en % de masa de agua.

### Parámetros Método:

Nombre: Humedad en leche

Revisión Método: 1.0

Tipo: Análisis muestra

Cantidad Pre dispensada: 30 %

Tiempo agitación pre análisis: 15 Seg

Velocidad agitación: 900 RPM

Tipo barra agitación: Media

Entrada Dispersión: Automática

Solvente: Metanol

Parámetros Muestra:

Determ.muestra: Normal

Nombre muestra: Leche

Tipo muestra: Masa

Tamaño muestra: 0.0200 g

Titulante: Compuesto 5

Tipo titulante: Un Componente

Conc. Titulante Nominal: 5.0000 mg/mL

Conc. Titulante Estándar: 5.0000 mg/mL

Fecha/Hora: Ene 1, 2011 12:00

Recordatorio edad titulante: 2d:00h:00m

Parámetros de control:

Modo de Inicio: Normal

Modo Standby: Habilitado

Duración Standby: 720 minutos

Corriente impuesta: 20 uA

Dosis mínima: 0.5000 uL

Dosis máxima: 40.0000 uL

Aumento de tiempo: 1 segundo

Valor Punto final: 180.0 mV

Promedio de señal: 3 Lecturas

Tasa de flujo: 10.0 mL/min

Parámetros Término:

Duración máxima: 900 sec

Volumen máximo de titulante: 10.0000 mL

Criterio de término: Dispersión relativa

Dispersión relativa: 15.0 ug/min

Unidades resultado: %

### Cálculos:

Unidades titulantes: mg/mL

Volumen consumido titulante: V (mL)

Unidades resultado final: % Masa

Concentración titulante: 5.0000 mg/mL

Masa muestra: 0.0200 g



## Determinación Humedad en Leche

### Resultados:

Reporte de Titulación  
Nombre de Método: Humedad en Leche  
Hora & Fecha: 12:00 Ene 1, 2011  
Tamaño Muestra: 0.0188 g  
Conc. Titulante Estándar.: 5.0000 mg/mL  
Valor Dispersión: 4.5 ug/min  
Volumen Punto final: 3.2614 mL  
Resultado: 86.5886%  
Duración Titulación: 6:18 [mm:ss]  
Volumen Estimado Celda: 60.03 mL  
Titulación a Compleción  
Nombre operador:  
Firma analista: \_\_\_\_\_



## Determinación Humedad en Miel

### Descripción:

Método para la determinación de la humedad en la miel.

Los resultados son expresados en % de masa y deben estar entre 15 y 20 %.

### Electrodo:

HI 76320 Electrodo Pasador de Platino Doble

### Reactivos:

5 mg/mL Titulador Volumétrico Karl Fisher Un Componente

Metanol Seco

### Otros Accesorios:

Una jeringa limpia y seca de mL (sin aguja)

Botella Solvente Hilo GL 45

### Procedimiento:

Configuración titulador de acuerdo con el manual de instrucciones.

Presione "Seleccionar Método" en la pantalla principal. Use las teclas de dirección para resaltar HI8103EN Humedad en Miel" y presione "Seleccionar".

Instale una bureta de 5 mL llena con 1 mg/mL titulador KF para estandarizar y verificar que no haya burbujas de aire presentes en la bureta o la tubería. Si es necesario purgue hasta eliminar todo el aire completamente.

Para la determinación de la concentración exacta del titulador siga **HI8001EN 5.0 mg/mL Estandarización Titulante utilizando Estándar Líquido de Agua.**

Conecte el conjunto superior de la botella solvente a la botella de metanol de acuerdo el manual.

Prepare el recipiente de titulación de acuerdo con el manual. Dispense suficiente solvente desde la botella de solvente para llenar el recipiente hasta la línea de "min" (aproximadamente 50 mL).

Presione "StartStop" para pre-titular el solvente y la humedad del vaso de titulación. Permita que la tasa de dispersión de fondo se establezca antes de proceder a la siguiente etapa.

Llene la jeringa y la aguja con el estándar de agua.

Pese la jeringa, la aguja y el estándar del agua.

Presione "Iniciar análisis". Se le pedirá introducir el tamaño de la muestra.

Remueva el tapón del puerto de muestra y dispense 0.0500 g a g 0.1000 de miel (alrededor de 2-3 pequeñas gotas) en el vaso de titulación a través del puerto de muestra. Vuelva a conectar la tapa del puerto de la muestra tan pronto como sea posible para evitar que penetre la humedad al vaso de precipitados de titulación. Preste atención que no haya algo de muestra en las paredes del electrodo o vaso de precipitados. Si es necesario agite el recipiente de titulación con la mano.

Pese nuevamente la jeringa con el fin de determinar la masa de la muestra agregada (por la diferencia de las dos mediciones).

Utilice el teclado numérico para introducir el peso

Al final de la titulación el "Resultado análisis de la muestra" aparecerá en la pantalla. Los resultados son expresados en % de masa de agua.

### Parámetros Métodos:

Nombre: Humedad en Miel

Revisión Método: 1.0

Tipo: Análisis de muestra

Cantidad pre dispensada: Ninguna

Tiempo agitación pre análisis: 60 Seg

Velocidad agitación: 900 RPM

Tipo Barra agitación: Media

Entrada dispersión: Automática

Solvente: Metanol

Parámetros muestra:

Determ.Muestra: Normal

Nombre muestra: Miel

Tipo muestra: Masa

Tamaño muestra: 0.1000 g

Titulante: Compuesto 5

Tipo titulante: Un Componente

Conc. Titulante Nominal: 5.0000 mg/mL

Conc.Titulante Estand: 5.0000 mg/mL

Fecha/Hora: Ene 1, 2011 12:00

Recordatorio edad titulante: 2d:00h:00m

Parámetros de control:

Modo inicio: Normal

Duración Modo Standby: 720 minutos

Corriente impuesta: 20 uA

Dosis mínima: 0.5000 uL

Dosis máxima: 20.0000 uL

Aumento de tiempo: 1 segundo

Valor Punto final: 180.0 mV

Promedio señal: 3 Lecturas

Tasa de Flujo: 10.0 mL/min

Parámetros de Termino:

Duración Máxima: 900 seg

Volumen Máximo Titulante: 10.0000 mL

Criterio de Termino: Dispersión relativa

Dispersión relativa: 10.0 ug/min

Unidad resultado: %

### Cálculos:

Unidades titulante: mg/mL

Volumen titulante consumido: V (mL)

Unidades Resultado Final: % Masa

Concentración titulante: 5.0000 mg/mL

Masa muestra: 0.1000 g

### Resultados:

Reporte Titulación

Nombre método: Humedad en miel

Hora y Fecha: 12:00 Ene 1, 2011

Tamaño muestra: 0.0916 g

Conc.Titulante Est: 5.0000 mg/mL

Valor dispersión: 3.8 ug/min

Volumen Punto final: 3.4523 mL

Resultado: 17.2345 %

Duración titulación: 7:06 [mm:ss]

Volumen estimado celda: 57.16 mL

Titulación a Compleción

Nombre operador:

Firma analista: \_\_\_\_\_



## Determinación humedad en superficie de Azúcar Flor

### Descripción:

Método para la determinación del contenido de humedad en la superficie de azúcar flor. Los resultados se expresan en **ppm** y deben estar entre 250 y 350 ppm.

### Electrodo:

HI 76320 Electrodo Pasador de Platino Doble

### Reactivos:

1 mg/mL Titulador Volumétrico Karl Fisher Un Componente

Metanol seco

Cloroformo seco

### Otros accesorios:

Un vaso de pesado seco y limpio

Botella Solvente Hilo GL 45

### Procedimiento:

Configure el titulador de acuerdo con el manual de instrucciones.

Presione "Seleccionar método" en la pantalla principal. Utilice las teclas de dirección para destacar "HI8104EN humedad superficial - Azúcar" y presione "Seleccionar".

Instale una bureta de 5 mL llena con 1 mg/mL Componente Titulador volumétrico KF y verifique que no estén presentes burbujas de aire en la bureta o la tubería.

Si es necesario purgue hasta que todo el aire sea completamente removido.

Para la determinación de la concentración exacta de la titulación siga **HI8003EN 1.0 mg/mL**

**Estandarización Titulador** utilizando estándar líquido de agua.

Prepare a lo menos 200 mL de solvente agregando 2 partes de cloroformo seco, 1 parte de metanol seco en una

botella solvente. Coloque la parte superior del conjunto de botella solvente

de acuerdo con el manual de instrucciones. Prepare el recipiente de titulación de acuerdo con el manual. Dispense suficiente solvente desde la botella de solvente para llenar el recipiente hasta la línea de "min" (aproximadamente 50 mL).

Presione "StartStop" para pre-titular el solvente y la humedad del vaso de titulación. Permita que la tasa de dispersión de fondo se establezca antes de proceder a la siguiente etapa.

Llene el vaso de peso con 7.5 a 10 g de muestra.

Pese el vaso de peso y la muestra.

Presione "Start Analysis". Se le preguntará por el tamaño de la muestra.

Remueva el tapón del puerto de muestra y utilice el vaso de peso para transferir la muestra sólida dentro del vaso de titulación. Vuelva a conectar la tapa del puerto de la muestra tan pronto como sea posible para evitar que penetre la humedad al vaso de precipitados de titulación. Preste atención que no haya algo de muestra en las paredes del electrodo o vaso de precipitados.

Si es necesario agite el recipiente de titulación con la mano.

Pese el vaso de peso con el fin de determinar la masa de la muestra agregada (por la diferencia de las dos mediciones).

Utilice el teclado numérico para introducir el peso exacto y presione "Enter" para iniciar el análisis.

Al final de la titulación aparecerá la pantalla "Resultados Análisis de la Muestra". Los resultados son expresados en ppm de agua. Utilice solvente fresco luego de cada 2 a 3 titulaciones.

### Parámetros Método:

Nombre: Humedad superficie Azúcar

Revisión método: 1.0

Tipo: Análisis muestra

Cantidad pre dispensada: Ninguna

Tiempo agitación pre análisis: 120 Seg

Velocidad agitación: 900 RPM

Tipo barra de agitación: Media

Entrada dispersión: Automática

Solvente: CHCl<sub>3</sub> MeOH 2:1

Parámetros muestra:

Determ.Muestra: Normal

Nombre muestra: Azucar

Tipo muestra: Masa

Tamaño muestra: 7.5000 g

Titulante: Compuesto 1

Tipo titulante: Un Componente

Conc.Titulante nominal: 1.0000 mg/mL

Conc.Titulante Est: 1.0000 mg/mL

Fecha/Hora: Ene 1, 2011 12:00

Recordatorio Edad Titulante: 2d:00h:00m

Parámetros de Control:

Modo inicio: Normal

Modo Standby: Habilitado

Duración Standby: 720 minutos

Corriente impuesta: 20 uA

Dosis mínima: 1.000 uL

Dosis máxima: 30.000 uL

Aumento de tiempo: 1 second

Valor Punto final: 180.0 mV

Promedio señal: 3 Lecturas

Tasa de Flujo: 10.0 mL/min

Parámetros de Termino:

Duración máxima: 900 seg

Volumen Máximo Titulante: 10.0000 mL

Criterio de Termino: Dispersión relativa

Dispersión relativa: 20.0 ug/min

Unidades resultado: ppm

### Cálculos:

Cálculos:

Unidades titulante: mg/mL

Volumen consumido titulante: V (mL)

Unidades resultados finales: ppm

Concentración titulante: 1.0000 mg/mL

Masa muestra: 7.5000 g

$$\text{ppm} = \frac{V \times 1.0000 \times 1000}{7.5000}$$

## Determinación humedad en superficie de Azúcar Flor

### Resultados:

Reporte de Titulación

Nombre de Método: Humedad superficie

Azúcar

Hora & Fecha: 12:00 Ene 1, 2011

Tamaño Muestra: 7.5231 g

Conc. Titulante Estándar.: 1.0000 mg/mL

Valor Dispersión: 5.7 ug/min

Volumen Punto final: 2.4292 mL

Resultado: 319 ppm

Duración Titulación: 4:42 [mm:ss]

Volumen Estimado Celda: 62.4 mL

Titulación a Compleción

Nombre operador:

Firma analista: \_\_\_\_\_

## Determinación Humedad en Aceite de Cocina

### Descripción:

Método para la determinación de la humedad en aceite de cocina. Los resultados son expresados en ppm y deben estar entre 200 y 800 ppm.

### Electrodo:

HI 76320 Electrodo Pasador de Platino Doble

### Reactivos:

1 mg/mL Titulador Volumétrico Karl Fisher Un Componente

Metanol seco

Cloroformo seco

### Otros Accesorios:

Una jeringa limpia y seca de 25-mL

Aguja de penetración septum sin núcleo calibre 18, 6 "

Botella Solvente Hilo GL 45

### Procedimiento:

Configuración titulador de acuerdo con el manual de instrucciones.

Presione "Seleccionar Método" en la pantalla principal. Use las teclas de dirección para resaltar HI8103EN Humedad en Aceite de Cocina" y presione "Seleccionar".

Instale una bureta de 5 mL llena con 1 mg/mL titulador KF para estandarizar y verificar que no haya burbujas de aire presentes en la bureta o la tubería. Si es necesario purgue hasta eliminar todo el aire completamente.

Para la determinación de la concentración exacta de la titulación siga HI8003EN 1.0 mg/mL Estandarización Titulador utilizando estándar líquido de agua.

Prepare a lo menos 200 mL de solvente agregando 1 parte de cloroformo seco, 1 parte de metanol seco en una

botella solvente. Fije la parte superior del conjunto botella solvente de la botella de acuerdo el manual de instrucciones. Prepare el vaso de titulación de acuerdo con el manual. Dispense el suficiente solvente desde la botella solvente para llenar el recipiente a la línea de "min" (aproximadamente 50 mL).

Presione "StartStop" para pre-titular el solvente y la humedad del vaso de titulación. Permita que la tasa de dispersión de fondo se estabilice antes de proceder a la siguiente etapa.

Llene la jeringa y la aguja con el estándar de agua.

Pese la jeringa, la aguja y el estándar del agua.

Presione "Iniciar análisis". Se le pedirá a introducir el tamaño de la muestra.

Dispense 3 g a 5 g de aceite de cocina dentro del vaso de titulación a través del septum y utilice la aguja. Preste atención que no haya algo de muestra en las paredes del electrodo o vaso de precipitados.

Si es necesario agite el recipiente de titulación con la mano.

Si se observa una "gota colgante" del estándar en el extremo de la aguja, sumerja el extremo de la aguja brevemente en el solvente.

Remueva la aguja desde el vaso de titulación y pese nuevamente la jeringa con el fin de determinar la masa estándar agregada (por diferencia de las dos mediciones).

Utilice el teclado numérico para ingresar el peso exacto y presione "Enter" para iniciar el análisis.

Al final de la titulación aparecerá la pantalla de "Resultado análisis muestra". Los resultados son expresados en ppm de agua.

Cambie el solvente cada 3 a 4 titulaciones o si ocurre una fase de separación.

### Parámetros Método:

Nombre: Humedad en Aceite de Cocina

Revisión Método: 1.0

Tipo: Análisis muestra

Cantidad pre dispensada: Ninguna

Tiempo agitado pre análisis: 15 Seg

Velocidad de agitación: 900 RPM

Tipo barra de agitación: Media

Entrada dispersión: Automática

Solvente: CHCl3 MeOH 1:1

Parámetros muestra:

Determ.muestra: Normal

Nombre de muestra: Aceite

Tipo de muestra: Masa

Tamaño muestra: 4.0000 g

Titulante: Compuesto 1

Tipo titulante: Un Componente

Conc.Titulante nominal: 1.0000 mg/mL

Conc.Titulante Est: 1.0000 mg/mL

Fecha/Hora: Ene 1, 2010 12:01

Recordatorio edad titulante: 2d:00h:00m

Parámetros control:

Modo inicio: Precaución

Modo Standby: Habilitado

Duración Standby: 720 minutos

Corriente impuesta: 20 uA

Dosis mínima: 1.000 uL

Dosis máxima: 30.000 uL

Aumento tiempo: 1 segundo

Valor Punto final: 180.0 mV

Promedio de señal: 3 Lecturas

Tasa de flujo: 10.0 mL/min

Parámetros de término:

Duración máxima: 900 sec

Volumen máximo titulante: 10.0000 mL

Criterio de término: Dispersión relativa

Dispersión relativa: 10.0 ug/min

Unidades resultado: ppm

### Cálculos:

Cálculos:

Unidades titulante: mg/mL

Volumen consumido titulante: V (mL)

Unidades resultados finales: ppm

Concentración titulante: 1.0000 mg/mL

Masa muestra: 4.0000 g

$$\text{ppm} = \frac{V \times 1.0000 \times 1000}{4.0000}$$

## Determinación Humedad en Aceite de Cocina

### Resultados:

Reporte de Titulación

Nombre de Método: Humedad en Aceite de cocina

Hora & Fecha: 12:00 Ene 1, 2011

Tamaño Muestra: 4.0296 g

Conc. Titulante Estándar.: 1.0000 mg/mL

Valor Dispersión: 3.4 ug/min

Volumen Punto final: 2.6808 mL

Resultado: 660 ppm

Duración Titulación: 6:30 [mm:ss]

Volumen Estimado Celda: 58.11 mL

Titulación a Compleción

Nombre operador:

Firma analista: \_\_\_\_\_

**Determinación Humedad en Mantequilla**

por disolución externa

**Descripción:**

Método para la determinación de humedad en mantequilla por disolución externa. Los resultados son expresados en % de masa y deben estar entre 15 y 20 %.

**Electrodo:**

HI 76320 Electrodo Pasador de Platino Doble

**Reactivos:**

5 mg/mL Titulador Volumétrico Karl Fisher Un Componente

Solvente para Titulación volumétrica KF

Metanol seco

Cloroformo seco

**Otros accesorios:**

Una jeringa limpia y seca de 1 mL

Aguja de penetración septum sin núcleo calibre 22, 6 "

Botella Solvente Hilo GL 45

100-mL botella de disolución con septum

Agitador magnético y barra de agitación

**Procedimiento Disolución Externa:**

Agregue a una botella de disolución externa con septum, una barra de agitación magnética. Pese la botella y registre este valor.

Agregue 15 g de metanol seco y 25 g de cloroformo seco a la botella y agite durante 15 a 20 minutos.

Determine el contenido de humedad de la mezcla solvente.

Para la determinación de la concentración exacta de la mezcla solvente, siga HI8301EN solvente w 5mg/mL 1-comp.

Ingrese la concentración de humedad del solvente presionando el método de opciones y, luego Parámetros de muestra y, a continuación, Concentración de solventes externos. Utilice el teclado numérico para introducir la concentración exacta. Presione Aceptar o Enter.

Pese la botella de disolución para determinar el peso del solvente restante (restando la masa de la botella vacía). Ingrese la masa exacta re ingresando los Parámetros de la muestra y seleccione Tamaño externo de solvente. Utilice el teclado numérico para ingresar la masa exacta. Presione Aceptar o Enter.

Agregue 2.0 a 4.0 g de mantequilla a la botella. Pese la botella para determinar la el peso exacto de la muestra disuelta. Ingrese la masa exacta reingresando los Parámetros de la Muestra y seleccione Tamaño Disuelto de la muestra. Utilice el teclado numérico para introducir la masa exacta. Presione Aceptar o Enter.

Para disolver la mantequilla, mezcle durante 20 a 30 minutos. La solución resultante se utilizará para determinar el contenido de agua.

Nota: Titule inmediatamente la solución.

**Procedimiento de Titulación:**

Configuración titulador de acuerdo con el manual de instrucciones.

Presione "Seleccionar Método" en la pantalla principal. Use las teclas de dirección para resaltar HI8103EN Humedad en Aceite de Cocina" y presione "Seleccionar".

Instale una bureta de 5 mL llena con 1 mg/mL titulador KF para estandarizar y verificar que no haya burbujas de aire presentes en la bureta o la tubería. Si es necesario purgue hasta eliminar todo el aire completamente.

Para la determinación de la concentración exacta de titulante siga **HI8001EN 5.0 mg/mL**

**Estandarización Titulante utilizando Estándar de Agua Líquido.**

Conecte el conjunto superior de la botella solvente a la botella de metanol de acuerdo el manual.

Prepare el vaso de titulación de acuerdo con el manual. Dispense suficiente solvente desde la botella de solvente para llenar el recipiente hasta la línea de "min" (aproximadamente 50 mL).

Presione "StartStop" para pre-titular el solvente y la humedad del vaso de titulación. Permita que la tasa de dispersión de fondo se establezca antes de proceder a la siguiente etapa.

Llene la jeringa y la aguja con el estándar de agua.

Pese la jeringa, la aguja y el estándar del agua.

Presione "Iniciar análisis". Se le pedirá a introducir el tamaño de la muestra.

Dispense 0.5000 g a 1.0000 g de solución de la muestra dentro del vaso de titulación a través del septum utilizando la aguja. Preste atención que no haya algo de muestra en las paredes del electrodo o vaso de precipitados. Si es necesario agite el recipiente de titulación con la mano.

Limpie la aguja de estándar residual absorbiendo un pequeño volumen de aire desde el recipiente de titulación. Si se observa una "gota colgante" del estándar en el extremo de la aguja, sumerja el extremo de la aguja brevemente en el solvente.

Remueva la aguja desde el vaso de titulación y pese nuevamente la jeringa con el fin de determinar la masa estándar agregada (por diferencia de las dos mediciones).

Utilice el teclado numérico para ingresar el peso exacto y presione "Enter" para iniciar el análisis.

Al final de la titulación de la normalización

Aparecerá la pantalla de resultado". Los resultados son expresados en % de masa de agua.

El uso de disolución externa aumenta la precisión y reduce drásticamente la carga del solvente, lo que le permite ejecutar más titulaciones sin cambiar el solvente. Utilice solvente de titulación fresco luego de cada 10-12 titulaciones.



## Determinación Humedad en Mantequilla

por disolución externa

**Parámetros Método:**

Nombre: Humedad en mantequilla  
 Revisión Método: 1.0  
 Tipo: Análisis muestra  
 Cantidad pre dispensada: Ninguna  
 Tiempo de agitación pre análisis: 10 Seg  
 Velocidad agitación: 900 RPM  
 Tipo barra agitación: Media  
 Entrada dispersión: Automática  
 Solvente: Metanol  
 Parámetros muestra:  
 Determ.muestra: Disolución externa  
 Nombre muestra: Mantequilla  
 Tamaño muestra: 0.7500 g  
 Tamaño solvente externo: 40.0000 g  
 Conc.solvente externo: 0.0100 %  
 Tamaño muestra extraída: 3.0000 g  
 Titulante: Compuesto 5  
 Tipo de titulante: Un Componente  
 Conc.titulante nominal: 5.0000 mg/mL  
 Conc.titulante estándar: 5.0000 mg/mL  
 Fecha/Hora: Ene 1, 2011 12:00  
 Recordatorio edad titulante: 2d:00h:00m  
 Parámetros Control:  
 Modo Inicio: Normal  
 Modo Standby: Habilitado  
 Duración Standby: 720 minutos  
 Corriente impuesta: 20 uA  
 Dosis Mínima: 0.5000 uL  
 Dosis Máxima: 40.0000 uL  
 Aumento de tiempo: 1 segundo  
 Valor Punto final: 180.0 mV  
 Promedio de señal: 3 lecturas  
 Tasa de flujo: 10.0 mL/min  
 Parámetros de termino:  
 Duración máxima: 720 sec  
 Volumen máximo titulante: 10.0000 mL  
 Criterio de termino: Dispersión relativa  
 Dispersión relativa: 15.0 ug/min  
 Unidad resultado: %

**Cálculos:**

Unidades titulante: mg/mL  
 Volumen titulante consumido: V (mL)  
 Unidades resultado final: % Masa  
 Concentración titulante: 5.0000 mg/mL  
 Tamaño solvente externo: 40.0000 g  
 Conc. solvente externo: 0.0100 %  
 Tamaño muestra externa: 3.0000 g  
 Masa muestra: 0.7500 g

$$\% \text{ Mass} = \frac{40.0000}{3.0000} \times \frac{\left( \frac{5.0000 \times V}{0.7500 \times 10} \right) - 0.0100}{100 - \left( \frac{5.0000 \times V}{0.7500 \times 10} \right)} \times 100$$

**Resultados:**

Reporte de Titulación  
 Nombre de Método: Humedad en Mantequilla  
 Hora & Fecha: 12:00 Ene 1, 2011  
 Tamaño Muestra: 0.7841 g  
 Conc. Titulante Estándar.: 5.0000 mg/mL  
 Valor Dispersión: 4.6 ug/min  
 Volumen Punto final: 2.4497 mL  
 Tamaño solvente externo: 38.4979 g  
 Conc.solvente externo: 0.0167 %  
 Tamaño muestra externa: 3.1222 g  
 Resultado: 19.3903 %  
 Duración Titulación: 6:54 [mm:ss]  
 Volumen Estimado Celda: 61.0 mL  
 Titulación a Compleción  
 Nombre operador:  
 Firma analista: \_\_\_\_\_



**Determinación Humedad en Margarina**

por disolución externa

**Descripción:**

Método para la determinación de humedad en Margarina por disolución externa. Los resultados se expresan en % de masa y entre 15 y 30 %.

**Electrodo:**

HI 76320 Electrodo Pasador de Platino Doble

**Reactivos:**

5 mg/mL Titulador Volumétrico Karl Fisher Un Componente

Solvente para titulación volumétrica KF

Metanol seco

Cloroformo seco

**Otros accesorios:**

Una jeringa limpia y seca de 1-mL

Aguja de penetración septum sin núcleo calibre 22, 6 "

Botella Solvente Hilo GL 45

100-mL botella de disolución con septum

Agitador magnético con barra de agitación

**Procedimiento Disolución Externa:**

A una botella de disolución externa con septum, agregar una barra de agitación magnética. Pese la botella y registre este valor.

Agregue 20 g de metanol seco y 20 g de cloroformo seco a la botella y agite durante 15 a 20 minutos.

Determine el contenido de humedad de la mezcla solvente.

Para la determinación de la concentración exacta de la mezcla solvente, siga HI8301EN solvente w 5mg/mL 1-comp.

Ingrese la concentración de humedad del solvente presionando el método de opciones y, luego Parámetros de muestra y, a continuación, Concentración de solventes externos.

Utilice el teclado numérico para introducir la concentración exacta. Presione Aceptar o Enter.

Pese la botella de disolución para determinar el peso del solvente restante (restando la masa de la botella vacía). Ingrese la masa exacta re ingresando los Parámetros de la muestra y seleccione Tamaño externo de solvente. Utilice el teclado numérico para ingresar la masa exacta. Presione Aceptar o Enter.

Agregue 2.0 a 4.0 g de mantequilla a la botella.

Pese la botella para determinar la el peso exacto de la muestra disuelta. Ingrese la masa exacta reingresando los Parámetros de la Muestra y seleccione Tamaño Disuelto de la muestra. Utilice el teclado numérico para introducir la masa exacta. Presione Aceptar o Enter. Para disolver la mantequilla, mezcle durante 20 a 30 minutos.

La solución resultante se utilizará para determinar el contenido de agua.

**Nota:** Titule inmediatamente la solución.

**Procedimiento de titulación:**

Configure el titulador de acuerdo con el manual de instrucción.

Presione "Seleccionar Método" en la pantalla principal. Use las teclas de dirección para resaltar HI8107EN Humedad en Aceite de Cocina" y presione "Seleccionar".

Instale una bureta de 5 mL llena con 1 mg/mL titulador KF para estandarizar y verificar que no haya burbujas de aire presentes en la bureta o la tubería. Si es necesario purgue hasta eliminar todo el aire completamente.

Para la determinación de la concentración exacta de titulante siga **HI8001EN 5.0 mg/mL**

**Estandarización Titulante utilizando Estándar de Agua Líquido.**

Conecte el conjunto superior de la botella solvente a la botella de metanol de acuerdo el manual.

Prepare el vaso de titulación de acuerdo con el manual. Dispense suficiente solvente desde la botella de solvente para llenar el recipiente hasta la línea de "min" (aproximadamente 50 mL).

Presione "StartStop" para pre-titular el solvente y la humedad del vaso de titulación. Permita que la tasa de dispersión de fondo se estabilice antes de proceder a la siguiente etapa.

Llene la jeringa y la aguja con el estándar de agua.

Pese la jeringa, la aguja y el estándar del agua.

Presione "Iniciar análisis". Se le pedirá a introducir el tamaño de la muestra.

Dispense 0.5000 g a 1.0000 g de solución de la muestra dentro del vaso de titulación a través del septum utilizando la aguja. Preste atención que no haya algo de muestra en las paredes del electrodo o vaso de precipitados. Si es necesario agite el recipiente de titulación con la mano.

Limpie la aguja de estándar residual absorbiendo un pequeño volumen de aire desde el recipiente de titulación. Si se observa una "gota colgante" del estándar en el extremo de la aguja, sumerja el extremo de la aguja brevemente en el solvente.

Remueva la aguja desde el vaso de titulación y pese nuevamente la jeringa con el fin de determinar la masa estándar agregada (por diferencia de las dos mediciones).

Utilice el teclado numérico para ingresar el peso exacto y presione "Enter" para iniciar el análisis.

Al final de la titulación de la normalización"

Aparecerá la pantalla de resultado". Los resultados son expresados en % de masa de agua.

El uso de disolución externa aumenta la precisión y reduce drásticamente la carga del solvente, lo que le permite ejecutar más titulaciones sin cambiar el solvente. Utilice solvente de titulación fresco luego de cada 10-12 titulaciones.

## Determinación Humedad en Margarina

por disolución externa

**Metodos Parámetros:**

Nombre: Humedad en margarina  
 Revisión método: 1.0  
 Tipo: Análisis muestra  
 Cantidad pre dispensado: Ninguna  
 Tiempo agitación pre dispensado: 10 Seg  
 Velocidad agitación: 900 RPM  
 Tipo barra agitación: Media  
 Entrada dispersión: Automática  
 Solvente: Metanol  
 Parámetros muestra:  
 Determ.muestra: Extracción externa  
 Nombre muestra: Margarina  
 Tamaño muestra: 0.7500 g  
 Tamaño solvente externo: 40.0000 g  
 Conc.solvente externo: 0.0100 %  
 Tamaño muestra extraída: 3.0000 g  
 Titulante: Compuesto 5  
 Tipo titulante: Un Componente  
 Conc.titulante nominal: 5.0000 mg/mL  
 Conc.titulante estándar: 5.0000 mg/mL  
 Fecha/Hora: Ene 1, 2011 12:00  
 Recordatorio edad titulante:  
 2d:00h:00m  
 Parámetros Control:  
 Modo Inicio: Normal  
 Modo Standby: Habilitado  
 Duración Standby: 720 minutos  
 Corriente impuesta: 20 uA  
 Dosis mínima: 1.0000 uL  
 Dosis máxima: 50.0000 uL  
 Tiempo aumentado: 1 segundo  
 Valor Punto final: 180.0 mV  
 Promedio de señal: 3 Lecturas  
 Tasa de flujo: 10.0 mL/min  
 Parámetros de termino:  
 Duración máxima: 720 sec  
 Volumen titulante máximo: 10.0000 mL  
 Criterio de termino: Dispersión relativa  
 Dispersión relativa: 15.0 ug/min  
 Unidad resultados: %

**Cálculos:**

Unidades titulante: mg/mL  
 Volumen titulante consumido: V (mL)  
 Unidad resultados finales: % Masa  
 Concentración titulante: 5.0000 mg/mL  
 Tamaño solvente externo: 40.0000 g  
 Conc.solvente externo: 0.0100 %  
 Tamaño muestra externa: 3.0000 g  
 Masa muestra: 0.7500 g

**Resultados:****Resultados:**

Reporte de Titulación  
 Nombre de Método: Humedad en Margarina  
 Hora & Fecha: 12:00 Ene 1, 2011  
 Tamaño Muestra: 0.7402 g  
 Conc. Titulante Estándar.: 5.0000 mg/mL  
 Valor Dispersión: 4.1 ug/min  
 Volumen Punto final: 3.1402 mL  
 Tamaño solvente externo: 39.9262 g  
 Conc.solvente externo: 0.0141 %  
 Tamaño muestra externa: 3.1118 g  
 Resultado: 27.6339 %  
 Duración Titulación: 5:30 [mm:ss]  
 Volumen Estimado Celda: 64.4 mL  
 Titulación a Compleción  
 Nombre operador:  
 Firma analista: \_\_\_\_\_

**Determinación Humedad en Margarina**

por disolución externa

**Parámetros Método:**

Nombre: Humedad en margarina  
 Revisión método: 1.0  
 Tipo: Análisis muestra  
 Cantidad pre dispensada: Ninguna  
 Tiempo agitación pre dispensado: 10 Seg  
 Velocidad de agitación: 900 RPM  
 Tipo barra agitación: Media  
 Entrada dispersión: Automática  
 Solvente: Metanol  
 Parámetros muestra:  
 Determ.muestra: Extracción externa  
 Nombre muestra: Margarina  
 Tamaño muestra: 0.7500 g  
 Tamaño solvente externo: 40.0000 g  
 Conc.solvente externo: 0.0100 %  
 Tamaño muestra extraída: 3.0000 g  
 Titulante: Compuesto 5  
 Tipo titulante: Un Componente  
 Conc.titulante nominal: 5.0000 mg/mL  
 Conc.titulante estándar: 5.0000 mg/mL  
 Fecha/Hora: Ene 1, 2011 12:00  
 Recordatorio edad titulante: 2d:00h:00m  
 Parámetros de control:  
 Modo inicio: Normal  
 Modo Standby: Habilitado  
 Duración Standby: 720 minutos  
 Corriente impuesta: 20 uA  
 Dosis mínima: 1.0000 uL  
 Dosis máxima: 50.0000 uL  
 Aumento de tiempo: 1 segundo  
 Valor Punto final: 180.0 mV  
 Promedio de señal: 3 Lecturas  
 Tasa de flujo: 10.0 mL/min  
 Parámetros de termino:  
 Duración máxima: 720 seg  
 Volumen máximo titulante: 10.0000 mL  
 Criterio de termino: Dispersión relativa  
 Dispersión relativa: 15.0 ug/min  
 Unidades resultados: %

**Cálculos:**

Unidades titulante: mg/mL  
 Volumen titulante consumido: V (mL)  
 Unidades resultado final: % Masa  
 Concentración titulante: 5.0000 mg/mL  
 Tamaño solvente externo: 40.0000 g  
 Conc.solvente externo: 0.0100 %  
 Tamaño muestra externa: 3.0000 g  
 Masa muestra: 0.7500 g

**Resultados:**

Reporte de Titulación  
 Nombre de Método: Humedad en Margarina  
 Hora & Fecha: 12:00 Ene 1, 2011  
 Tamaño Muestra: 0.7402 g  
 Conc. Titulante Estándar.: 5.0000 mg/mL  
 Valor Dispersión: 4.1 ug/min  
 Volumen Punto final: 3.1402 mL  
 Tamaño solvente externo: 39.9262 g  
 Conc.solvente externo: 0.0141 %  
 Tamaño muestra externa: 3.1118 g  
 Resultado: 27.6339 %  
 Duración Titulación: 5:30 [mm:ss]  
 Volumen Estimado Celda: 64.4 mL  
 Titulación a Compleción  
 Nombre operador:  
 Firma analista: \_\_\_\_\_



## Determinación Humedad en mayonesa

por extracción externa

### Descripción:

Método para la determinación de la humedad en Mayonesa por extracción externa. Los resultados son expresados en % de masa y deben estar entre 40 and 60 %.

### Electrodo:

HI 76320 Electrodo Pasador de Platino Doble

### Reactivos:

5 mg/mL Titulador Volumétrico Karl Fisher Un Componente

Solvente para Titulación Volumétrico KF

Metano seco

### Otros Accesorios:

Una jeringa limpia y seca de 1 mL

Aguja de penetración septum sin núcleo calibre 22, 6 "

Botella Solvente Hilo GL 45

Botella extracción con septum 100-mL

Agitador magnético y barra de agitación

### Procedimiento de extracción:

A una botella de disolución externa con septum, agregar una barra de agitación magnética. Pese la botella y registre este valor.

Agregar 40 g de metanol seco a la botella y agitar durante 5 minutos.

Determinar el contenido de humedad de la mezcla solvente. Para la determinación de la concentración exacta de la mezcla solvente, siga **HI8301EN solvente w 5mg/mL 1-comp.**

Ingrese la concentración de humedad del solvente presionando Opciones de Método y, luego Parámetros de la Muestra, luego Concentración de Solventes Externo.

Utilice el teclado numérico para introducir la concentración exacta. Presione Aceptar o Enter.

Pese la botella de disolución para determinar el peso del solvente restante (restando la masa de la botella vacía). Ingrese la masa exacta re ingresando los Parámetros de la muestra y seleccione Tamaño externo de solvente. Utilice el teclado numérico para ingresar la masa exacta. Presione Aceptar o Enter.

Agregue 0,8 a 1,2 g de mayonesa a la botella.

Pese la botella para determinar la el peso exacto de la muestra disuelta. Ingrese la masa exacta reingresando los Parámetros de la Muestra y seleccione Tamaño Disuelto de la muestra. Utilice el teclado numérico para introducir la masa exacta. Presione Aceptar o Enter.

Para disolver la mantequilla, mezcle durante 20 a 30 minutos.

El supernatante resultante se utilizará para determinar el contenido de agua.

**Nota:** Titule inmediatamente la solución.

### Procedimiento de titulación:

Configure el titulador de acuerdo con el manual de instrucción.

Presione "Seleccionar Método" en la pantalla principal. Use las teclas de dirección para resaltar HI8108EN Humedad en Mayonesa" y presione "Seleccionar".

Instale una bureta de 5 mL llena con 1 mg/mL titulador KF para estandarizar y verificar que no haya burbujas de aire presentes en la bureta o la tubería. Si es necesario purgue hasta eliminar todo el aire completamente.

Para la determinación de la concentración exacta de titulante siga **HI8001EN 5.0 mg/mL Estandarización Titulante utilizando Estándar de Agua Líquido.**

Conecte el conjunto superior de la botella solvente a la botella de metanol de acuerdo el manual.

Prepare el vaso de titulación de acuerdo con el manual. Dispense suficiente solvente desde la botella de solvente para llenar el recipiente hasta la línea de "min" (aproximadamente 50 mL).

Presione "StartStop" para pre-titular el solvente y la humedad del vaso de titulación. Permita que la tasa de dispersión de fondo se establezca antes de proceder a la siguiente etapa.

Llene la jeringa y la aguja con el estándar de agua.

Pese la jeringa, la aguja y el estándar del agua.

Presione "Iniciar análisis". Se le pedirá a introducir el tamaño de la muestra.

Dispense 0.5000 g a 1.0000 g de solución de la muestra dentro del vaso de titulación a través del septum utilizando la aguja. Preste atención que no haya algo de muestra en las paredes del electrodo o vaso de precipitados. Si es necesario agite el recipiente de titulación con la mano.

Limpie la aguja de estándar residual absorbiendo un pequeño volumen de aire desde el recipiente de titulación. Si se observa una "gota colgante" del estándar en el extremo de la aguja, sumerja el extremo de la aguja brevemente en el solvente.

Remueva la aguja desde el vaso de titulación y pese nuevamente la jeringa con el fin de determinar la masa estándar agregada (por diferencia de las dos mediciones).

Utilice el teclado numérico para ingresar el peso exacto y presione "Enter" para iniciar el análisis.

Al final de la titulación de la normalización"

Aparecerá la pantalla de resultado". Los resultados son expresados en % de masa de agua.

El uso de disolución externa aumenta la precisión y reduce drásticamente la carga del solvente, lo que le permite ejecutar más titulaciones sin cambiar el solvente. Utilice solvente de titulación fresco luego de cada 10-12 titulaciones.

**Determinación Humedad en Mayonesa**

por extracción externa

**Parámetros Metodos:**

Nombre: Humedad en Mayonesa  
 Revisión Método: 1.0  
 Tipo: Análisis muestra  
 Cantidad pre dispensada: Ninguna  
 Tiempo de Agitación pre análisis: 10 Seg  
 Velocidad de agitación: 900 RPM  
 Tipo barra de agitación: Media  
 Entrada Dispersión: Automática  
 Solvente: Metanol  
 Parámetros Muestra:  
 Determ.Muestra: Extracción Externa  
 Nombre Muestra: Mayonesa  
 Tamaño Muestra: 0.7500 g  
 Tamaño Solvente Externo: 40.0000 g  
 Conc.Solvente Externo: 0.0100 %  
 Tamaño Muestra Extraída: 1.0000 g  
 Titulante: Compuesto 5  
 Tipo Titulante: Un Componente  
 Conc.Titulante Nominal: 5.0000 mg/mL  
 Conc.Titulante Est.: 5.0000 mg/mL  
 Fecha/Hora: Ene 1, 2011 12:00  
 Recordatorio Edad Titulante:  
 2d:00h:00m  
 Parámetros de Control:  
 Modo Inicio: Normal  
 Modo Standby: Habilitado  
 Duración Standby: 720 minutos  
 Corriente Impuesta: 20 uA  
 Dosis Mínima: 0.5000 uL  
 Dosis Máxima: 20.0000 uL  
 Aumento de Tiempo: 1 segundos  
 Valor Punto final: 180.0 mV  
 Promedio de Señal: 3 Lecturas  
 Tasa de Flujo: 10.0 mL/min  
 Parámetros de Termino:  
 Duración Máxima: 720 sec  
 Volumen Máximo Titulante: 10.0000 mL  
 Criterio Termino: Dispersión Relativa  
 Dispersión Relativa: 10.0 ug/min  
 Unidades Resultado: %

**Cálculos:**

Unidades Titulante: mg/mL  
 Volumen Consumido Titulante: V (mL)  
 Unidades Resultado Final: % Masa  
 Concentración Titulante: 5.0000 mg/mL  
 Tamaño Solvente Externo: 40.0000 g  
 Conc. Solvente Externo: 0.0100 %  
 Tamaño Muestra Externa: 1.0000 g  
 Masa Muestra: 0.7500 g

**Resultados:**

Reporte Titulación  
 Nombre Método: Stdz 5mg/mL w/ water Std.  
 Hora y Fecha: 12:00 Ene 1, 2011  
 Tamaño Estándar: 0.7500 g  
 Conc Estándar: 5.0000 mg/g  
 Valor Dispersión: 4.6 ug/min  
 Volumen punto final: 2.2010 mL  
 Tamaño Solvente Externo: 40.0000 g  
 Conc. Solvente Externo: 0.0100 %  
 Tamaño Muestra Externa: 1.0000 g  
 Resultado: 58.9770 mg/mL  
 Duración Titulación: 7:18 [mm:ss]  
 Volumen Estimado Celda: 60.0 mL  
 Titulación a Compleción  
 Nombre Operador:  
 Firma Analista: \_\_\_\_\_



## Determinación Humedad en Shampoo

### Descripción:

Método para la determinación de agua en Shampoo.

Los resultados son expresados en % masa y deben estar entre 70 y 90 %.

### Electrodo:

HI 76320 Electrodo Pasador de Platino Doble

### Reactivos:

5 mg/mL Titulador Volumétrico Karl Fisher Un Componente

Metanol seco

### Otros Accesorios:

Jeringa seca y limpia de 1-mL

Aguja de penetración limpia y seca calibre 18-, 6" septum sin núcleo

Botella solvente hilo GL 45

### Procedimiento:

Configure el titulador de acuerdo con el manual de instrucciones.

Presione "Seleccionar Método" en la pantalla principal. Utilice las teclas de dirección para destacar "HI8001EN Stdz 5mg/mL w Est. De Agua." y presione "Seleccionar". Instale una bureta 5 mL llena con 5 mg/mL Un-Componente Titulador Volumétrico Karl Fisher a ser estandarizado y verificar que no estén presentes burbujas de aire en la bureta o la tubería. Si es necesario purgue hasta que todo el aire sea completamente eliminado. Para la determinación de la concentración exacta del titulante siga **HI8001EN 5.0 mg/mL Estandarización Titulante utilizando Estándar Líquido de Agua.**

Conecte el conjunto superior de la botella solvente a la botella de metanol de acuerdo con el manual. Prepare el vaso de titulación de acuerdo con el Manual. Dispense suficiente solvente de la botella solvente para llenar el recipiente hasta la línea de "min" (aproximadamente 50 mL).

Presione "StartStop (InicioDetención)" para pre-titular el solvente y la humedad del vaso de titulación. Permita que la tasa de dispersión de fondo se establezca antes de proceder a la siguiente etapa. Llene la jeringa y la aguja con el estándar de agua.

Pese la jeringa, la aguja y el estándar del agua. Presione "Start Analysis (Iniciar análisis)". Se le pedirá introducir el tamaño de la muestra.

Dispense 0.0150 g a 0.0200 g de shampoo dentro del vaso de titulación a través del septum con la aguja de penetración. Preste atención de no obtener cualquier muestra del electrodo o las paredes del vaso de precipitados. Si es necesario agite el vaso titulador con la mano.

Limpie la aguja de estándar residual por medio de tomar un pequeño volumen de aire desde el vaso de titulación. Si se observa una "gota colgante" del estándar en el extremo de la aguja, sumerja el extremo de la aguja brevemente en el solvente. Remueva la aguja desde el vaso de titulación y pese nuevamente la jeringa de modo de determinar la masa estándar agregada (por diferencia de las dos mediciones).

Utilice el teclado numérico para introducir el peso exacto y presione "Enter" para iniciar el análisis. Al final de la titulación, es desplegada la pantalla Resultados Estandarización". Los resultados son expresado en **% de masa de agua.**

### Parámetros Metodos:

Nombre: Humedad en Shampoo

Revisión Método: 1.0

Tipo: Análisis muestra

Cantidad pre dispensada: 40 %

Tiempo Agitación Pre análisis: 15 Seg

Velocidad Agitación: 900 RPM

Tipo barra agitación: Media

Entrada Dispersión: Automática

Solvente: Metanol

Parámetros Muestra:

Determ. Muestra: Normal

Nombre Muestra: Shampoo

Tipo Muestra: Masa

Tamaño Muestra: 0.0200 g

Titulante: Compuesto 5

Tipo Titulante: Un Componente

Conc. Titulante Nominal: 5.0000 mg/mL

Conc. Titulante Est.: 5.0000 mg/mL

Fecha/Hora: Ene 1, 2011 12:00

Recordatorio Edad Titulante:

2d:00h:00m

Parámetros Control:

Modo Inicio: Normal

Modo Standby: Habilitado

Duración Standby: 720 minutos

Corriente Impuesta: 20 uA

Dosis Mínima: 0.5000 uL

Dosis Máxima: 20.0000 uL

Aumento de Tiempo: 1 segundo

Valor Punto final: 180.0 mV

Promedio Señal: 3 Lecturas

Tasa de Flujo: 10.0 mL/min

Parámetros Término:

Duración Máxima: 600 segundos

Volumen Máximo Titulante: 10.0000 mL

Criterio Termino: Dispersión Relativa

Dispersión Relativa: 10.0 ug/min

Unidad Resultado: %

### Cálculos:

Unidades titulante: mg/mL

Volumen consumido titulante: V (mL)

Unidades resultado final: % Masa

Concentración titulante: 5.0000 mg/mL

Masa muestra: 0.0200 g

$$\% \text{ Mass} = \frac{V \times 5.0000}{0.0200 \times 10}$$



## Determinación Humedad en Shampoo

### Resultados:

Reporte Titulación

Nombre Método: Humedad en Shampoo

Hora y Fecha: 12:00 Ene 1, 2011

Tamaño Muestra: 0.0200 g

Conc Titulante Est.: 5.0000 mg/g

Valor Dispersión: 5.4 ug/min

Volumen Punto final: 3.2010 mL

Resultado: 79.9207

Duración Titulación: 4:19 [mm:ss]

Volumen Estimado Celda: 106.37 mL

Titulación a Compleción

Nombre Operador:

Firma Analista: \_\_\_\_\_



## Determinación Humedad en crema para Manos

### Descripción:

Método para la determinación de humedad en crema para manos. Los resultados son expresados en % de masa y deben estar entre 50 y 75 %.

### Electrodo:

HI 76320 Electrodo Pasador Platino Doble

### Reactivos:

5 mg/mL Titulador Volumétrico Karl Fisher Un Componente  
Metanol seco  
Cloroformo seco

### Otros Accesorios:

Una jeringa limpia y seca de 1-mL  
Una aguja de penetración limpia y seca calibre 22, 6 " septum sin núcleo  
Botella solvente hilo-GL 45

### Procedimiento:

Configure el titulador de acuerdo con el manual de instrucciones.

Presione "Seleccionar método" en la pantalla principal. Use las teclas de dirección para resaltar " HI8202EN Humedad en crema de manos" y presione "Select".

Instale una bureta de 5 mL llena con 5 mg/mL de Titulador volumétrico KF Un Componente y verifique que no haya burbujas de aire presentes en la bureta o la tubería.

Si es necesario purgue todo el aire hasta que sea eliminado completamente.

Para la determinación de la concentración exacta de la titulación siga **HI8001EN 5.0 mg/mL Estandarización Titulante utilizando estándar líquido de agua.**

Preparar al menos 200 mL de solvente mediante la adición de 2 partes de cloroformo seco 1 parte de metanol seco en una botella de solvente. Fije el conjunto superior de la botella solvente a la botella de acuerdo con el manual de instrucciones. Prepare el vaso de titulación de acuerdo con el Manual. Dispense suficiente solvente de la botella solvente para llenar el recipiente hasta la línea de "min" (aproximadamente 50 mL).

Presione "StartStop (InicioDetención)" para pre-titular el solvente y la humedad del vaso de titulación. Permita que la tasa de dispersión de fondo se estabilice antes de proceder a la siguiente etapa. Llene la jeringa y la aguja con el estándar de agua. Pese la jeringa, la aguja y el estándar del agua. Presione "Start Analysis (Iniciar análisis)". Se le pedirá introducir el tamaño de la muestra. Dispense 0.0200 g a 0.0250 g de crema para manos dentro de un vaso para titulación a través del septum utilizando la aguja. Preste atención de no obtener cualquier muestra del electrodo o las paredes del vaso de precipitados. Si es necesario agite el vaso titulador con la mano.

Limpie la aguja de estándar residual por medio de tomar un pequeño volumen de aire desde el vaso de titulación.

Remueva la aguja desde el vaso de titulación y pese nuevamente la jeringa de modo de determinar la masa estándar agregada (por diferencia de las dos mediciones).

Utilice el teclado numérico para introducir el peso exacto y presione "Enter" para iniciar el análisis.

Al final de la titulación, es desplegada la pantalla Resultados Estandarización". Los resultados son expresados en mg/mL.

### Parámetros Metodos:

Nombre: Humedad en crema para manos  
Revisión Método: 1.0  
Tipo: Análisis Muestra  
Cantidad Pred dispensada: 40 %  
Tiempo Agitación Pre Análisis: 15 Seg  
Velocidad Agitación: 900 RPM  
Tipo Barra Agitación: Media  
Entrada Dispersión: Automática  
Solvente: CHCl3 MeOH 2:1  
Parámetros Muestra:  
Determ.Muestra: Normal  
Nombre muestra: Crema para Manos  
Tipo Muestra: Masa  
Tamaño muestra: 0.0200 g  
Titulante: Compuesto 5  
Tipo Titulante: Un Componente  
Conc.Titulante Nominal: 5.0000 mg/mL  
Conc.Titulante Est.: 5.0000 mg/mL  
Fecha/Hora: Ene 1, 2011 12:00  
Recordatorio Edad Titulante: 2d:00h:00m  
Parámetros Control:  
Modo Inicio: Normal  
Modo Standby: Habilitado  
Duración Standby: 720 minutos  
Corriente Impuesta: 20 uA  
Dosis Mínima: 0.500 uL  
Dosis Máxima: 20.000 uL  
Aumento Tiempo: 1 segundo  
Valor Punto final: 180.0 mV  
Promedio Señal: 3 Lecturas  
Tasa Flujo: 10.0 mL/min  
Parámetros Termino:  
Duración Máxima: 900 segundos  
Volumen Máximo Titulación: 10.0000 mL  
Criterio Termino: Dispersión Relativa  
Dispersión Relativa: 10.0 ug/min  
Unidad Resultado: %

### Cálculos:

Cálculos:  
Unidades Titulante: mg/mL  
Volumen Consumido Titulante: V (mL)  
Unidad Resultados Finales: % Masa  
Concentración Titulante: 5.0000 mg/mL  
Masa Muestra: 0.0200 g

$$\% \text{ Mass} = \frac{V \times 5.0000}{0.0200 \times 10}$$

## Determinación Humedad en crema para Manos

### Resultados:

Reporte Titulación  
Nombre Método: Humedad en Shampoo  
Hora y Fecha: 12:00 Ene 1, 2011  
Tamaño Muestra: 0.0244 g  
Conc Titulante Est.: 5.0000 mg/g  
Valor Dispersión: 5.4 ug/min  
Volumen Punto final: 2.6925 mL  
Resultado: 67.3125  
Duración Titulación: 6:48 [mm:ss]  
Volumen Estimado Celda: 106.37 mL  
Titulación a Compleción  
Nombre Operador:  
Firma Analista: \_\_\_\_\_

## Determinación Humedad en Solvente con 5 mg/mL Titulante (One-Comp.)

para disolución o extracción externa

### Descripción:

Método para la determinación de la humedad en extracción/disolución de solvente utilizando 5 mg/mL Titulante One Comp. Los resultados son expresados en % masa y deben ser menores que 0.1%.

### Electrodo:

HI 76320 Electrodo Pasador Doble de Platino

### Reactivos:

5 mg/mL Titulador Volumétrico Karl Fisher Un Componente

Metanol Seco

### Otros Accesorios:

Una jeringa limpia y seca de 1-mL

Una aguja de penetración limpia y seca calibre 22, 6 " septum sin núcleo

Botella solvente hilo-GL 45

### Procedimiento de Titulación:

Configure el titulador de acuerdo con el manual de instrucciones. Presione "Select Method" desde la pantalla principal. Utilice las teclas de flechas para destacar „HI8301EN Solvente w/ 5mg/mL 1-comp.“ y presione "Select". Instale una bureta 5 mL llena con 5 mg/mL Titulador Volumétrico Karl Fisher Un-Componente a ser estandarizado y verificar que no estén presentes burbujas de aire en la bureta o la tubería. Si es necesario purgue hasta que todo el aire sea completamente eliminado. Para la determinación de la concentración exacta del titulante, siga **HI8001EN 5.0 mg/mL Estandarización Titulante utilizando Estándar Líquido de Agua.**

Conecte el conjunto superior de la botella solvente a la botella de metanol de acuerdo el manual.

Prepare el recipiente de titulación de acuerdo con el manual. Dispense suficiente solvente desde la botella de solvente para llenar el recipiente hasta la línea de "min" (aproximadamente 50 mL).

Presione "StartStop" para pre-titular el solvente y la humedad del vaso de titulación. Permita que la tasa de dispersión de fondo se establezca antes de proceder a la siguiente etapa.

Detenga la agitación del solvente en la botella de extracción/disolución. Llene la jeringa y la aguja con el estándar de agua. Pese la jeringa, la aguja y el estándar del agua. Presione "Iniciar análisis". Se le pedirá a introducir el tamaño de la muestra. Dispense 0.7500 g a 1.0000 g de solvente dentro del vaso de titulación a través del septum utilizando la jeringa.

Preste atención que no haya algo de muestra en las paredes del electrodo o vaso de precipitados. Si es necesario agite el recipiente de titulación con la mano. Limpie la aguja de estándar residual absorbiendo un pequeño volumen de aire desde el recipiente de

Si se observa una "gota colgante" del estándar en el extremo de la aguja, sumerja el extremo de la aguja brevemente en el solvente.

Remueva la aguja desde el vaso de titulación y pese nuevamente la jeringa con el fin de determinar la masa estándar agregada (por diferencia de las dos mediciones).

Utilice el teclado numérico para ingresar el peso exacto y presione "Enter" para iniciar el análisis.

Al final de la titulación de la normalización

Aparecerá la pantalla de resultado". Los resultados son expresados en % de masa agua. Registre este valor como la "Concentración Solvente Externo".

### Parámetros Metodos:

Nombre: Solvente c/ 5mg/mL 1-comp.

Revisión Método: 1.0

Tipo: Análisis Muestra

Cantidad Pre dispensada: Ninguna

Tiempo agitación pre análisis: 0 Seg

Velocidad Agitación: 900 RPM

Tipo Barra Agitación: Media

Entrada dispersión: Automática

Solvente: Metanol

Parámetros muestra:

Determ. Muestra: Normal

Nombre Muestra: Solvente

Tipo Muestra: Masa

Tamaño Muestra: 1.0000 g

Titulante: Compuesto 5

Tipo Titulante: One Component

Conc.Nominal Titulante: 5.0000 mg/mL

Conc.Titulante Est.: 5.0000 mg/mL

Fecha/Hora: Ene 1, 2011 12:00

Recordatorio Edad Titulante: 2d:00h:00m

Parámetros Control:

Modo Inicio: Precaución

Modo Standby: Habilitado

Duración Standby: 720 minutos

Corriente impuesta: 20 uA

Dosis Mínima: 0.2500 uL

Dosis Máxima: 5.0000 uL

Aumento tiempo: 1 segundo

Valor Punto final: 180.0 mV

Promedio Señal: 3 Lecturas

Tasa Flujo: 10.0 mL/min

Parámetros Término:

Duración Máxima: 600 sec

Volumen Máximo Titulante: 5.0000 mL

Criterio Termino: Dispersión Relativa

Dispersión Relativa: 10.0 ug/min

Unidad resultado: %

### Cálculos:

Unidades titulante: mg/mL

Volumen consumido titulante: V (mL)

Unidad resultados finales: % Mass

Concentración titulante: 5.0000 mg/mL

Masa muestra: 1.0000 g

$$\% \text{ Mass} = \frac{V \times 5.0000}{1.0000 \times 10}$$

## Determinación Humedad en Solvente con 5 mg/mL Titulante (One-Comp.)

para disolución o extracción externa

### Resultados:

Reporte de Titulación

Nombre de Método: Solvente w/ 5mg/mL 1-

comp.Hora & Fecha: 12:00 Ene 1, 2011

Tamaño Muestra: 0.9580 g

Conc. Titulante Estándar.: 5.0000 mg/mL

Valor Dispersión: 4.0 ug/min

Volumen Punto final: 0.1157 mL

Resultado: 0.0595%

Duración Titulación: 2:06 [mm:ss]

Volumen Estimado Celda: 57.5 mL

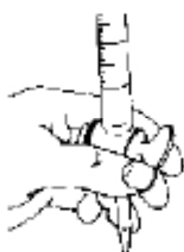
Titulación a Compleción

Nombre operador:

Firma analista: \_\_\_\_\_

---

**TEORIA DE TITULACION**  
**Principios**  
**HI 903**  
**TITULADOR VOLUMETRICO**  
**KARL FISCHER**  
Revisión 1.0





## Contenidos

<b>1 REVISION GENERAL TEORIA DE TITULACION.....</b>	<b>5</b>
1.1 Introducción a Titulaciones .....	5
1.2 Usos de las Titulaciones .....	5
1.3 Ventajas y Desventajas de las Titulaciones .....	6
<b>2 TIPOS DE TITULACIONES.....</b>	<b>7</b>
<b>2.1 Titulaciones de Acuerdo con Metodos de Medición .....</b>	<b>7</b>
2.1.1 Titulaciones Amperométricas .....	7
2.1.2 Titulaciones Potenciométricas .....	7
2.1.3 Titulaciones Espectrofotométricas .....	8
<b>2.2 Titulaciones de Acuerdo con Tipos de Reacción.....</b>	<b>9</b>
2.2.1 Titulación Karl Fischer.....	9
2.2.1.1 Historia de la Titulación Karl Fischer.....	9
2.2.1.2 Indicaciones Visuales de la Titulación Karl Fischer.....	10
2.2.1.3 Indicaciones Electrométricas de la Titulación Karl Fischer.....	10
2.2.2 Titulaciones Acido - Base.....	11
2.2.3 Titulaciones Argentometricas.....	12
2.2.4 Titulaciones Complexometricas.....	12
2.2.5 Titulaciones Ion Selectivas.....	13
2.2.6 Titulaciones No-acuosas Solvente Acido - Base.....	13
2.2.7 Titulaciones Precipitados.....	14
2.2.8 Titulaciones Redox.....	14
<b>2.3 Titulaciones de Acuerdo a Secuencia de Titulación .....</b>	<b>15</b>
2.3.1 Titulaciones por Retroceso.....	15
2.3.2 Titulaciones puntos finales múltiples.....	15
<b>3 INTRODUCCION AL APARATO TITULADOR Y PROCEDIMIENTO TIPICO DE TITULACION.....</b>	<b>17</b>
<b>3.1 Titulación Manual.....</b>	<b>17</b>
<b>3.2 Titulación Automática.....</b>	<b>18</b>
<b>4 RESULTADOS TITULACIONES.....</b>	<b>19</b>
<b>4.1 Presición .....</b>	<b>19</b>
<b>4.2 Repetibilidad .....</b>	<b>19</b>
<b>4.3 Fuentes de Error .....</b>	<b>19</b>
4.3.1 Muestras de Errores .....	19
4.3.2 Errores con Titulaciones y Estándares .....	19
4.3.2.1 Preparación Errores .....	19
4.3.2.2 Dispensado Errores .....	20
<b>4.3.3 Errores Reacciones Químicas .....</b>	<b>20</b>
<b>4.3.4 Errores Determinación Puntos finales.....</b>	<b>20</b>
<b>5 CALCULOS.....</b>	<b>21</b>
<b>5.1 Ecuaciones Utilizadas en Titulaciones Karl Fischer.....</b>	<b>21</b>
5.1.1 Calculo de cont. de agua como % masa desde muestras medidas por masa .....	21
5.1.2 Calculo de cont. de agua como % masa desde muestras medidas por volumen .....	21
5.1.3 Calculo de cont. de agua como % volumen desde muestras medidas por volumen .....	21
5.1.4 Calculo de cont. de agua substrayendo Tasa Dispersión de Fondo .....	21
5.1.5 Calculo de cont. de agua en muestras de disolución externa .....	22
5.1.6 Calculo de cont. de agua en muestras de extracción externa.....	22
5.1.7 Calculo de cont. de agua en muestras gaseosas.....	22
5.1.8 Calculo de Titulación (equivalente de agua del titulante) utilizando dihidrato de tratrato de sodio con un contenido de agua del 15.66% por peso.....	22
5.1.9 Calculo de Titulación (equivalente de agua del titulante) utilizando estándar de agua .....	23

<b>5.2 Ecuaciones utilizadas en las Titulaciones .....</b>	<b>23</b>
5.2.1 Calculo de Muestra .....	23
5.2.2 Titulante Estandarizado .....	23
5.2.3 Titulación Blanco .....	24
5.2.4 Titulación Punto final Múltiple .....	24
5.2.5 Titulación por Retroceso.....	25
<b>6 GLOSARIO .....</b>	<b>26</b>





## 1 REVISION GENERAL TEORIA DE LA TITULACION

### 1.1 Introducción a Titulaciones

Una titulación es un procedimiento cuantitativo, volumétrico utilizado en química analítica para determinar la concentración de un analito (las especies ser medidas) en solución. La concentración del analito se determina agregando lentamente un titulador (reactivo) a la solución. A medida que el titulador es agregado, se produce una reacción química entre el titulador y el analito.

Las reacciones de las titulaciones son reacciones relativamente rápidas y simples que pueden ser expresadas mediante una ecuación química. La reacción de la titulación continúa a medida que el titulador es agregados hasta que todo el analito es consumido y el analito reacciona completamente y cuantitativamente con el titulador.

El punto en el cual todo el analito ha reaccionado se denomina punto de equivalencia, también conocido como el punto final teórico o estequiométrico. Este punto es acompañado por un abrupto cambio físico en la solución, que define claramente el (punto final) punto final de la reacción. El cambio físico asociado con el punto final de la titulación puede ser producido por el titulador o un indicador y puede ser detectado visualmente o por alguna otra medición física.

Las titulaciones no pueden ser utilizadas para determinar la cantidad de todos los analitos. La reacción química entre el titulador y analito debe cumplir cuatro requisitos:

- La reacción debe ser rápida y ocurrir dentro de aproximadamente un Segundo luego que ha sido agregado el titulante;
- La reacción debe proseguir a una compleción;
- La reacción debe tener una estequiometria bien conocida (tasas de reacción);
- Un punto de punto final o inflexión conveniente.

Las titulaciones son altamente precisas y pueden proporcionar muchas ventajas sobre otros métodos.

Las titulaciones se realizan rápidamente y requieren instrumentación y aparatos relativamente simples.

### 1.2 Usos de Titulaciones

Las titulaciones pueden ser utilizadas en muchas aplicaciones, incluyendo:

- Contenido de ácido de efluentes de plantas, alimentos (es decir, quesos y vinos) y baños de decapado y plateado, productos dispersiódos del petróleo, medicamentos;
- Contenido base de fertilizantes (que contengan amoníaco), lejía, minerales;
- Grado de dureza del agua;
- Contenido de metal de aleaciones, minerales, minerales, arcillas, aguas, baños de recubrimiento, pinturas, papel, materiales vegetales, fluidos biológicos, productos dispersiódos del petróleo;
- Contenido de humedad de la crema de leche, aceite de grado alimenticio, miel, mantequilla, margarina, mayonesa, leche, leche en polvo, azúcar;
- Las concentraciones de reactivos redox como cloro en agua potable, peróxido, trazas de oxidantes y reductores en los alimentos, reductores de alta temperatura o el agua de calderas de alta presión, análisis de vitaminas.

# TEORIA TITULACION

---

## 1.3 Ventajas y desventajas de las titulaciones

Algunas ventajas de las titulaciones, como una técnica analítica, son:

- Resultados más precisos que muchos métodos instrumentales, tales como medición por electrodos, la precisión de la medición es hasta de 0.1;
- Métodos simples, costos de capital razonables y fácil entrenamiento;
- Capacidad para medir los principales componentes de una mezcla o producto;
- La automatización puede reducir tiempo y trabajo invertido en cada análisis.

Algunas desventajas de las titulaciones son:

- El tiempo que se tarda en preparar estándares y reactivos;
- Son requeridas buena técnicas para obtener resultados precisos (entrenamiento y práctica requeridos);
- No apto para la determinación de la traza o componentes menores de una mezcla o producto;
- Rango dinámico limitado, este puede requerir preparativos de muestras adicionales (dilución) y repetición de análisis.

# TEORIA TITULACION

b

## 2 TIPOS DE TITULACIONES

### 2.1 Titulaciones de Acuerdo con Metodos de Medición

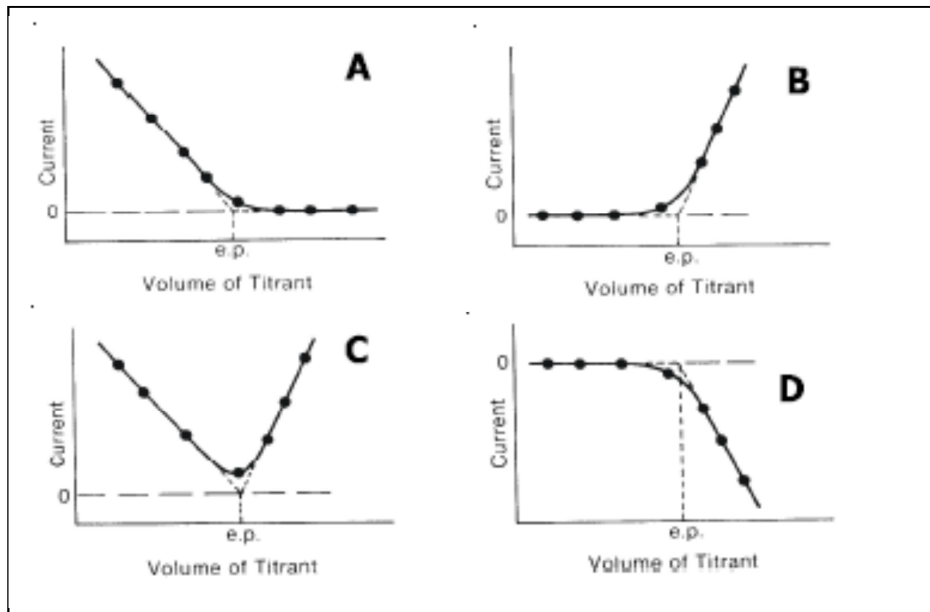
#### 2.1.1 Titulaciones Amperométricas

Una titulación amperométrica se realiza colocando dos electrodos (a menudo un electrodo de metal y un electrodo de referencia) en la solución de muestra y sosteniendo el potencial del electrodo metálico a un voltaje seleccionado. La corriente que fluye, debido a la oxidación o reducción de un reactivo o producto, es trazada vs el volumen del titulador para proporcionar la curva de titulación y localizar el punto de equivalencia. Los cambios en la corriente son debido a los cambios en la concentración de una especie en particular (siendo oxidada o reducida en el electrodo).

Generalmente la reacción entre el analito y el titulador forma una nueva especie. Dependiendo de la titulación, los reactivos son electro activos y los productos no, o viceversa. Las curvas de titulación amperométricas parecen dos líneas rectas que se intersectan en el punto de equivalencia, esto es debido al cambio de la electro actividad de la solución.

Muchos iones metálicos pueden ser amperométricamente titulados mediante una precipitación, compleción o reacción redox. Algunos iones metálicos y especies que se pueden determinar de esta manera incluyen plata, bario, haluros, potasio, magnesio, paladio, molibdato, sulfato, tungstato, zinc, bismuto, cadmio, fluoruro, indio, talio, yodo y oro.

La figura 1 muestra cuatro titulaciones amperométrica y sus puntos finales. En el gráfico "A" el analito es electro activo y da corriente pero la especie reaccionada no. En "B" el reactivo no es activo pero el titulante sí. En "C" son activos el analito y el titulador y ambos dan un flujo de corriente. El gráfico "D" muestra la misma situación que "B"; sin embargo la corriente tiene un signo opuesto (el titulante es reducido).



#### 2.1.2 Titulaciones Potenciométricas

Las titulaciones potenciométricas son realizadas por medio de medir el voltaje a lo largo de la solución utilizando un sistema de electrodos.

# TEORIA TITULACION

Un sistema de electrodo consiste en un electrodo indicador y un electrodo de referencia. A medida que el titulador es agregado las variaciones en el potencial del electrodo indicador, con respecto al electrodo de referencia, son monitoreados para mostrar el progreso de la titulación.

La potenciometría es la medida de un potencial bajo condiciones de cero flujo de corriente. El potencial medido, a continuación, se puede utilizar para determinar la cantidad de análisis de interés, generalmente una concentración del componente de la solución del analito. El potencial que se desarrolla en la celda electroquímica es el resultado de los cambios de energía libre que se producirían si los fenómenos químicos continuaran hasta que la condición de equilibrio ha sido satisfecha.

Existe muchos tipos de titulaciones donde puede ser utilizada la potenciometría, por ejemplo electrodos de pH para titulaciones ácido-base, electrodos de ORP de platino en titulaciones redox, electrodos ion selectivos, tales como cloruro o fluoruro para una titulación de ion específico y electrodos de plateado para titulaciones de argentimétricas (basadas en plata).

## 2.1.3 Titulaciones Espectrofotometricas

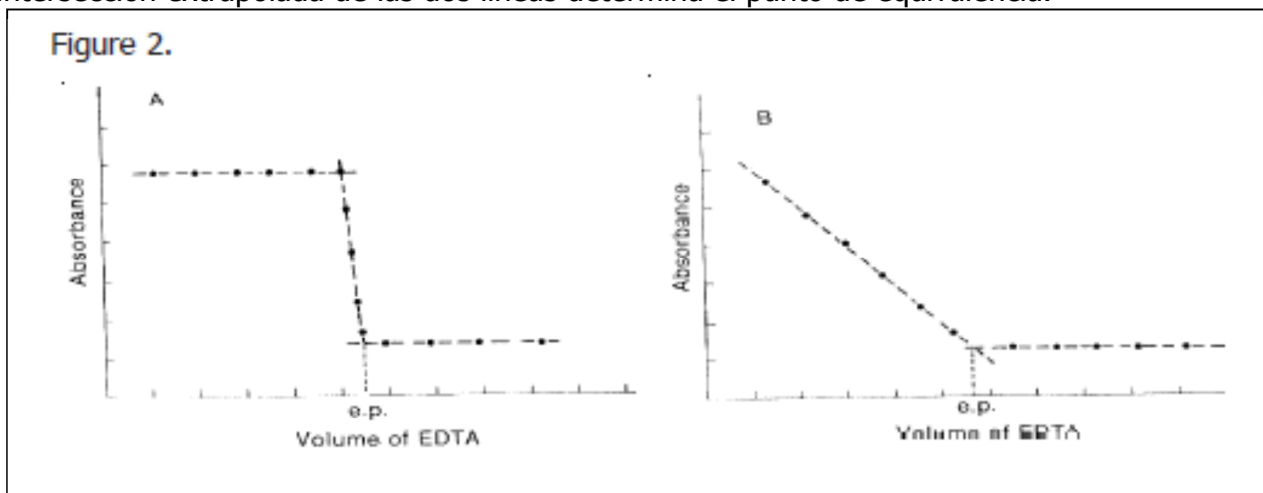
El nombre proviene del método utilizado para detectar el punto final de la titulación, no su química. Indicadores altamente coloreados que cambian de color durante el curso de la titulación están disponibles para muchas titulaciones. Datos más precisos sobre la curva de titulación se pueden obtener si se controla instrumentalmente la absorción de la luz utilizando una fuente de luz, un monocromador simple y un fotodetector, en lugar de determinar visualmente el color o el cambio de la absorción de la luz.

La absorción de la luz ya sea por un indicador o por uno de los reactivos o productos se puede utilizar para supervisar la titulación.

En la primera curva de titulación, figura 2 "A", la absorción de un complejo de metal-indicador está siendo monitoreada. La absorción es constante, mientras que el metal es complejado por el titulador EDTA. El indicador de metal complejo fue despojado, causando un fuerte salto en la curva de titulación. El punto donde todo el metal es complejado y despojado del indicador es el punto de equivalencia. Este punto está marcada por "e.p." en el gráfico.

En la segunda curva de titulación, figura 2 "B", el complejo metálico es medido mientras se titula con EDTA. El nuevo complejo formado no está coloreado y no absorbe la luz.

La intersección extrapolada de las dos líneas determina el punto de equivalencia.



## 2.2 Titulaciones de Acuerdo con el Tipo de Reacción

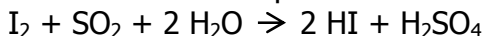
### 2.2.1 Titulaciones Karl Fischer

Este método se basa en una reacción química bien definida entre el agua y el reactivo Karl Fischer. La química proporciona excelente especificidad para la determinación del agua. El método se puede utilizar para determinar el agua libre y enlazada en una matriz de la muestra. El método de Karl Fischer es considerado para producir los resultados más rápidos, precisos y reproducibles y tiene la más amplia gama de concentraciones detectables que abarcan un rango desde 1 ppm a 100 ppm.

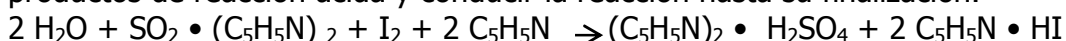
La determinación del contenido de agua es uno de los métodos más comúnmente practicados en laboratorios de todo el mundo. El conocimiento del contenido de agua es crítico para propiedades químicas y físicas de la comprensión de los materiales y determinar la calidad del producto. La determinación del contenido de agua se realiza en muchos tipos de muestras, incluyendo productos farmacéuticos y cosméticos, alimentos y productos naturales, compuestos orgánicos e inorgánicos, productos químicos, solventes y gases, petróleo y productos de plástico, así como pinturas y adhesivos. El método KF es verificable y plenamente documentado. Como resultado, la titulación Karl Fischer es el método estándar para análisis de agua en una multitud de muestras de acuerdo a lo especificado por numerosas organizaciones incluyendo la Association of Official Analytical Chemists, Estados Unidos y Farmacopeia Europea, ASTM, American Petroleum Institute, British Standards y DIN.

#### 2.2.1.1 Historia de la Titulación Karl Fischer

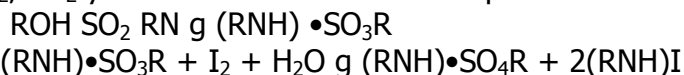
La determinación del agua por titulación Karl Fischer se basa en la reacción descrita por Bunsen en 1853 en el que el dióxido de azufre es oxidado por yodo en presencia de agua.



En el artículo de Karl Fischer de 1935, "un nuevo procedimiento para la titulación del agua," presentó una forma modificada de la reacción de Bunsen adaptada para su uso en la determinación del contenido de agua de soluciones no acuosas. Sus titulaciones se realizaron en metanol en presencia de exceso de dióxido de azufre y piridina para neutralizar los productos de reacción ácida y conducir la reacción hasta su finalización.



Dos acontecimientos clave han llevado a la descripción actualmente aceptada de la reacción de Karl Fischer. En primer lugar, la piridina actúa como un tampón de pH y desempeña un rol directo en la reacción. Esto ha permitido que formuladores de reactivo reemplacen la piridina con bases que son menos tóxicas y resultan en rangos de pH que facilitan titulaciones más rápidas y precisas. En segundo lugar, las especies que reaccionan con el agua no es el dióxido de azufre, sino que los iones de sulfito monometil resultantes de la reacción entre el dióxido de azufre y metanol. Posteriormente, los investigadores mostraron que los alcoholes superiores se pueden usar en lugar del metanol. La reacción de Karl Fischer, puede por consiguiente ser descrita por la siguiente secuencia de reacción generalizada en que la especie  $H_2O$ ,  $I_2$ ,  $SO_2$  y RN reaccionan en una estequiometría de 1:1:1:3.



La tasa máxima de la reacción de Karl Fischer es alcanzada entre la gama de pH de 5.5 a 8 donde todo el dióxido de azufre está disponible como sulfito de metilo.

Si el pH cae por debajo de 5, la velocidad de reacción disminuye y el punto final de titulación es cada vez más difícil de alcanzar. Si el pH es superior a 8, comienzan a ocurrir reacciones secundarias entre los iones de yodo e hidróxido o metilato, cambiando la estequiometría de la titulación. Mientras que solventes que no contengan alcoholes pueden ser utilizados para el análisis Karl Fischer, estos también tienen un efecto sobre la estequiometría de la reacción. Cuando no están presentes alcoholes, la reacción se asemeja a la estequiometría de la reacción de Bunsen donde la proporción de consumo de agua al yodo es de 2:1. En solventes que contienen alcoholes superiores, se pueden observar las proporciones desiguales debido a la capacidad relativa de los alcoholes superiores para formar el éster de sulfito que reacciona con el agua. Los problemas resultantes de la variación inducida por el solvente en la estequiometría no se encuentran normalmente durante el análisis de rutina por dos razones. En primer lugar, la estandarización del titulador y análisis de muestras se llevan a cabo en el mismo medio de titulación y bajo las mismas condiciones, compensando efectivamente cualquier variación en el comportamiento de la reacción. En segundo lugar, la mayoría los sistema de reactivos Karl Fischer están formulados para apoyar la estequiometría de reacción del estándar KF .

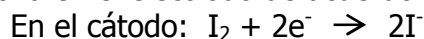
### **2.2.1.2 Indicaciones visuales de las Titulaciones Karl Fischer**

Métodos visuales, originalmente usados por Karl Fischer, están limitados en su aplicación, requieren un alto grado de habilidad y se han hecho obsoletos por las indicaciones electrométricas. Para una indicación visual exitosa, las muestras de titulación deben ser incoloras. Adicionalmente, la coloración de la solución varía entre medios de titulaciones polares y no polares. Luego del punto de equivalencia de la titulación, toda el agua de la solución de titulación ha sido reaccionada.

La próxima caída del titulador agregada a la solución luego del punto de equivalencia contiene yodo que permanecerá en la solución de titulación. Posteriormente, aumenta la concentración de yodo en la titulación y la solución desarrolla un color amarillo y eventualmente color café. Es difícil, incluso para un analista experto, generar la coloración del punto final reproducible entre sucesivas titulaciones.

### **2.2.1.3 Indicaciones Electrométricas de las Titulaciones Karl Fischer**

Las indicación biamperométricas y bivoltamétricas son los dos tipos de métodos de detección electrométricos comúnmente utilizados para la indicación de las titulaciones Karl Fischer. Ambos métodos utilizan ya sea un electrodo pasador de platino doble o un electrodo de anillo de platino doble para detectar el exceso de yodo en una solución de titulación. Luego del punto de equivalencia de la titulación, toda el agua en la solución de titulación ha reaccionado. La siguiente dosis de titulante agregada a la solución contiene yodo, que reacciona en el electrodo de acuerdo con las siguientes reacciones.



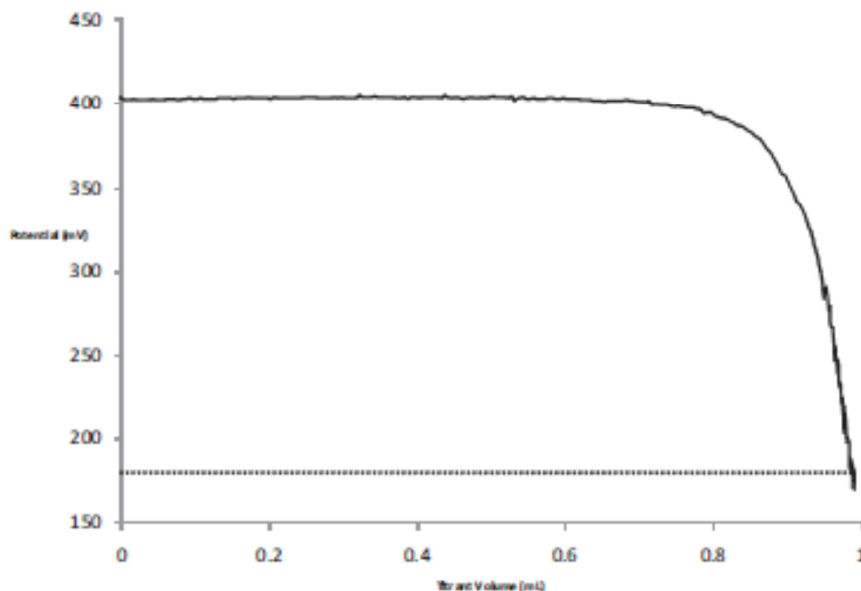
El exceso de yodo es fácilmente reducido en el cátodo y el yoduro resultante es oxidado en el ánodo. Ambos métodos electrométricos de indicación dependen de electrones (corriente) siendo transportados a través de una solución de titulación por las reacciones de oxidación-reducción que se han sido previamente descritas. La indicación biamperométrica involucra el monitoreo del flujo de corriente a través de la solución de titulación mientras se aplica un voltaje constante a través de los elementos del electrodo de platino. Cuando el agua está presente en la solución de titulación y no hay ningún exceso de yodo, una mínima corriente entre los elementos del electrodo. Luego del punto de equivalencia, cuando el yodo está presente, el flujo de corriente aumenta a unos pocos  $\mu\text{A}$ .

# TEORIA TITULACION

La indicación bivalentométrica consiste en medir el voltaje requerido para mantener un flujo constante de corriente entre los elementos del electrodo. Se aplica una pequeña corriente directa o alterna llamada corriente de polarización actual ( $I_{pol}$ ) entre las puntas de los electrodos o anillos y el voltaje resultante se mide con el fin de monitorear el progreso de la titulación.

Las curvas de titulación en forma de L se generan para ambos métodos trazando el electrodo de corriente o voltaje contra el volumen del titulador agregado durante la titulación.

Titulación Karl Fischer, Indicación Bivalentométrica vs. Volumen Titulante



Los métodos electrométricos resultan en una sobre titulación o titulación del punto de equivalencia, donde el exceso de yodo está presente en la solución de titulación. La titulación pasado el punto de equivalencia es aceptable por dos razones. En primer lugar, debido a la sensibilidad de los métodos electrométricos, las titulaciones se realizan siempre al mismo exceso, leve exacto de yodo resultando en titulaciones altamente reproducibles. En segundo lugar, la exactitud de las titulaciones electrométricamente indicadas no son afectadas por la sobre titulación debido a que el ligero exceso de yodo ha sido contabilizado durante la estandarización de la titulación.

## 2.2.2 Titulaciones Ácidos Base

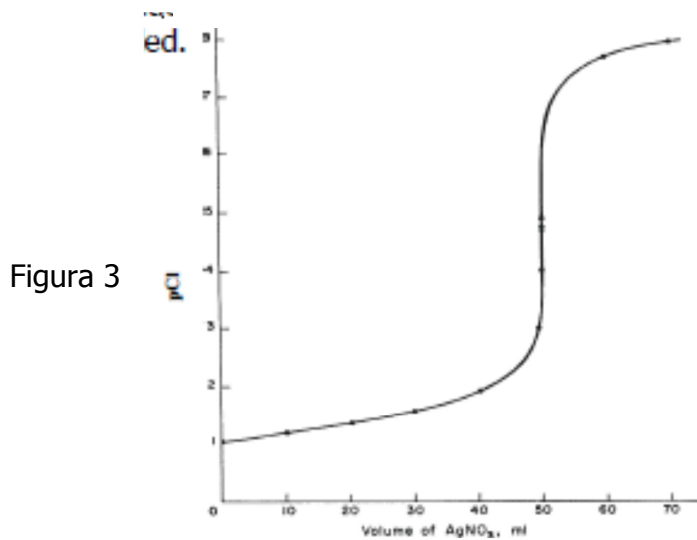
Las titulaciones de ácido-base son el tipo más común de titulaciones. Las titulaciones ácido-base se basan en una reacción entre un ácido y una base, una neutralización estequiometría o el intercambio de protones. Prácticamente todas las titulaciones ácido-base se llevan a cabo utilizando un ácido fuerte o una base fuerte como titulador. El punto final de una titulación realizada con un ácido débil o una base débil, sería difícil de detectar debido a un pequeño cambio en el pH en el punto de equivalencia.

A menudo se utilizan indicadores químicos para determinar el punto final. El indicador cambia de color para indicar que se ha alcanzado el final de la titulación. Al elegir el indicador adecuado se debe seleccionar uno que tenga un pKa lo más cercano al punto final de la titulación. La región de cambio de color del indicador suele ser una unidad de  $\pm 1$  pH alrededor del pKa. La curva de titulación teórica es útil para ilustrar cómo la solución va a cambiar durante la titulación real y permite la selección adecuada de un punto final o un indicador.



# TEORIA TITULACION

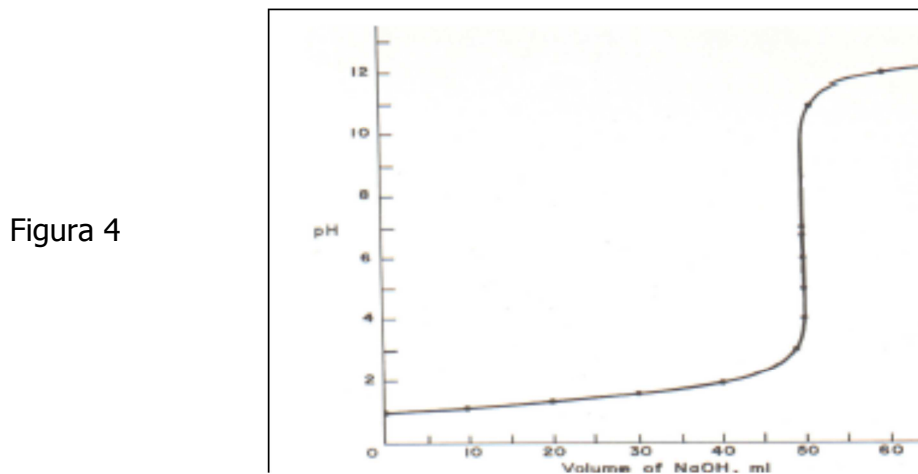
La figura 3 muestra una curva de titulación tradicional. La curva es obtenida plotando el valor de pH contra el volumen de NaOH agregado.



## 2.2.3 Titulaciones Argentométricas

Las titulaciones argentimétricas utilizan plata (nitrato) como el titulador y generalmente son titulaciones de precipitación, ya que muchas sales de plata son insolubles. Estas titulaciones se utilizan comúnmente para titular y determinar la concentración de bromuro, cloruro, cianuro, yoduro y sulfuro.

Las titulaciones argentimétricas se pueden realizar con el indicador de Mohr, cuando todo el cloruro ha reaccionado, se forma un precipitado rojo cromato de plata o la titulación puede seguirse fácilmente con una plata ISE (o cloruro de ISE para titulaciones de cloruro) y un electrodo de referencia.



La figura 4 muestra la titulación de 50 mL de 0.1N NaCl con 0.1N  $\text{AgNO}_3$ . La señal potenciométrica es desde un cloruro ISE, y es plotada como pCl ( $-\log [\text{Cl}^-]$ ).

## 2.2.4 Titulaciones Complejométricas

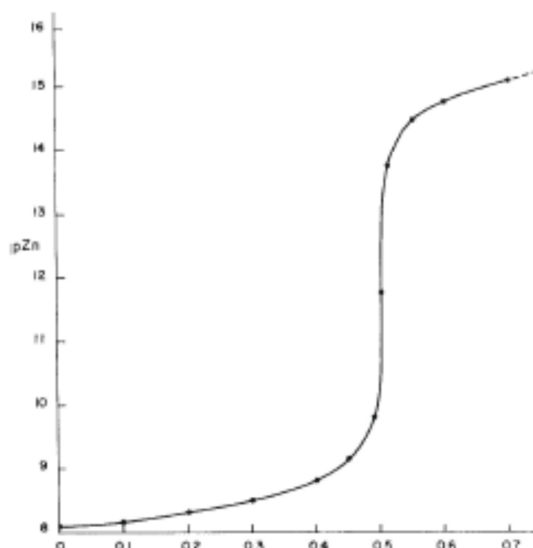
Un complejo es una especie donde un ion metálico central está covalentemente unido a uno o más grupos donantes de electrones llamados ligandos. En una titulación complejométrica, los iones metálicos se titulan con un titulante que se enlaza firmemente a estas.

A menudo estos reactivos contienen EDTA o CDTA, ligandos polidentados que forman compuestos de coordinación muy estables con iones metálicos. La reacción de complejación debe ser rápida con el fin de ser útil para la titulación directa. Para una titulación directa algunos iones metálicos reaccionan muy lentamente con EDTA.

Un electrodo indicador que responde a los iones metálicos se puede utilizar para monitorear el progreso de la titulación.

La curva de titulación será parecida a una titulación potenciométrica habitual. Los indicadores de complejación cambian de color al final a medida que todos los iones metálicos son "consumidos", o complejados por el titulador.

La curva de titulación será parecida a una titulación potenciométrica, cuando se utiliza un electrodo indicador que responde a los iones metálicos (ver figura 5).



## 2.2.5 Titulación Ion Selectiva

La titulación ion selectiva más popular es una titulación ácido-base. La concentración de iones de hidrógeno es medida específicamente y monitoreada durante el proceso de titulación para localizar el punto de equivalencia. Usando un electrodo ion selectivo (ISE) como el electrodo indicador, la señal potenciométrica (en mV) se usa para seguir directamente la concentración de un ion específico (o actividad).

Ejemplos de titulaciones incluyen titulación de fluoruro con un titulante de aluminio usando un fluoruro ISE, cloruro con nitrato de plata con un cloruro ISE, sodio con sodio ISE, etc.. El punto de equivalencia se puede determinar trazando el valor de mV vs la cantidad de titulante agregado.

## 2.2.6 Titulación No-acuosa Solvente Acido-Base

Solventes no acuosos se deben utilizar para titular los ácidos muy débiles y bases debido al efecto de nivelación inherente del agua de todos los ácidos y base disueltos en ella. Una amplia variedad de ácidos débiles y bases se pueden titular utilizando solventes no acuosos. Las mezclas de ácidos o bases a menudo se pueden analizar individualmente en una sola titulación secuencial.

Titulación de Ácidos

Los ácidos débiles con un  $pK_a$  hasta 11 se pueden titular en solventes no acuosos. Estos incluyen ácidos carboxílicos, enoles, fenoles, imidas, ácidos sulfónicos y ácidos inorgánicos.

# TEORIA TITULACION

Agua o alcoholes inferiores son adecuados para titulaciones medias a ácidos fuertes ( $pK_a$  menor que 5). Valoración de un ácido débil con una fuerte base tituladora requiere un solvente menos ácido que el agua o etanol/metanol.

Solventes como acetona, acetonitrilo, alcohol t-butílico, dimetilformamida, isopropanol y piridina se han encontrado para trabajar bien para titulaciones ácido-base de bases de ácidos fuertes, medianas y débiles. Los reactivos incluyen hidróxido de potasio alcohólico y diferentes alcóxidos de sodio o de potasio en una mezcla de 10:1 de benzenometanol. Los mejores reactivos son hidróxidos de amonio cuaternarios (como hidróxido de tetrabutilamonio) debido a la buena solubilidad de las sales de tetraalquilamonio de los ácidos titulados y la curva de titulación potenciométrica limpia obtenida (ver figura 6)

## Titulación de Bases

Bases débiles con  $pK_b$  hasta unos 11, que no se ionizan con agua, pueden titularse en nonaqueous solvents. Estas bases incluyen aminas alifáticas y aromáticas, nitrógeno básico heterociclos, metales alcalinos y sales de amino ácidos y muchos otros compuestos orgánicos básicos.

Titulación de una base débil con un titulador ácido fuerte requiere un solvente básico que sea tan débil como sea posible.

Agua y alcoholes permiten la titulación de las bases de resistencia media como aminas alifáticas ( $pK_b$  4 a 5), pero no la titulación de las bases débiles como piridina ( $pK_b$  8.8). Ácido acético glacial funciona bien para bases débiles y se ha utilizado ampliamente. Solventes menos básicos como acetona, acetonitrilo y nitrometano ampliar el rango de compuestos titulables.

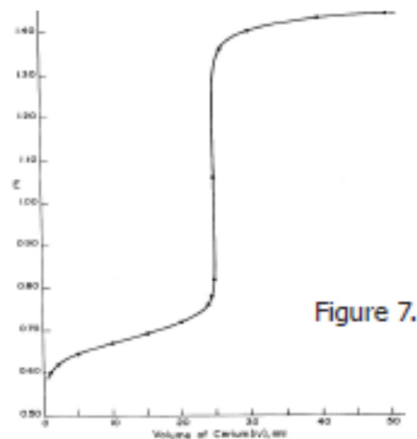
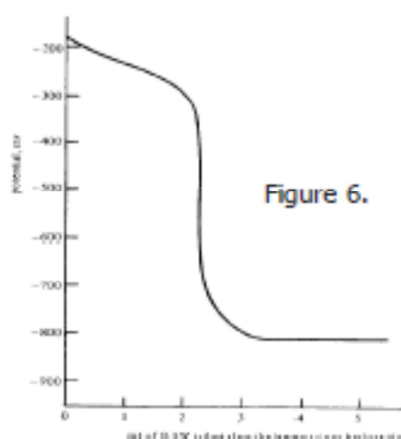
El punto final para titulaciones no acuosas se determina generalmente potenciométricamente usando un electrodo pH de vidrio, calomel modificado o electrodo de referencia de doble con una unión de referencia de baja tasa de flujo. Buena curvas de titulación potenciométrica se obtienen en la mayoría de los solventes, excepto aquellos con constantes dieléctricas muy bajas como benceno, cloroformo y otros, cuando altas resistencias eléctricas del solvente causa potenciales inestables.

## 2.2.7 Titulaciones de Precipitados

Las titulaciones de precipitados permiten un análisis más rápido en comparación con el antiguo análisis gravimétrico, donde un precipitado es formado, filtrado, secado y pesado para analizar un compuesto. Normalmente haluros de plata, tiocianato de plata y unos mercurio, plomo, y sales de zinc se titulan utilizando este método. Las reacciones químicas deben formar un sal no soluble y precipitado rápidamente hacia fuera para ser analizada por este método. Cuando la reacción no es rápida, se puede utilizar una titulación por retroceso. Una medición en exceso del reactivo precipitante (titulación) es agregada para forzar que se produzca la reacción y luego el titulador no reaccionado luego es titulado con una solución estándar de otro reactivo.

## 2.2.8 Titulaciones Redox

Existe una serie de reacciones de oxidación-reducción que puede ser utilizadas para determinar concentración por titulación desconocidas. Si la reacción va a llegar a su completación, es rápida y tiene una señal analítica para seguirla, puede ser realizada una titulación. El término "rápido" significa que cada adición del titulador es totalmente reaccionada y el electrodo de detección es capaz de detectar el cambio en la solución en menos de un segundo.



Las titulaciones redox son titulaciones potenciométricas donde la señal de mV de un electrodo ORP (redox) de combinación (generalmente con un electrodo indicador de platino) se usa para seguir la reacción del agente reductor oxidante. El potencial del electrodo está determinado por la ecuación de Nernst y es controlada por el radio reductor oxidante.

Los indicadores visuales como Ferrion también están disponibles. La forma oxidada y reducida del indicador tendrá diferentes colores y se puede utilizar para determinar el punto final.

Varios reductores se pueden determinar por reactivos con oxidantes como el permanganato potásico, cromato de potasio o yodo. Comúnmente se utilizan reductores que se utilizan como reactivos incluyen tiosulfato de sodio y sulfato de amonio ferroso.

Como en las titulaciones de ácido-base el potencial cambia radicalmente en el punto de equivalencia.

## 2.3 Titulaciones de Acuerdo con la Secuencia de Titulación

### 2.3.1 Titulaciones por Retroceso

Las titulaciones por retroceso se utilizan generalmente cuando una reacción es demasiado lenta para ser realizada directamente durante una titulación "directa", donde la reacción va a llegar a su completación en unos pocos segundos. En una titulación por retroceso, un gran exceso de reactivo es agregado a la solución de muestra, ayudando a una reacción lenta para llegar a su completación. El reactivo en exceso no reaccionado es luego titulado. La diferencia en el volumen total del primer reactivo agregado y la cantidad que se determina a partir de la segunda titulación es la cantidad de reactivo necesaria para completar la primera reacción.

### 2.3.2 Titulaciones Puntos Finales Múltiples

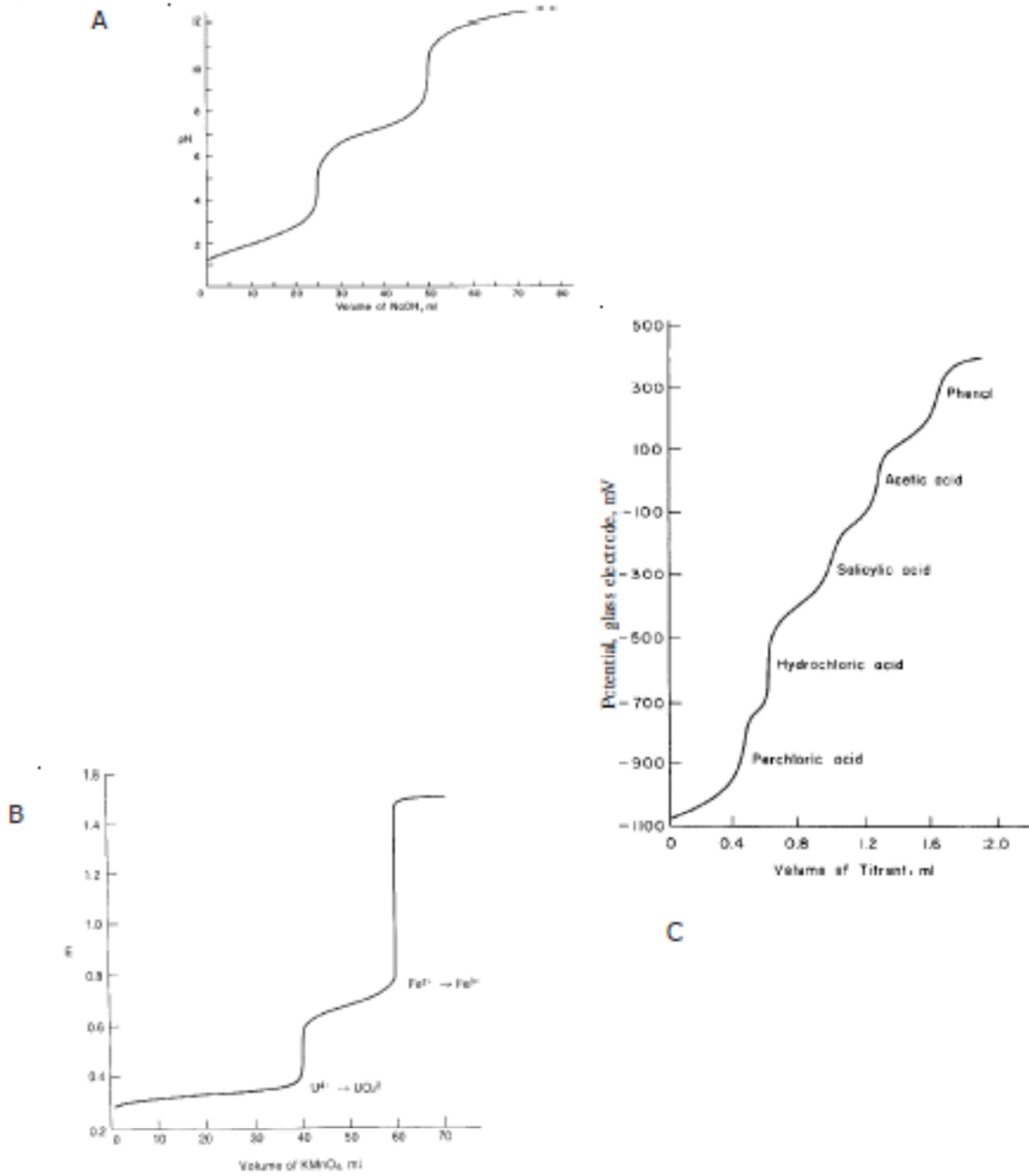
Bajo ciertas condiciones, algunas titulaciones pueden exhibir más de un punto de equivalencia y ser tituable en los puntos finales individuales para determinar la concentración de cada componente individual. Ejemplos de estos tipos de titulaciones ácido-base, donde el ácido de distinta fuerza o bases están en una mezcla; redox, donde cada especie tiene una complejometría potencial de reducción diferente, donde diferentes especies son titulables por separado; y ácido-base, utilizando ácidos polipróticos (pKa de diferentes protones que varían lo suficiente como para separarlos).

La figura 8 muestra tres tipos diferentes de titulaciones de puntos finales múltiples "A" muestra la titulación de un ácido poliprótico. Se pueden determinar las diferentes resistencias ácidas del primer y segundo protón.

"B" ilustra una mezcla de dos especies de diferentes metales redox, donde los diferentes potenciales redox permiten a la especie separarse. "C" es la titulación de una solución que contiene ácidos fuertes, débiles y muy débiles.

# TEORIA TITULACION

Figure 8.



## 3 INTRODUCCION AL APARATO DE TITULACION Y PROCEDIMIENTO TIPICO DE TITULACION

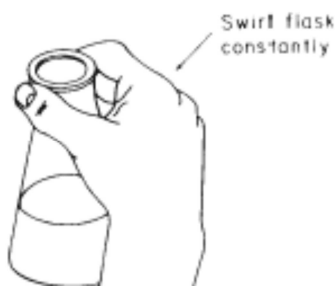
### 3.1 Titulación Manual

Aparatos necesarios para la titulación manual incluyen:

- Bureta volumétrica, para suministrar en forma precisa la entrega vigilada del titulador para el recipiente de reacción;
- Un frasco Erlenmeyer o matraz similar, que facilita la mezcla constante o remolino requerido para garantizar la homogeneidad de la solución;
- Pipetas volumétricas para la adición precisa de muestras y soluciones del indicador;
- Soluciones de Titulador estándar de concentración conocida;
- Un indicador visual o instrumental para la detección de la finalización de la reacción.

Una titulación manual típica consta de los siguientes etapas:

1. Una pipeta volumétrica se suele utilizar para agregar un volumen conocido de muestra al matraz;
2. Una sonda de solución o instrumento de indicador se agrega al matraz;
3. Una bureta se utiliza para medir la adición del titulador al matraz y dispensar titulador en forma controlada;
4. El titulador se agrega a través de la bureta hasta que la indicación del método indica el punto final de la reacción;
5. La concentración de analito se calcula basándose en la concentración y el volumen de titulación requerida para alcanzar el punto final y la estequiometría de la reacción.



## 3.2 Titulación Automática

Los tituladores automáticos son instrumentos analíticos de alta precisión que ofrecen el titulador, monitorea el cambio físico asociado con la reacción de titulación, automáticamente se detiene en el punto final y calcula la concentración de analito. Los tituladores automáticos son los mejores para titulaciones repetitivas y análisis de alta precisión.

Un titulador automático debe tener un sistema de dosificación de líquido preciso. De alta precisión sistemas como los tituladores de la serie HI 900, el líquido en el sistema de distribución consiste en una bureta de jeringa pistón impulsado por un motor de etapas capaz de dispensar muy pequeñas cantidades de volumen de titulador con exactitud y precisión, un sistema de válvulas para cambiar entre la ingesta de titulador y salida y una punta dispensadora anti difusora. Estos tres componentes principales del subsistema deben ser tan precisos como sea posible, con una marcha muy baja de los engranajes en la bomba de la bureta, mínima flexión de sello pistón, diámetro interno de la tierra precisión de la jeringa de vidrio, una válvula de bajo volumen muerto, mínimo evaporación premiación y tubos químicamente resistentes.

Aparatos necesarios para la titulación automática incluyen:

- Un titulador automático, equipado con una bureta;
- Un vaso;
- Un sistema de agitación electrónico, un agitador de hélice o una barra de agitación magnética y placa de agitación;
- Pipetas volumétricas para la adición precisa de muestras;
- Soluciones de titulación estándar de concentración conocida;
- Un sistema de electrodos que se puede utilizar para determinar el punto final de la titulación.

Una titulación automática típica consta de las siguientes etapas:

1. Configurar el titulador automático de acuerdo con las instrucciones del fabricante;
2. Pipeta volumétrica se suele utilizar para agregar un volumen conocido de muestra a los vasos de precipitados;
3. Sumerja el agitador de hélice o agregue la barra de agitación en el vaso y encienda;
4. Inicie la titulación, el titulador se detendrá en el punto final y determinar automáticamente la concentración del analito.

## 4 RESULTADOS DE TITULACION

### 4.1 Precisión

Los factores más importantes para lograr resultados precisos con los sistemas de titulación HI 900 son la concentración de la muestra, el tamaño de la muestra y tener un conjunto optimizado de parámetros de métodos.

### 4.2 Repetibilidad

Repetibilidad, o el acuerdo entre las determinaciones de replicadas, es expresada cuantitativamente como la desviación estándar relativa (RSD).

### 4.3 Fuentes de Error

Una de las ventajas del análisis volumétrico es la precisión y la excelente exactitud. Las fuentes de error se pueden agrupar en muestreo, titulador y estándares, las reacciones químicas, determinación y cálculos del punto final.

#### 4.3.1 Muestras de Errores

- Selección de una muestra no homogénea o no-representativa;
- Muestra cambiada o fue contaminada durante la recolección, almacenamiento o transferencias;
- Mala técnica al transferir la muestra al vaso de precipitados o matraz;
- Errores en la balanza, calibrar y verificar saldo regularmente.

#### 4.3.2 Errores con Titulante y Estándar

##### 4.3.2.1 Errores de Preparación

Preparación incorrecta debido a:

- Mala técnica en el pesaje de la sal o al transferir a cristalería volumétrica;
- Baja pureza de sales o agua utilizada para preparar el titulador y estándar;
- Cristales mojados o sucios;
- Almacenamiento inadecuado de titulador o estándar que permite que el agua se deteriore o evaporación;
- La falta de estandarizar con frecuencia para ajustar el cambio en el titulador;
- Falla al descargar el titulador desde la tubería con un volumen del titulador antes de normalización;
- Errores de volumen de pipetas y matraces aforados, es requerida cristalería grado A;
- Errores de balanza al pesar sales, calibrar y verificar balanza regularmente.



# TEORIA TITULACION

## 4.3.2.2 Errores Dispensación

Suministro incorrecto debido a:

- Volumen muerto y válvulas con fugas;
- Falta de exactitud en el motor de impulsión del y golpe por mala regulación del engrane;
- Sello pobre pistón de bureta;
- Diámetro no-uniforme del cilindro de cristal de la bureta;
- Incompatibilidad química con tubería o generación de burbuja;
- Cambios de temperatura de densidad en el titulador.
- Volumen inadecuado para cubrir el electrodo.

## 4.3.3 Errores de reacción química

- Solvente inadecuado o muestra, resultando en reacciones de lado;
- Mezcla pobre del titulador y solvente o muestra en el recipiente de valoración;
- Reacción entre titulador y la muestra no es rápida;
- La reacción no se va completar;
- La reacción tiene reacciones secundarias.

## 4.3.4 Determinación Errores Puntos Finales

La mayoría de las titulaciones manuales utilizan un indicador visual para indicar que ha alcanzado el punto final y la titulación se debe suspender. Las titulaciones automáticas pueden utilizar electrodos potenciométricos para determinar el final de una titulación y el punto de equivalencia. Existen dos métodos predominantes utilizados para determinar el punto de equivalencia, primera dispersión y segunda dispersión.

Normalmente se asume que el punto de inflexión de una curva potenciométrica ( $D$  mV vs volumen) es el punto de equivalencia. La primer dispersión a menudo se utiliza para determinar el punto de inflexión. El valor máximo de la primer dispersión ( $D$  mV vs.  $D$  V) corresponde a la equivalencia teórica punto. Durante una titulación es raro tener unos datos que apunten exactamente la primera dispersión máximo, el valor máximo se determina por interpolación los primeros puntos de datos dispersados.

La segunda dispersión ( $D^2$  mV vs  $DV^2$ ) también se puede utilizar para determinar el punto de equivalencia, y puede ofrecer ventajas sobre el primer método de dispersión. La segunda dispersión tiene una sensibilidad aumentada a los pequeños puntos de inflexión y más fácil evaluación numérica del punto de equivalencia actual. El valor donde la segunda dispersión es igual a cero es el punto de equivalencia. La segunda dispersión requiere menos puntos ubicados cerca del punto de equivalencia, donde a menudo no se obtienen datos o no son tan confiables.

Errores en la determinación del punto final pueden resultar de:

- Señales incorrectas del sensor;
- Dispersión del sensor;
- Sensor o instrumento tiene respuesta lenta, mantenga sensores en buenas condiciones;
- Ajuste inadecuado en el titulador.

# TEORIA TITULACION

## 5 CALCULOS

### 5.1 Ecuaciones Utilizadas en las Titulaciones Volumétricas Karl Fischer

#### 5.1.1 Calculo del contenido de agua como % de masa desde muestras medidas por masa

$$C_{sample} = \frac{V_{titrant} \times Titer}{m_{sample} \times (1000 \text{ mg/g})} \times 100$$

C muestra	Concentración de la Muestra (% w/w)
V titulante	Volumen de Titulante (mL)
Titulante	Titulante Titulado (mg/mL)
m muestra	Masa de la Muestra (g)

#### 5.1.2 Calculo del contenido de agua como % de masa desde muestras medidas por volumen

$$C_{sample} = \frac{V_{titrant} \times Titer}{V_{sample} \times d_{sample} \times (1000 \text{ mg/g})} \times 100$$

C muestra	Concentración de la Muestra (% w/w)
V titulante	Volumen de Titulante (mL)
Titulante	Titulante Titulado (mg/mL)
V muestra	Volumen de la Muestra (mL)
d muestra	Densidad de la Muestra (g/mL)

#### 5.1.3 Calculo del contenido de agua como % de volumen desde muestras medidas por volumen

$$C_{sample} = \frac{V_{titrant} \times Titer}{V_{sample} \times d_{water} \times (1000 \text{ mg/g})} \times 100$$

C muestra	Concentración de la Muestra (% v/v)
V titulante	Volumen de Titulante (mL)
Titulante	Titulante Titulado (mg/mL)
V muestra	Volumen de la Muestra (mL)
d agua	Densidad del Agua en Análisis Temperatura (g/mL)

#### 5.1.4 Calculo del contenido de agua como % de masa substrayendo la Tasa de Dispersión de Fondo

$$C_{sample} = \frac{(V_{titrant} \times Titer) - [Drift \times t \times (1 \text{ mg} / 1000 \mu\text{g})]}{m_{sample} \times (1000 \text{ mg/g})} \times 100$$

C muestra	Concentración de la Muestra (% w/w)
V titulante	Volumen de Titulante (mL)
Titulante	Titulante Titulado (mg/mL)
Dispersión	Tasa Dispersión de Fondo ( $\mu\text{g}/\text{min}$ )
t	Duración Titulación (min)
m muestra	Masa de la muestra (g)

# TEORIA TITULACION

## 5.1.5 Calculo del contenido de agua en Muestras de Disolución Externas

$$C_{sample} = \left[ \frac{m_{solvent} \times (C_{solution} - C_{solvent})}{m_{sample}} + C_{solution} \right] \times 100$$

C muestra	Concentración de la Muestra (% w/w)
m solvente	Masa de Solvente (g)
m muestra	Masa de Muestra (g)
C solución	Contenido de Agua de Muestra Disuelta (w/w)
C solvente	Contenido de Agua del Solvente (w/w)

## 5.1.6 Calculo del contenido de agua en Muestras de Extracción Externas

$$C_{sample} = \frac{m_{solvent} \times (C_{supernatant} - C_{solvent})}{m_{sample} \times (1 - C_{supernatant})} \times 100$$

C muestra	Concentración de la Muestra (% w/w)
m solvente	Masa de Solvente (g)
m muestra	Masa de Muestra (g)
C supernatante	Contenido de Agua del Supernatante (w/w)
C solvente	Contenido de Agua del Solvente (w/w)

## 5.1.7 Calculo del contenido de agua en Muestras Gaseosas

El contenido de agua de los gases es normalmente reportado en unidades de  $\mu\text{g/L}$  o  $\text{mg/L}$ .

$$C_{sample} = \frac{V_{titrant} \times \text{Titer}}{\text{Flow Rate} \times \text{Flow Duration}}$$

C muestra	Concentración de la Muestra ( $\text{mg/L}$ )
V titulante	Volumen de Titulante (mL)
Titulante	Titulante Titulado ( $\text{mg/mL}$ )
Tasa de Flujo	Tasa de Flujo Muestra ( $\text{L/min}$ )
Duración Flujo	Tiempo Extracción Muestra (min)

Para calcular el contenido de agua en % peso/peso la masa del gas introducido en el vaso de titulación debe ser conocido. Esto se puede determinar mediante cálculos usando las leyes de los gases ideales o midiendo la masa del recipiente antes y después de una titulación.

## 5.1.8 Calculo de titulante (equivalente de agua del titulante) dihidrato de tartrato de sodio que contiene 15.66% de agua por peso

$$C_{titrant} = \frac{m_{sample} \times C_{tartrate}}{V_{titrant}}$$

C titulante	Titulante Titulado ( $\text{mg/mL}$ )
m muestra	Masa de la Muestra (g)
C tartrato	Contenido de Agua del Tratrato (156.6 $\text{mg/g}$ )
V titulante	Volumen de Titulante (mL)

## 5.1.9 Calculo de la Titulación (agua equivalente del titulante) utilizando estándares de agua

$$C_{titrant} = \frac{m_{sample} \times C_{std}}{V_{titrant}}$$

C titulante	Titulante Titulado (mg/mL)
m muestra	Masa de la Muestra (g)
C estándar	Contenido de Agua del Estándar (mg/g)
V titulante	Volumen de Titulante (mL)

## 5.2 Ecuaciones Utilizadas en las Titulaciones

Las principales variables utilizadas para calcular un resultado de una titulación son el volumen de la muestra, la concentración de la titulación y el volumen del titulador requerido para alcanzar el punto de equivalencia. En el punto de equivalencia, un número igual de equivalentes del analito y titulador ha sido agregado.

### 5.2.1 Cálculos de la Muestra por Masa

$$C_{sample} = \frac{V_{titrant} \times C_{titrant} \times Ratio}{m_{sample}}$$

C muestra	Concentración Muestra (g/100g)
V titulante	Volumen del titulante
C titulante	Concentración del Titulante (eq/L)
Tasa	Tasa equivalencia analito/ titulante (mol analito/ eq
titulante)	
FW analito	Formula Peso del Analito (g/mol)
m muestra	Masa de la Muestra (g)

### Por Volumen

$$C_{sample} = \frac{V_{titrant} \times C_{titrant} \times Ratio}{V_{sample}}$$

C muestra	Concentración Muestra (g/100mL)
V titulante	Volumen del titulante
C titulante	Concentración del Titulante (eq/L)
Tasa	Tasa equivalencia analito/ titulante (mol analito/ eq
titulante)	
FW analito	Formula Weight of the Analyte (g/mol)
V muestra	Volume of Sample (mL)

### 5.2.2 Estandarizando el Titulante

Estandarización del titulante es el segundo más importante cálculo en las titulaciones. Un estándar primario es titulado con el fin de determinar la concentración de la titulación. Esto es esencialmente una titulación típica calculada en "a la inversa", donde se conoce la concentración de la solución y el titulador es desconocido.

## Por Masa

$$C_{titrant} = \frac{m_{standard} \times Ratio}{FW_{standard} \times V_{titrant}}$$

C titulante	Concentración Titulante (N)
m estándar	Estándar de Masa (g)
Tasa	Tasa equivalencia analito/ titulante (eq titulante/mol estándar)
FW estándar	Formula de Peso del Estándar (g/mol)
V titulante	Volumen de Titulante (L)

## Por Volumen

$$C_{titrant} = \frac{V_{standard} \times (1L/1000mL) \times C_{standard}}{V_{titrant}}$$

C titulante	Concentración de titulante (N)
V estándar	Volumen de Estándar (mL)
C estándar	Concentración de Estándar (eq/L)
V titulante	Volumen de Titulante (L)

### 5.2.3 Titulación en Blanco

En una titulación en blanco se realiza una pre-titulación, muchas veces en el solvente que se utiliza para la titulación de la muestra, y observa el volumen de la titulación requerido para alcanzar el punto final. Este valor en blanco anula el error debido al titulador necesario para reaccionar con los componentes de la matriz de la solución de la titulación. La ecuación básica de la titulación se puede utilizar para una titulación en blanco, con la única modificación que el volumen del titulador utilizado en la titulación en blanco debe ser sustraído desde el volumen del titulador de la titulación regular.

$$C_{sample} = \frac{C_{titrant} \times (V_{sample} - V_{blank}) \times Ratio \times FW_{analyte}}{m_{sample}} \times 100$$

C Muestra	Concentración Muestra (g/100g)
C titulante	Concentración Titulante (eq/L)
V muestra	Volumen de Titulante requerido para la muestra (L)
V blanco	Volumen de Titulante requerido para el blanco (L)
Tasa	Tasa equiv. a analito/ titulante (mol analito/eq titulante)
FW analito	Formula de Peso del Analito (g/mol)
m muestra	Masa de la Muestra (g)

### 5.2.4 Titulación Punto Final Múltiple

Algunas titulaciones tienen dos o más puntos finales, cada uno correspondiente al punto de equivalencia para una reacción específica. Múltiples titulaciones de punto final son similares a una titulación en blanco en la que el volumen del titulador requerido para alcanzar el primer punto final es sustraído desde el volumen del titulador. Algunas titulaciones tienen dos o más puntos finales, cada uno correspondiente al punto de equivalencia para una reacción específica. Múltiples titulaciones de punto final son similares a una titulación en blanco en la que el volumen del titulador requerido para alcanzar el primer punto final es sustraído desde el volumen del titulador

$$C_{sample 1} = \frac{V_{titrant 1} \times C_{titrant} \times Ratio \times FW_{analyte 1}}{m_{sample}} \times 100$$

$$C_{sample\ 2} = \frac{(V_{titrant\ 2} - V_{titrant\ 1}) \times C_{titrant} \times Ratio \times FW_{analyte\ 2}}{m_{sample}} \times 100$$

$$C_{sample\ 3} = \frac{(V_{titrant\ 3} - V_{titrant\ 2}) \times C_{titrant} \times Ratio \times FW_{analyte\ 3}}{m_{sample}} \times 100$$

	C muestra1	Muestra 1 Concentración (g/100g)
	C muestra2	Muestra 2 Concentración (g/100g)
	C muestra3	Muestra 3 Concentración (g/100g)
punto final (L)	V titulante 1	Volumen de titulante requerido para alcanzar el primer punto final (L)
punto final (L)	V titulante 2	Volumen de titulante requerido para alcanzar el segunda punto final (L)
punto final (L)	V titulante 3	Volumen de titulante requerido para alcanzar el tercer punto final (L)
	C titulante	Concentración de titulante (N)
titulante)	Tasa	Tasa equivalencia de analito/ titulante (mol analito/ eq titulante)
	FW analito 1	Peso Formula del Analito 1 (g/mol)
	FW analito 2	Peso Formula del Analito 2 (g/mol)
	FW analito 3	Peso Formula del Analito 3 (g/mol)
	m muestra	Peso de la Muestra (mL)

### 5.2.5 Titulación por Retroceso

La ecuación utilizada en los cálculos de la titulación posterior también es similar a la ecuación para una titulación en blanco. En lugar de substraer la cantidad inicial del titulador necesario para reaccionar con el espacio en blanco, la cantidad de la segunda titulación necesaria para reaccionar con el exceso de titulante en la primera titulación es substraer la cantidad del primer titulante agregado. La diferencia entre las dos cantidades es la cantidad de titulación necesaria para llegar al primer punto de equivalencia

$$C_{sample} = \frac{(C_{titrant\ 1} \times V_{titrant\ 1} - C_{titrant\ 2} \times V_{titrant\ 2}) \times Ratio \times FW_{analyte}}{V_{sample}} \times 100$$

	C muestra	Concentración Muestra (g/100mL)
	C titulante 1	Concentración de Titulante 1 (N)
	V titulante 1	Volumen de titulante 1 (L)
	C titulante 2	Concentración de titulante 2 (N)
	V titulante 2	Volumen de titulante 2 (L)
titulante)	Tasa	Tasa equivalencia de analito/ titulante (mol analito/ eq titulante)
	FW analito	Peso Formula del Analito (g/mol)
	V muestra	Volumen de muestra (mL)

# TEORIA TITULACION

## 6 GLOSARIO

### **Acido**

Una especie química que puede donar uno o más protones (iones de hidrogeno).

### **Titulación Acido-Base**

Titulaciones de neutralización estequiométrica, basadas en la reacción que ocurre entre un ácido u una base.

### **Actividad**

Una propiedad física que corresponde a la concentración de todos los iones en una solución. Electrodo responden a la actividad.

### **Titulación Amperométrica**

Titulaciones donde el flujo de corriente entre dos electrodos (a menudo electrodo de metal y electrodo de referencia) son utilizados para monitorear el progreso de la titulación.

### **Analito**

La especie química a ser medida en una titulación.

### **Titulación Argentométrica**

Titulaciones que utilizan plata (nitrato) como el titulante. Estas titulaciones son típicamente titulaciones de precipitación.

### **Titulador Automático**

Un instrumento diseñado para llevar a cabo una titulación en forma automática. Este puede agregar la cantidad apropiada de titulante, determinar el punto final y calcular los resultados.

### **Titulación por Retroceso**

Un tipo de titulación en donde una cantidad en exceso de titulante es agregada a la muestra para forzar que una reacción lenta llegue a su compleción. El exceso de reactivo es luego titulado como titulación por "retroceso" como un segundo titulante.

### **Base**

Una especie química que puede aceptar uno o más protones (iones de hidrogeno).

### **Indicación Biamperométrica**

Utiliza un electrodo de pasador de platino doble para medir el flujo de corriente a través de una solución.

### **Indicación Bivoltamétrica**

Utiliza un electrodo de pasador de platino doble para medir el voltaje requerido para mantener un flujo de corriente constante a través de una solución de titulación mientras es aplicado un voltaje constante a lo largo de los elementos de platino del electrodo.

### **Bureta**

Una pieza cilíndrica de vidrio graduado de laboratorio que es utilizada para dispensar una cantidad precisa de solución.

### **Compleción**

Una especie en donde el ion central metálico es enlazado en forma covalente a uno o más grupo de electrones donantes llamados ligandos.

### **Titulaciones Complejométricas**

Los iones de metal son titulados utilizando un titulante que lo enlaza firmemente. Los titulantes a menudo contienen Acido Etilenodiaminetetraacético (EDTA) o Acido Ciclohexilenedinitrilotetraacético (CDTA).



# TEORIA TITULACION

---

## **Punto Final**

El punto donde se detiene una valoración porque tiene un cambio físico en la solución indica una titulación completa. La titulación de punto final normalmente coincide con el punto de equivalencia. Un valor fijo de punto final (pH o mV), también se puede utilizar. La titulación se detendrá en el punto deseado sin importar si la titulación está completa.

## **Punto de equivalencia**

El punto donde la cantidad del titulador es estequiométrica igual a la cantidad de analito.

## **Formal**

El número teórico de equivalentes por litro de la solución. Se utiliza en soluciones donde la concentración exacta de una especie puede ser afectada por los otros iones presentes, por consiguiente la concentración indicada pasa a no ser exactamente correcta.

## **Análisis gravimétrico**

Una determinación cuantitativa de un analito basado en la masa del sólido.

## **Electrodo indicador**

Un electrodo que responde a las especies de interés. El potencial del electrodo es proporcional a la concentración o la actividad de ese ión en la solución que se está midiendo.

## **Indicadores**

Indicadores químicos son típicamente tintes orgánicos que cambian de forma bajo diferentes condiciones físicas, provocando un cambio de color que puede ser visto por un analista. Es usado típicamente en titulaciones manuales. Indicadores químicos han sido reemplazados con indicadores electrométricos, que se utilizan con tituladores automáticos.

## **Punto de inflexión**

El punto de una curva de titulación donde la segunda de dispersión cambia su signo.

## **Electrodo Ion Selectivo (ISE)**

Un electrodo que responde a un ion específico, el potencial del electrodo es proporcional

## **Titulación Karl Fischer**

Una titulación que usa una reacción química que es específica para la determinación del agua.

## **Titulación Manual**

Una titulación que se realiza en forma manual, el analista debe agregar la cantidad apropiada de titulador, determinar el punto final y calcular los resultados.

## **Molar**

La concentración de un soluto en una solución.

## **Mol (mol)**

Una cantidad de una especie química. Es el peso molecular de una sustancia en gramos igual a la masa de un mol de la sustancia. Un mol equivale a  $6.022 \times 10^{23}$  átomos o moléculas.

## **Monocromador**

Un dispositivo que permite sólo el paso de un rango limitado de longitudes de onda a través de este separando la luz en diferentes longitudes de onda.

## **Titulación Punto Final Múltiples**

Una titulación que reacciona múltiples especies en solución secuencialmente usando el mismo titulante.

La concentración de cada analito se puede determinar desde sus respectivos puntos finales.

## **Ecuación de Nernst**

La ecuación fundamental sobre el voltaje de la célula a la concentración de una solución.



# TEORIA TITULACION

---

## **Neutralización**

Una reacción química donde un ácido y una base reacciona para formar una sal neutra y agua.

## **No acuoso**

Una solución que no contiene agua.

## **Titulación no Acuosa**

Una titulación que es preformada en soluciones no acuosas. Normalmente se utiliza para titular ácido y bases muy débiles para eliminar efecto del nivel de agua que tiene en todos los ácidos y bases disueltos en este.

## **Normal**

La concentración de una solución que representa cualquier diferencia estequiométrica entre las distintas especies en una solución.

## **Potencial de Reducción de Oxidación (ORP)**

Una tensión generada en una solución que es el resultado de la relación de la oxidación para reducir las especies. Medidas típicamente potenciométricamente con un sensor ORP.

## **Oxidante**

Las especies que está aceptando electrones en una reacción redox.

## **Pipeta**

Aparatos científicos que se utilizan para entregar los volúmenes exactos de líquidos.

## **Ácido Polipróticos**

Ácidos que son capaces de donar más de un protón por molécula de ácido

## **Titulación Potenciométrica**

Una titulación en la que el punto final se determina mediante el control del voltaje de la solución utilizando un electrodo.

## **Titulación de Precipitación**

Una titulación en la que el analito reacciona con el titulador para formar un compuesto no soluble.

El punto final es detectado típicamente con un ISE sensible ya sea al analito o al titulador.

## **Reactivo**

El producto químico agregado en una titulación que provoca la reacción dada a ocurrir.

## **Reacción de Oxidación-Reducción (redox)**

Una reacción química en la que los átomos involucrados en la reacción tienen sus números de oxidación cambiados. La reducción es la ganancia de electrones, la cual reduce el número de oxidación. La oxidación es la pérdida de electrones, lo que aumenta el número de oxidación.

## **Reductores**

El electrón donante en una reacción redox.

## **Electrodo de Referencia**

Un electrodo que proporciona un potencial de electrodo constante. Se utiliza en combinación con un electrodo "indicador", teniendo en cuenta el potencial del electrodo "indicador" a ser medido.

## **Desviación Estándar Relativa (RSD)**

Una medida de la cantidad de variación relativa en un conjunto de datos. Se calcula dividiendo la desviación estándar por la media:  $RSD = \frac{\text{Desviación Estándar de } X}{\text{Media de } X} \times 100$

## **Repetibilidad**

La variación en las mediciones de muestras tomadas por una sola persona o instrumento bajo las mismas condiciones.

---

## **Titulación Espectrofotométrica**

Una titulación en la que el punto final está marcado por un cambio en el color y/o la intensidad del color.

## **Estequiometría**

La relación cuantitativa de los reactivos y productos en una reacción química.

## **Titulador**

El producto químico agregado en una titulación que provoca la reacción dada a ocurrir.

## **Titulación**

Un procedimiento cuantitativo, volumétrico utilizado en química analítica para determinar la concentración de un analito en solución. Se determina la concentración del analito lentamente agregando un titulador para la solución. Cuando se agrega el titulador, ocurre una reacción química entre el titulador y el analito.

## **Curva de titulación**

Un gráfico que contiene los datos físicos obtenidos para una titulación. Los datos ploteados son a menudo una variable independiente (volumen del titulador) frente a una variable dependiente (pH de la solución).

Desde la curva de titulación, se puede determinar el punto de equivalencia o punto final.

