

Titulación Karl Fischer volumétrico HI 933/903



CONFIGURACIÓN DE
MÉTODOS
SOLUCIÓN DE ERRORES
MMTO PREVENTIVO

Contenido

- Configuración y optimización de metodologías.
- Solución de errores.
- Reactivos para Karl Fischer.
- Mantenimiento preventivo y consumibles.



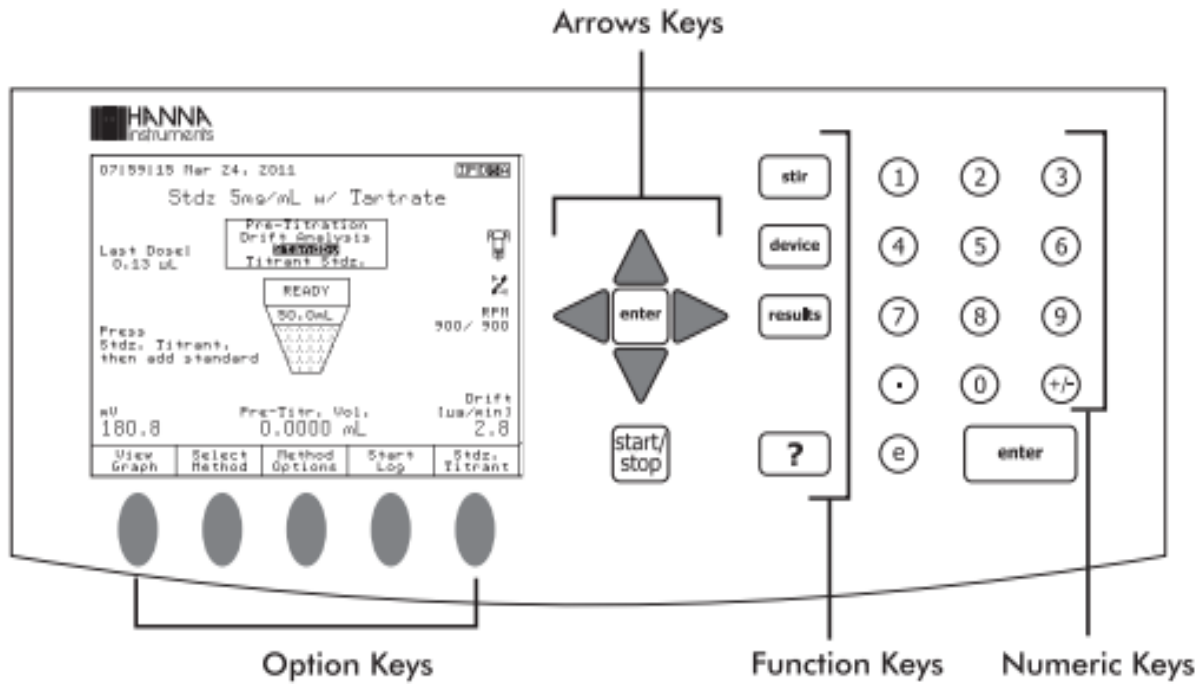
Revisión previa

- Condiciones de muestra, reactivos y lugar de trabajo.
- Revisar la muestra que se quiere analizar: Grasa, aceite, crudo, polvos, semisólidos, alimentos.
- Aspectos físicos como la viscosidad y homogenizar aquellas muestras donde hay separación rápida del agua.
- Revisar la concentración teórica de agua que pueda tener la muestra.
- Seleccionar correctamente los reactivos, acorde a las propiedades químicas de la muestra.
- Generar una configuración del método donde se garantice:
 - Homogenización completa de la muestra en el medio o solvente de titulación.
 - Acorde al contenido de agua, configurar las dosis adecuadas de titulante.
- Revisar que el ambiente de trabajo donde se instala el equipo no esté con flujos de aire que afecten la lectura y análisis de derivas.

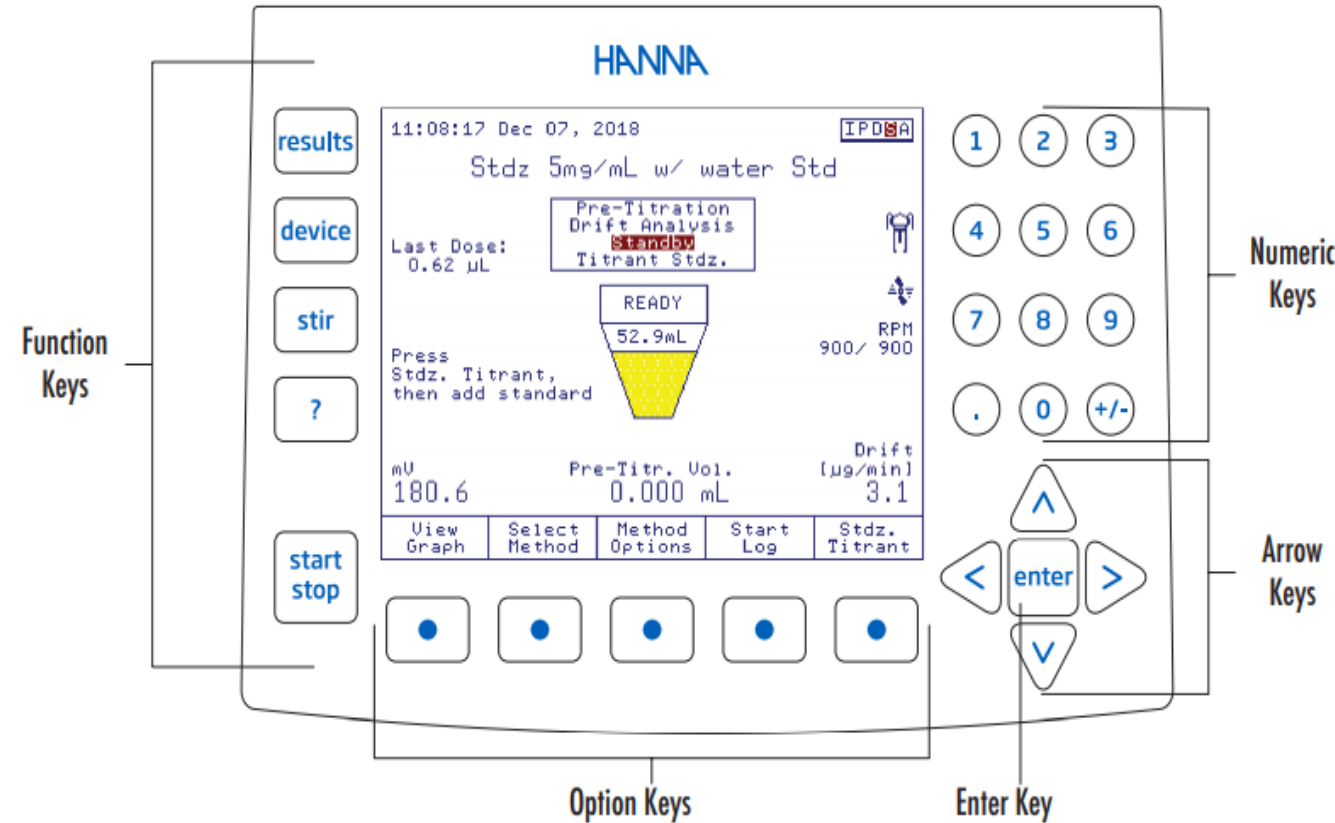


HI 933/ 903 Configuración de métodos

Disposición de teclado



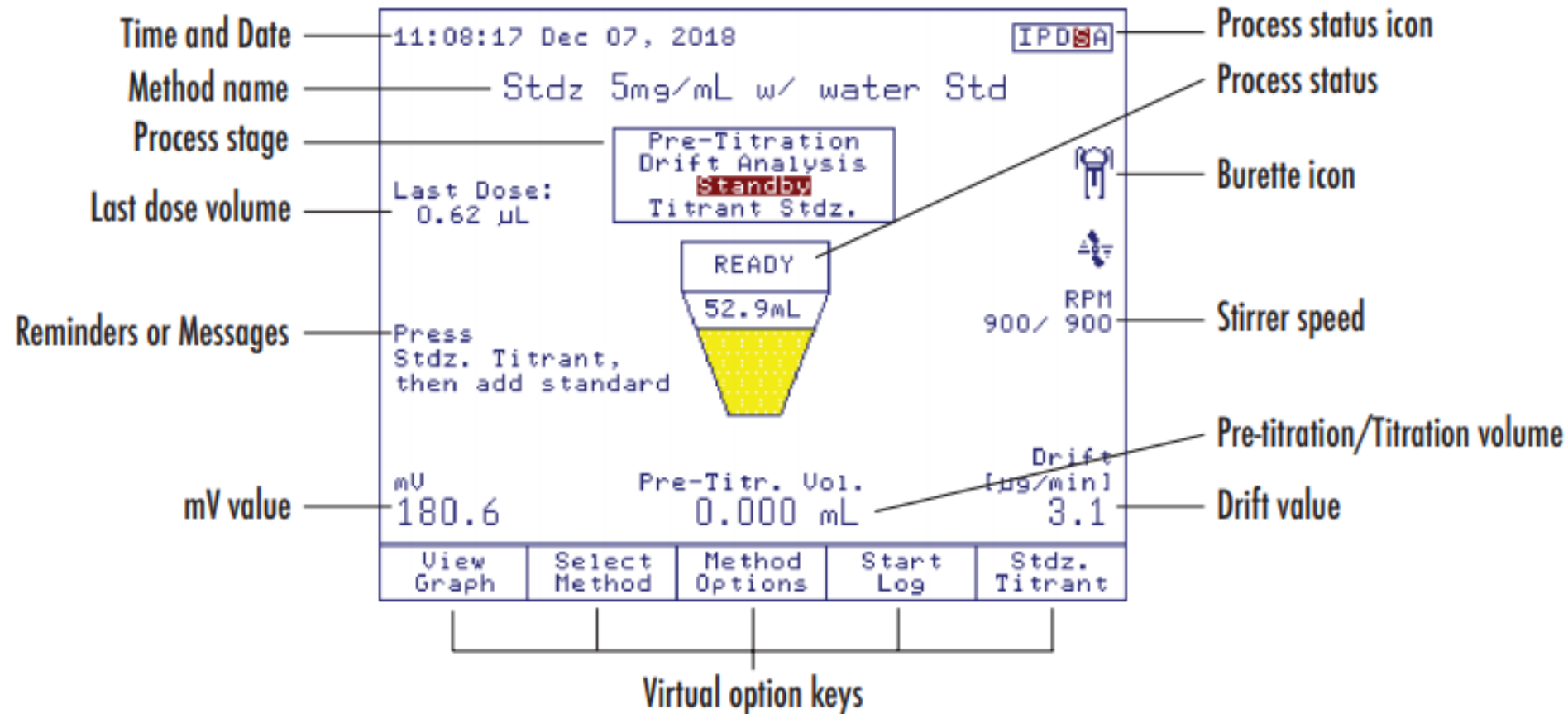
HI 903



HI 933

HI 933/ 903 Configuración de métodos

Disposición de la pantalla



HI 903 / HI 933

Configuración y optimización de metodologías

Creación y configuración de métodos

1. Creación de un método nuevo

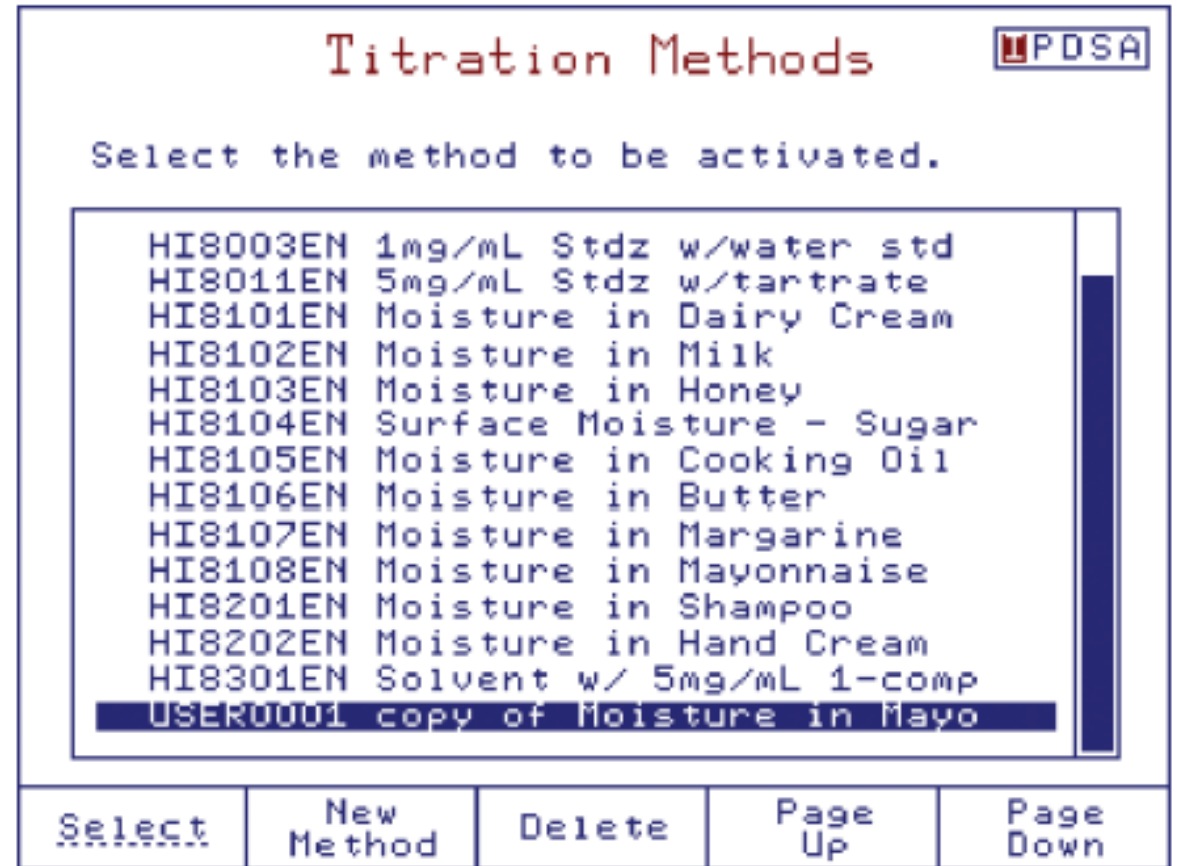
1.1. Seleccione un método ya creado del listado de metodologías, en la función “*SELECT METHOD*”

1.2. Cree un método mediante la función “*Nuevo método*”

1.3. Se creará un método con el nombre “Copia de XXXXX” y seleccione este método.

1.4. Ahora seleccione la función “*OPCIONES DE MÉTODO*”

1.5. En este momento ya podemos personalizar y optimizar el método.



Creación y configuración de métodos

2. Función Opciones de método

Una vez el método sea creado seleccionamos la función “OPCIONES MÉTODO” aquí es donde iniciamos a configurar nuestro método de USUARIO.

2.1. **Nombre:** Asignamos un nombre desde el equipo o con ayuda de un teclado externo.

2.2. **Revisión de método:** Asignamos la revisión del método que se esta creando.

2.3. **Tipo:**

Análisis muestra: Si estamos creando un método para la lectura de nuestra muestra

Estandarización titulante: Si estamos creando un método para realizar la estandarización (título) de nuestro titulante. (gota agua, tartrato de sodio o estándar de ampollita).

View / Modify Method PDSA

Id: USER0003 Modified: Apr 02, 2019 08:41
Select the option to be modified.

Name:	copy of Moisture in Mayo
Method Revision:	1.0
Type:	Sample Analysis
Predispensing Amount:	None
Pre-Analysis Stir Time:	10 Sec
Stirring Speed:	900 RPM
Stirbar Type:	Medium
Drift Entry:	Automatic
Solvent:	Methanol
Sample Parameters:	
Titrant:	Composite 5
Control Parameters:	
Termination Parameters:	
Result Unit:	∞

Select Escape Print Method

Method Type

Choose the method application type.

Sample Analysis
Titrant Standardization

2. Función Opciones de método

2.4. Volumen pre-dispensación:

- Esta función permite reducir el tiempo de análisis si se conoce el contenido de H₂O teórico en la muestra.
- El equipo dosificará al inicio un porcentaje de volumen de titulante.
- El equipo tiene en cuenta el tamaño de la bureta y el de la muestra suministrado.
- De no conocer el contenido de H₂O teórico se recomienda usar 0%
- No se recomienda usar el 90% debido a que genera resultados erróneos.
- Un 50% se recomienda para reacciones rápidas.

Predispensing Amount

Enter the percentage of titrant volume that will be predispensed.

40 %

Low Limit: 0 %
High Limit: 90 %

ACCEPT	Escape	Delete Digit	
--------	--------	--------------	--

Add Sample

Please add the sample and enter the sample size.

Estimated Conc. 1.000 %

Sample Size 0.2623 g

Optimal Limits
Low Limit: 0.15 g
High Limit: 0.35 g

Press <Start Analysis> to start the sample analysis.

Start Analysis	Escape	Delete Digit	Next
----------------	--------	--------------	------

2. Función Opciones de método

2.5. Tiempo Agit. Pre-Análisis:

- Esta función permite homogenizar la muestra antes de empezar a dosificar el titulante.
- Cuando se adiciona la muestra, el titulador agita por el tiempo establecido antes de dosificar titulante (*excluyendo el volumen de pre-dispensación*).
- La finalidad es que la muestra se disuelva en el medio (solvente) y no forme capas o fracciones de muestra sin disolver. (ocasiona falsos resultados y contaminación del medio).
- Si no se disuelve o se homogeniza la muestra, es un indicio de que el solvente no es el adecuado para esta.

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		
--------	--------	-----------------	--	--

2. Función Opciones de método

2.6. Velocidad de agitación :

- Esta función permite homogenizar la muestra con el medio (solvente) y el titulante cada vez que se dosifica.
- Se recomienda para muestras líquidas 900-1100 rpm.
- Para muestras densas o poca solubilidad, 1100 y máx. 1300 rpm.
- Generar turbulencia en el vaso de titulación por agitación, ocasiona inestabilidad en lecturas y errores en el resultado.

2.7. Entrada de deriva:

Se recomienda que la adquisición de deriva sea automática.

La deriva de usuario se usa cuando se sabe previamente el histórico de derivas y que estas son estables con el tiempo.

The image shows two screenshots of a handheld instrument's menu system. The top screenshot is titled 'Stirring Speed' and prompts the user to 'Enter the speed of the stirrer during the titration.' The current value is '500 RPM'. Below this, it shows 'Low Limit: 200 RPM' and 'High Limit: 2000 RPM'. At the bottom of this screen are four buttons: 'Accept', 'Escape', 'Delete Digit', and an empty button. The bottom screenshot is titled 'Drift Entry' and prompts the user to 'Choose the drift entry mode.' Two options are listed: 'Automatic' and 'User'. The 'Automatic' option is currently selected. At the bottom of this screen are four buttons: 'Select', 'Escape', and two empty buttons.

2. Función Opciones de método

2.8. Parámetros de muestra

2.8.1 Determinación de muestra:

Sample Parameters

Select the option to be modified.

Sample Determ.:	Normal
Sample Name:	Mayonnaise
Sample Type:	Mass
Sample Size:	0.7500 g

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

Normal

El análisis se realiza mediante titulación directa de la muestra. La muestra es soluble en el solvente o finamente dividida con una distribución homogénea de agua.

Sample Parameters

Select the option to be modified.

Sample Determ.:	External Extraction
Sample Name:	Mayonnaise
Sample Size:	0.7500 g
External Solvent Size:	40.0000 g
External Solvent Conc.:	0.0100 %
Extracted Sample Size:	1.0000 g

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

Extracción Externa

La muestra es insoluble en el solvente y es necesaria una extracción externa del agua.

Sample Parameters

Select the option to be modified.

Sample Determ.:	External Dissolution
Sample Name:	Mayonnaise
Sample Size:	0.7500 g
External Solvent Size:	40.0000 g
External Solvent Conc.:	0.0100 %
Dissoluted Sample Size:	1.0000 g

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

Disolución Externa

La muestra tiene un contenido de agua muy alto, una distribución de agua no homogénea o se disuelve lentamente. La muestra se disuelve en un recipiente aparte y luego se titula una pequeña cantidad del solvente.

2. Función Opciones de método

2.9. Estándar (únicamente para método de estandarización de titulante)

Esta función permite seleccionar el estándar con el cual voy a validar el titulante, en el mercado se encuentran:

Ampolletas (líquidos)

En polvo: Tartrato de sodio para KF, de usarlo se recomienda un tiempo de pre-agitación de 180 seg con agitación de 1000 rpm.

Agua destilada: Gota de agua, como este no es un estándar certificado, se crea mediante la opción “Nuevo estándar” y luego se configura con la opción “editar”.

Standard Database

Select the KF standard to be modified.

KF Standard	
Liquid 10 mg/g	
Liquid 1.0 mg/g	
Liquid 0.1 mg/g	
Sodium Tartrate	

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

Select	Escape	Edit	New Standard	Delete
--------	--------	------	--------------	--------

2. Función Opciones de método

2.10. Titulante

Esta función permite seleccionar el titulante con el cual se esta trabajando:

Los titulante se encuentran comercialmente definidos así:

- Titulante de un componente con concentración de 1 mg/ml, 2 mg/ml o 5 mg/ml, disueltos en metanol o etanol.
- Titulante de dos componentes con concentración de 2 mg/ml o 5 mg/ml, disueltos en metanol o etanol.

Si el titulante no esta, se crea uno mediante la función “nuevo titulante” y se configura con la función “editar”.

Titrant Database

Select the KF titrant to be modified.

Composite 5
Composite 2
Composite 1

Titrant Type: One-comp. (Ketone/Aldehyde)
Nominal Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
Standardized Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
Date/Time: Nov 13, 2018 17:10
Titrant Age Reminder: Disabled

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

Titrant Type

Select the Karl Fischer titrant type.

One-component
One-comp. (Ketone/Aldehyde)
Two-components, Methanol
Two-components, Ethanol
Others

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

Nominal Titrant Conc.

Enter the nominal titrant concentration.

5.0000 mg/mL

Low Limit: 0.0010 mg/mL
High Limit: 20.0000 mg/mL

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

2. Función Opciones de método

2.11. Parámetros de control

2.11.1. Modo de inicio:

Precaución: La dosificación del titulante comienza con la dosis mínima para evitar una titulación excesiva.

Normal: la dosificación del titulante comienza con el valor mediano entre el mínimo y el máximo (es decir, dosis mínima de 5 μ L, dosis máxima de 25 μ L, la primera dosis será de 15 μ L).

Start Mode

Select the KF titration start mode.

Cautious
Normal

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

Control Parameters

Select the option to be modified.

Start Mode:	Normal
Imposed Current:	20 μ A
Dosing Parameters:	
Max Dosing Mode:	Disabled
Timed Increment:	1 second
End Point Value:	180.0 mV
Signal Averaging:	3 Readings
Flow Rate:	10.0 mL/min

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

2. Función Opciones de método

2.11. Parámetros de control

2.11.2. **Corriente impuesta:** Indica la cantidad de corriente que el equipo envía al electrodo para controlar la dosificación de titulante adicional permite titulaciones mas rápidas. Se recomienda corrientes de 20 μA , para muestras con muy bajo contenido de agua (0,05% a 0.1%) se pueden emplear entre 10 y 15 μA . Emplear corrientes de 30 y 40 μA , tiende a contaminar los pines del electrodo.

Imposed Current

Choose the imposed current value in μA .

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

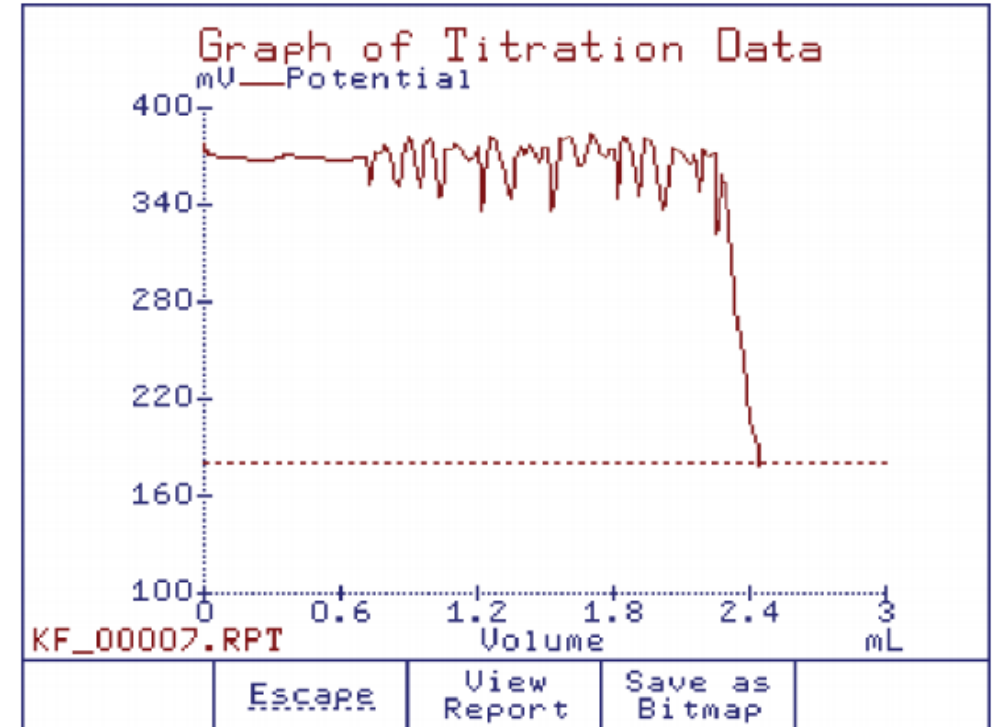
Select	Escape			
--------	--------	--	--	--

Control Parameters

Select the option to be modified.

Start Mode:	Normal
Imposed Current:	20 μA
Dosing Parameters:	
Max Dosing Mode:	Disabled
Timed Increment:	1 second
End Point Value:	180.0 mV
Signal Averaging:	3 Readings
Flow Rate:	10.0 mL/min

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



2. Función Opciones de método

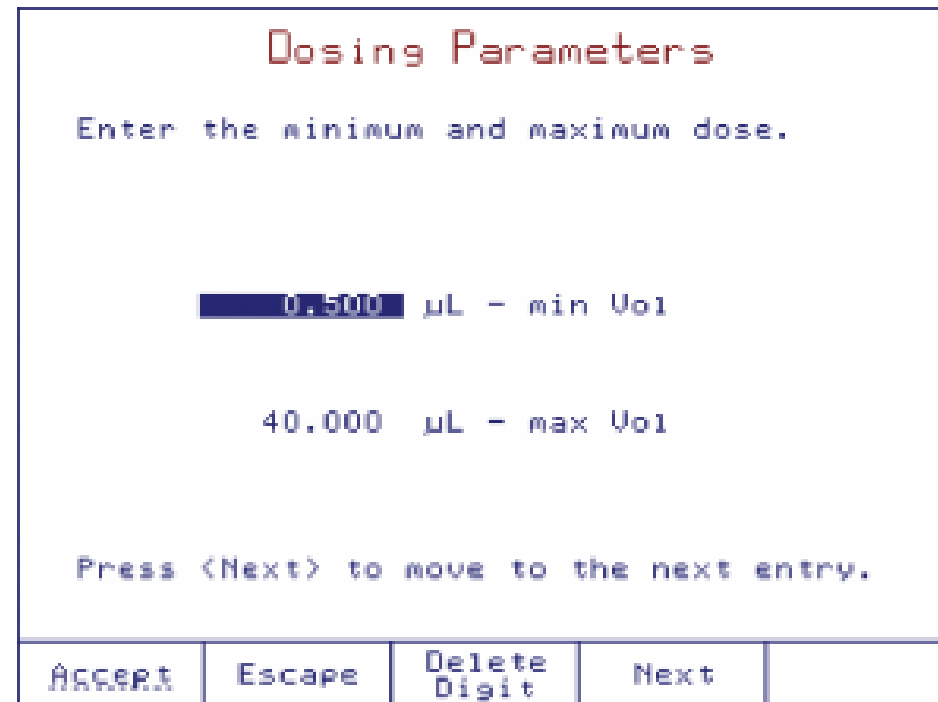
2.11. Parámetros de control

2.11.3. Parámetros de dosificación: El equipo dispensa el titulante mediante una dosificación dinámica, donde se establece la dosis mínima y máxima a dosificar, bajo este criterio, el equipo al estar lejos del punto final dispensará lo máximo configurado y al estar cerca del punto final la dosificación se reduce a la mínima.

Ejemplo

- Muestras con contenido de agua > 5% como dosis mínima 1 a 2 μL .
- Muestras con contenido de agua < 5% como dosis mínima 0.125 a 0.5 μL

Karl Fischer Reagent System	Maximum Dose Volume
One-Component Systems	20 to 30 μL
One-Component Systems for aldehydes and ketones	20 to 25 μL
One-Component Systems formulated with pyridine	15 to 20 μL
Two-Component Systems	40 to 60 μL
Two-Component Systems formulated with pyridine	25 to 30 μL



2. Función Opciones de método

2.11. Parámetros de control

2.11.4. Modo dosificación máximo:

Opción: deshabilitado o habilitado

Cuando está habilitado, el titulador utilizará un algoritmo de dosificación que asegura una titulación más rápida al cambiar el modo de dosificación si el mV está lejos del punto final. El algoritmo utilizará la dosificación máxima si la diferencia entre el valor de mV y el punto final es superior a 150 mV. Desactive esta opción si se desea una mayor precisión

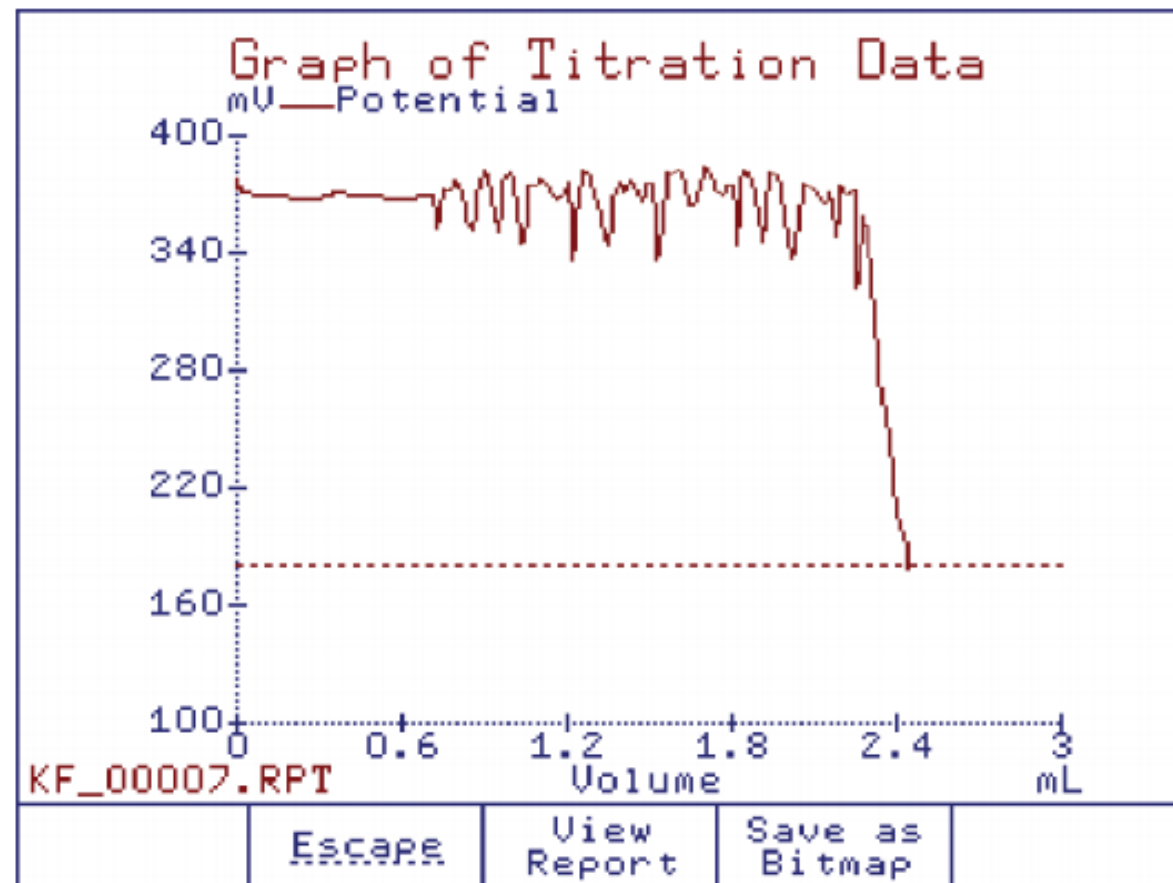
Max Dosing Mode

Select the option for max dosing mode.

Disabled

Enabled

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



2. Función Opciones de método

2.11. Parámetros de control

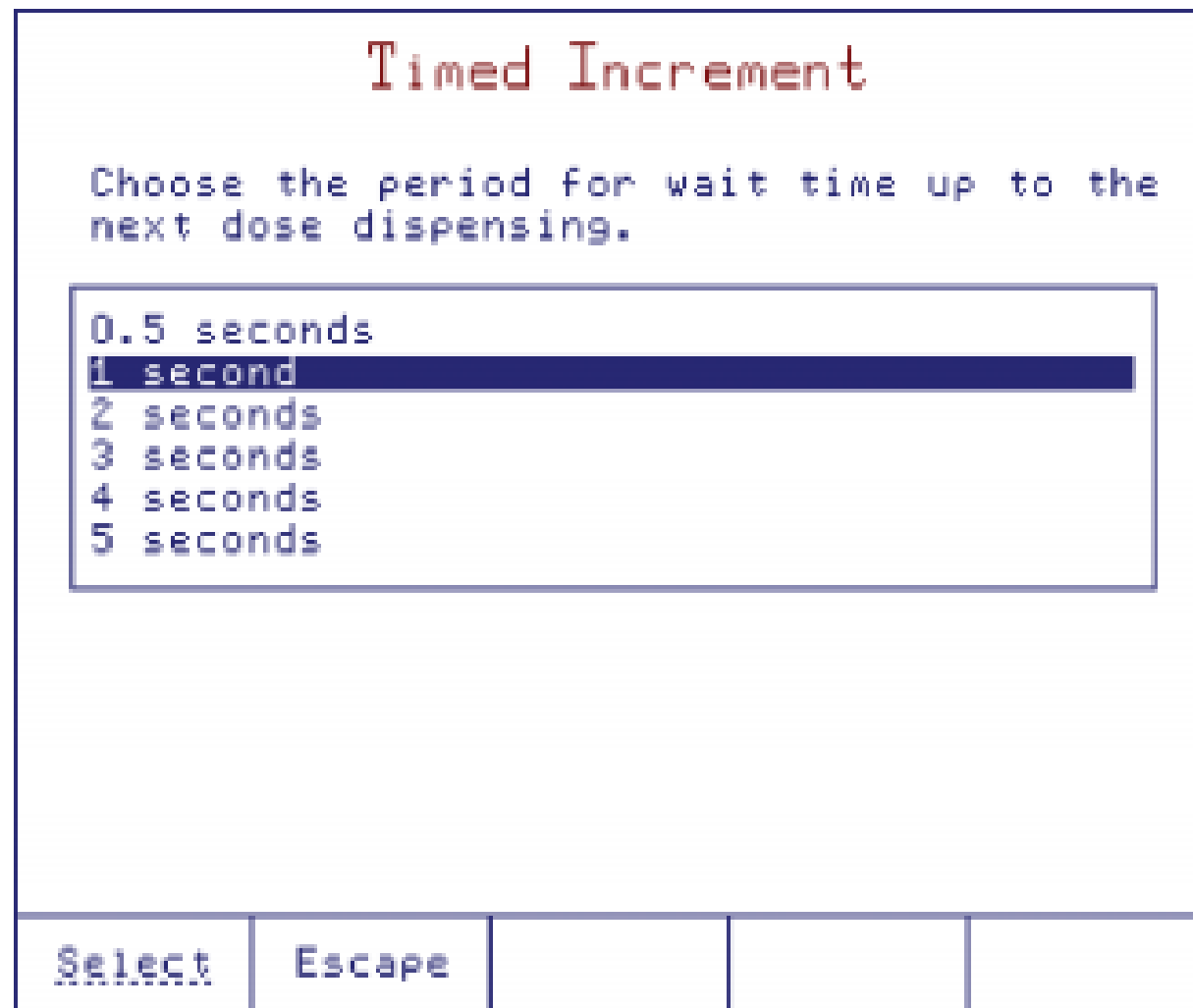
2.11.5. Incremento temporizado:

Este ajuste controla la cantidad de tiempo entre dosis sucesivas de titulante.

Establecer el incremento de tiempo de manera adecuada es importante para garantizar que el titulante tenga el tiempo adecuado para mezclarse con la muestra, de modo que el electrodo mida una solución homogénea antes de que el titulador tome la decisión sobre el tamaño de la siguiente dosis de titulante.

El valor del incremento de tiempo depende del sistema de reactivos que se utilice. Si bien el valor predeterminado de 1 segundo es compatible con cualquier sistema de reactivos.

Adicional si la reacción es lenta entre la muestra y el titulante se recomienda incrementos de tiempos de 2 a 3 segundos, la duración de la titulación se ve afectada, pero la repetibilidad mejora.



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

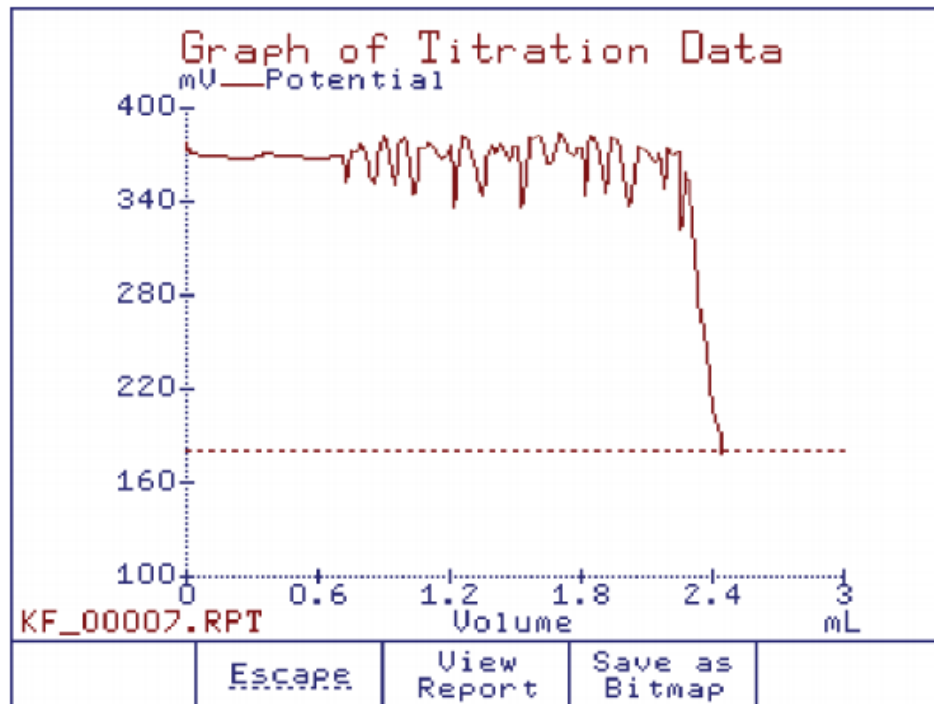
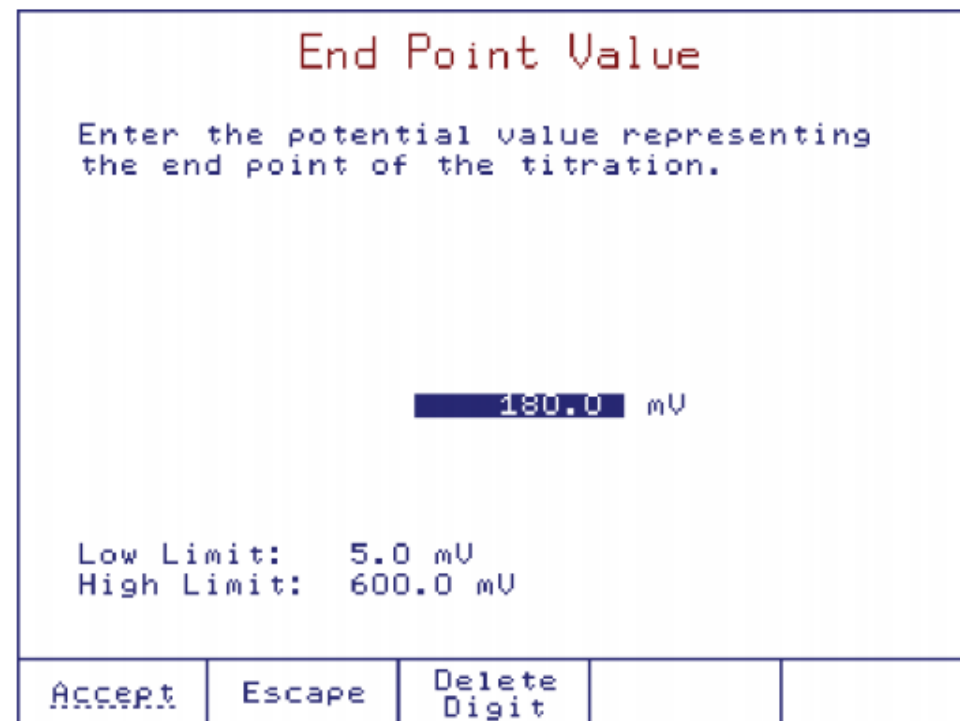
Select Escape

2. Función Opciones de método

2.11. Parámetros de control

2.11.6. Punto final:

Corresponde al valor de mV donde el equipo dará por finalizada la titulación. Dependiendo la muestra el punto final puede variar.

End Point Value

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

180.0 mV

Low Limit: 5.0 mV
High Limit: 600.0 mV

ACCEPT	Escape	Delete Digit		
--------	--------	--------------	--	--

2. Función Opciones de método

2.11. Parámetros de control

2.11.7. Promediar señal:

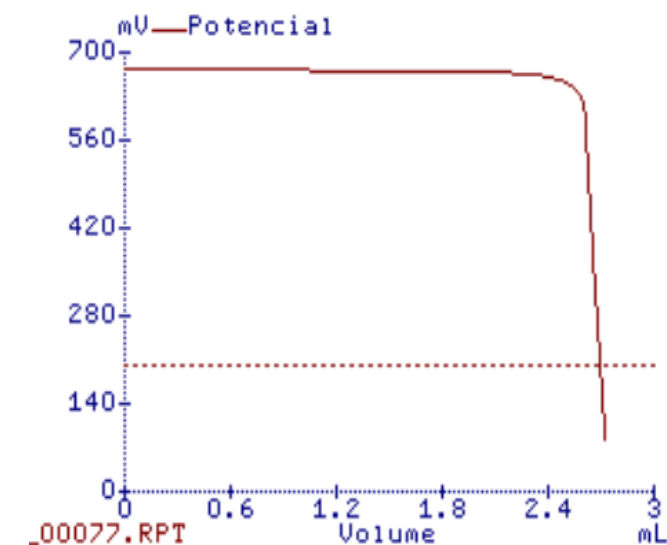
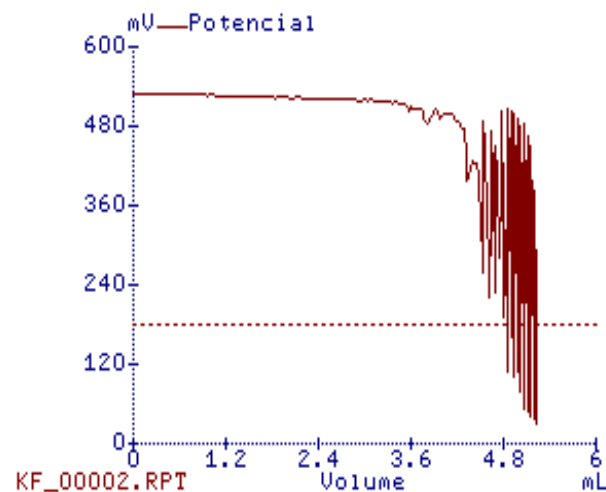
El valor elegido para la configuración del promedio de la señal determina, cuántas lecturas promediará la electrónica, para producir un solo punto de datos en la curva de titulación. Si bien los valores más altos de 3, 4, hasta 10 lecturas reducen el tiempo de respuesta del electrodo, también dan como resultado una curva de titulación "más suave" que puede resultar en una titulación más rápida (las lecturas inestables individuales pueden hacer que se reduzca el volumen de la dosis).

Signal Averaging

Select the number of readings to be averaged.

- 1 Reading
- 2 Readings
- 3 Readings
- 4 Readings
- 5 Readings
- 6 Readings
- 7 Readings
- 8 Readings
- 9 Readings
- 10 Readings

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



2. Función Opciones de método

2.12. Parámetros de Terminación

2.12.1. Duración Máxima:

Opción: 10 a 3600 segundos

Si no se alcanza el punto final de la titulación, la titulación terminará después de la duración máxima. El mensaje de error "Valor fuera de rango" aparecerá en la pantalla.

2.12.2. Volumen máximo titulante:

Opción: 0.100 a 50.000 mL

El volumen máximo de titulante utilizado en la titulación debe establecerse según el análisis. Si no se alcanza el punto final de la titulación, la titulación terminará después de que se haya dispensado el volumen máximo de titulante. El mensaje de error ("Límites excedidos") aparecerá en la pantalla.

Maximum Duration

Enter the time period after the titration is automatically stopped.

1200 seconds

Low Limit: 10 seconds
High Limit: 3600 seconds

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

Maximum Titrant Volume

Enter the maximum titrant volume to be dispensed.

10.0000 mL

Low Limit: 0.100 mL
High Limit: 50.000 mL

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

Termination Parameters

Select the option to be modified.

Maximum Duration:	1200 sec
Maximum Titrant Volume:	10.000 mL
Termination Criterion:	Relative Drift
Relative Drift:	7.0 µg/min

elect	Escape		
-------	--------	--	--

2. Función Opciones de método

2.12. Parámetros de Terminación

2.12.3. Criterio de terminación :

Punto final de mV: La titulación finaliza cuando el potencial permanece por debajo de un valor de punto final establecido durante un período de tiempo especificado.

Deriva absoluta: La titulación finaliza cuando la deriva real es menor que el valor de deriva absoluta predefinido.

Deriva relativa: La titulación finaliza cuando la deriva real es menor que la suma entre la deriva inicial y la deriva relativa predefinida.

```
Termination Criterion

Select titration termination criterion.

mV End Point
Absolute Drift
Relative Drift
```

```
End Point Stability Time

Enter the time period necessary to
validate the titration end point.

4 seconds

Low Limit: 1 seconds
High Limit: 30 seconds

Accept Escape Delete Digit
```

```
Absolute Drift

Enter the drift value to be used by the
termination criterion.

15.0 µg/min

Low Limit: 0.0 µg/min
High Limit: 40.0 µg/min

Accept Escape Delete Digit
```

```
Relative Drift

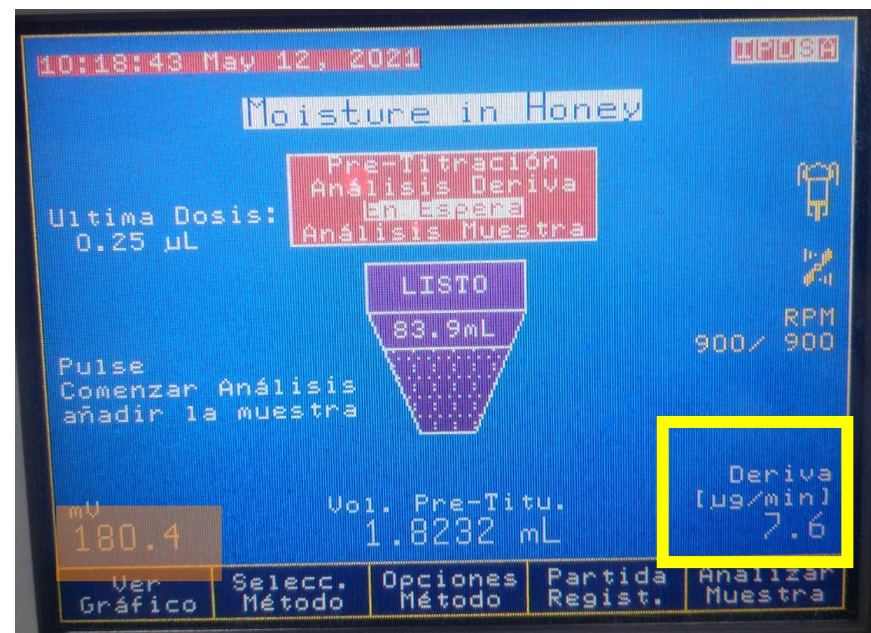
Enter the drift value to be used by the
termination criterion.

15.0 µg/min

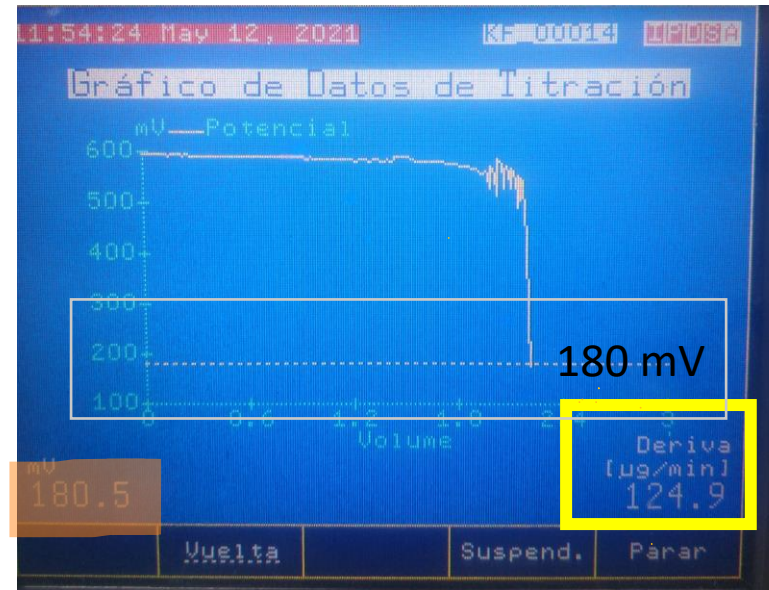
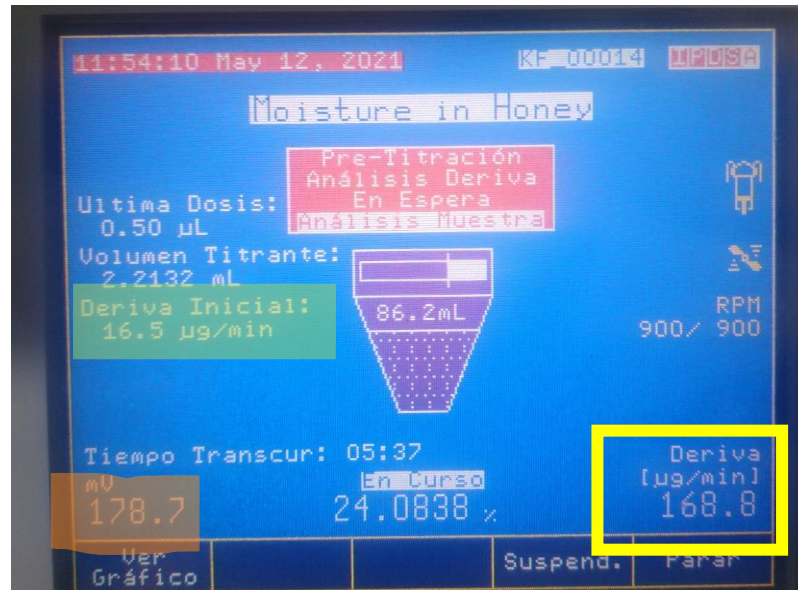
Low Limit: 0.0 µg/min
High Limit: 40.0 µg/min

Accept Escape Delete Digit
```

Pasos de titulación y análisis de deriva



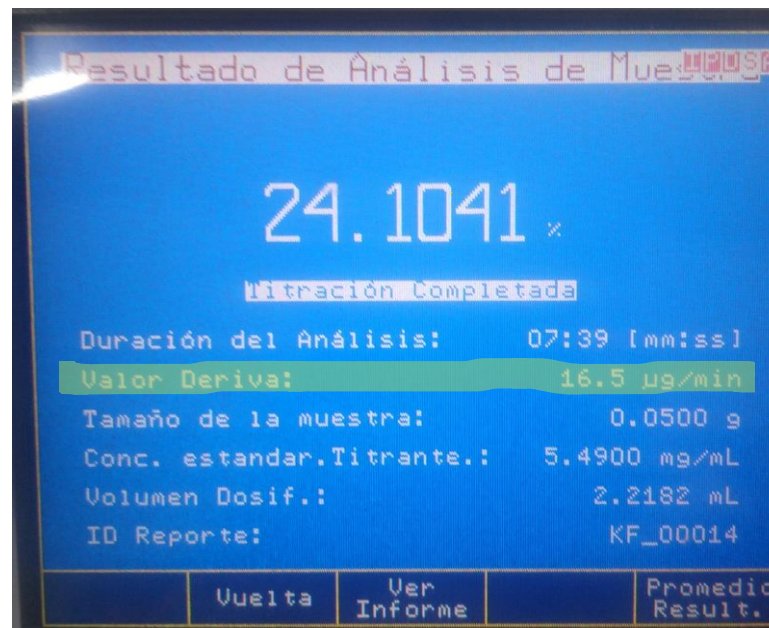
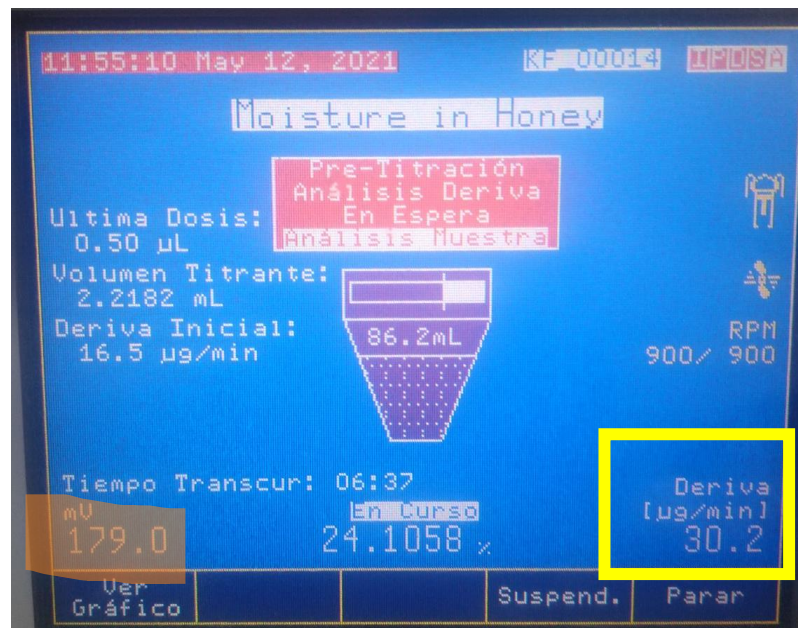
Criterio de elección para finalizar la titulación



Punto final de mV: La titulación finaliza cuando la lectura se mantiene <180 mV en el tiempo programando (ej. 4 s). Menos precisas y reproducibles. Si el método no requiere de alta precisión, ej. El resultado debe ser < 20 % H₂O.

Deriva absoluta: Si se configura 15 µg/min. La titulación termina cuando la deriva en el punto final sea < 15 µg/min. Duración de titulación prolongada, mayor precisión y repetibilidad, es muy estricta.

Deriva relativa: Si se configura 15 µg/min, la titulación termina cuando la deriva en el punto final sea < (16.5 µg/min + 15 µg/min) = 31.5 µg/min.



La elección de valores de parada de deriva bajos (de 5 a 10 µg / min) dará como resultado titulaciones con una alta reproducibilidad y una larga duración.

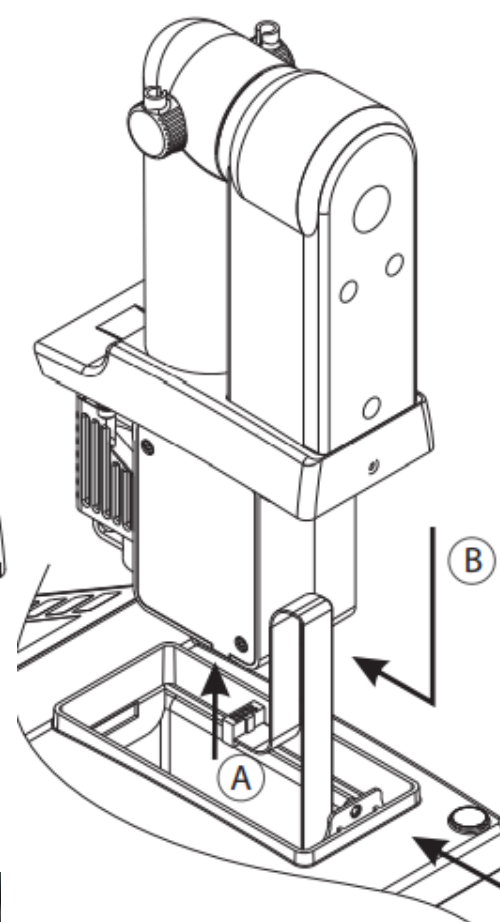
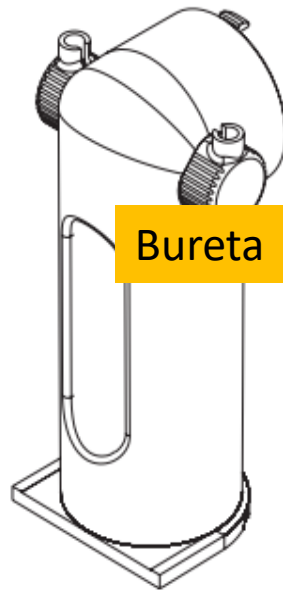
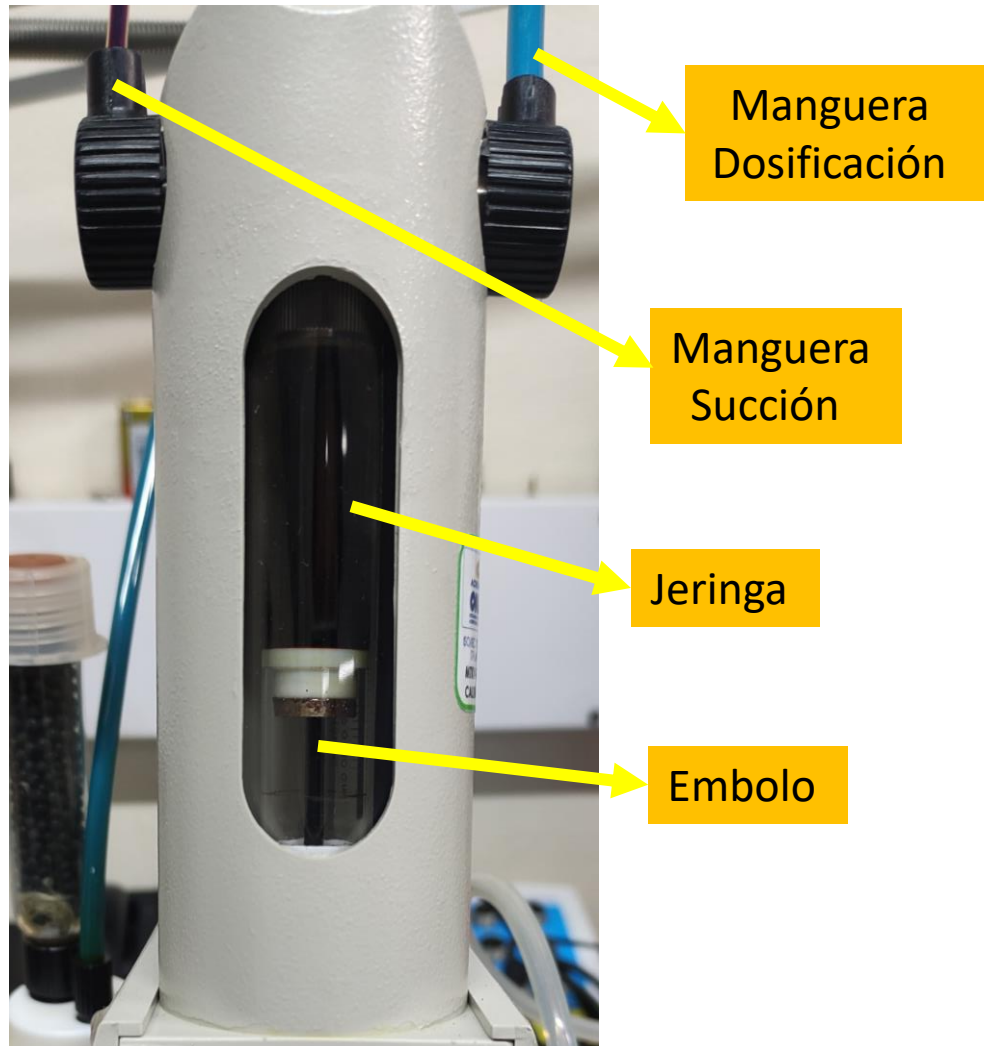
El establecimiento de valores altos de parada de deriva (de 20 a 30 µg / min) dará como resultado valoraciones rápidas con una reproducibilidad potencialmente reducida.

Solución de ERRORES

Error	Descripción	Solución
ERROR 16	¡La celda puede estar sobrevalorada!	Los resultados serán erróneos si la celda está sobrevalorada. Presione <Continuar> para ignorar la advertencia y comenzar la titulación, o presione <Escape> para esperar una tasa de deriva positiva. Disminuya la dosis máxima de dosificación de titulante.
ERROR 18	La celda está llena	El vaso de titulación está lleno , supera el volumen máximo de 150 ml. Vacíe el vaso y llénelo con disolvente nuevo. El equipo pedirá el volumen de disolvente agregado a la celda (en la marca de la celda MIN) edite 50 ml y actualice este valor. El vaso esta marcado con MIN (50 ml) y MAX (150 ml) Corregir el volumen mediante la función “Opciones Generales / Vol. estimado de celda” y editar el volumen correcto de la celda.
ERROR 49	Error Impresora	Papel no esta presente
ERROR 50		La impresora no esta conectada o fuera de línea
ERROR 51		Tiempo de espera impresora Apague la impresora y el equipo, verifique que el cable este debidamente conectado, proceda encender la impresora y seguido encienda el equipo.

Error	Descripción
ERROR 57	Error Bomba
ERROR 58	Error Válvula
ERROR 59	Error bureta
	<i>Bomba bloqueada</i>
	<i>Válvula esta bloqueada</i>
	<i>La bureta no esta presente</i>

Descripción partes bomba



Error	Descripción	
ERROR 57	Error Bomba	<i>Bomba bloqueada</i>
ERROR 58	Error Válvula	<i>Válvula esta bloqueada</i>
ERROR 59	Error bureta	<i>La bureta no esta presente</i>

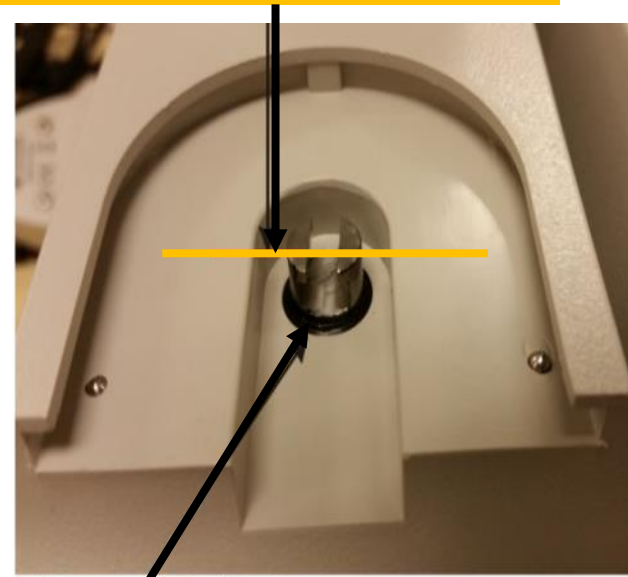
- 1) Reinicie la unidad.
- 2) Verifique que el eje de la bomba dosificadora este en la posición inicial de lo contrario se puede realizar de manera manual con el equipo apagado, mediante el uso de una llave Bristol de 6mm o 3/16 Inch. En sentido de las manecillas del reloj Baja el pistón o eje, al contrario, sube.

a) Retiro la bomba dosificadora del compartimiento



b) Ubico el tornillo en la parte inferior de la bomba e incorpore la llave Bristol

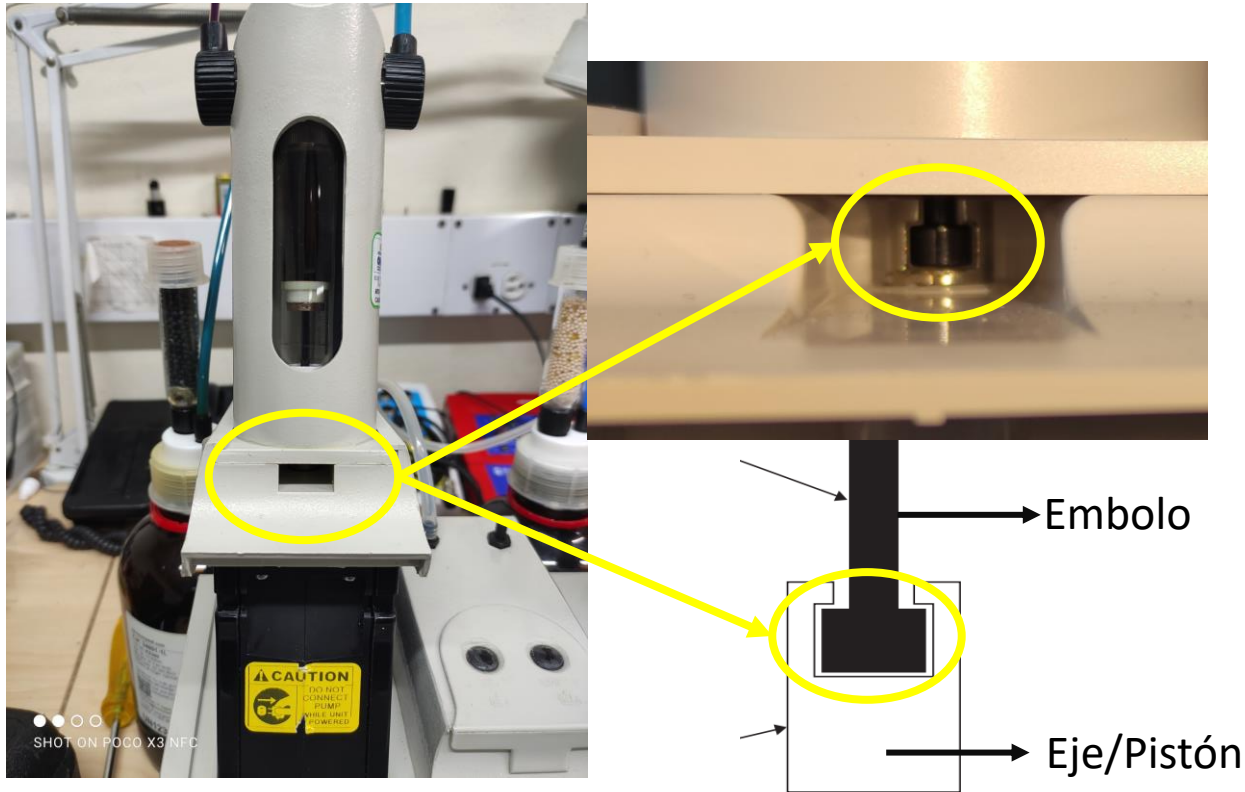
c) La superficie del eje/pistón debe estar al mismo nivel en la posición inicial.



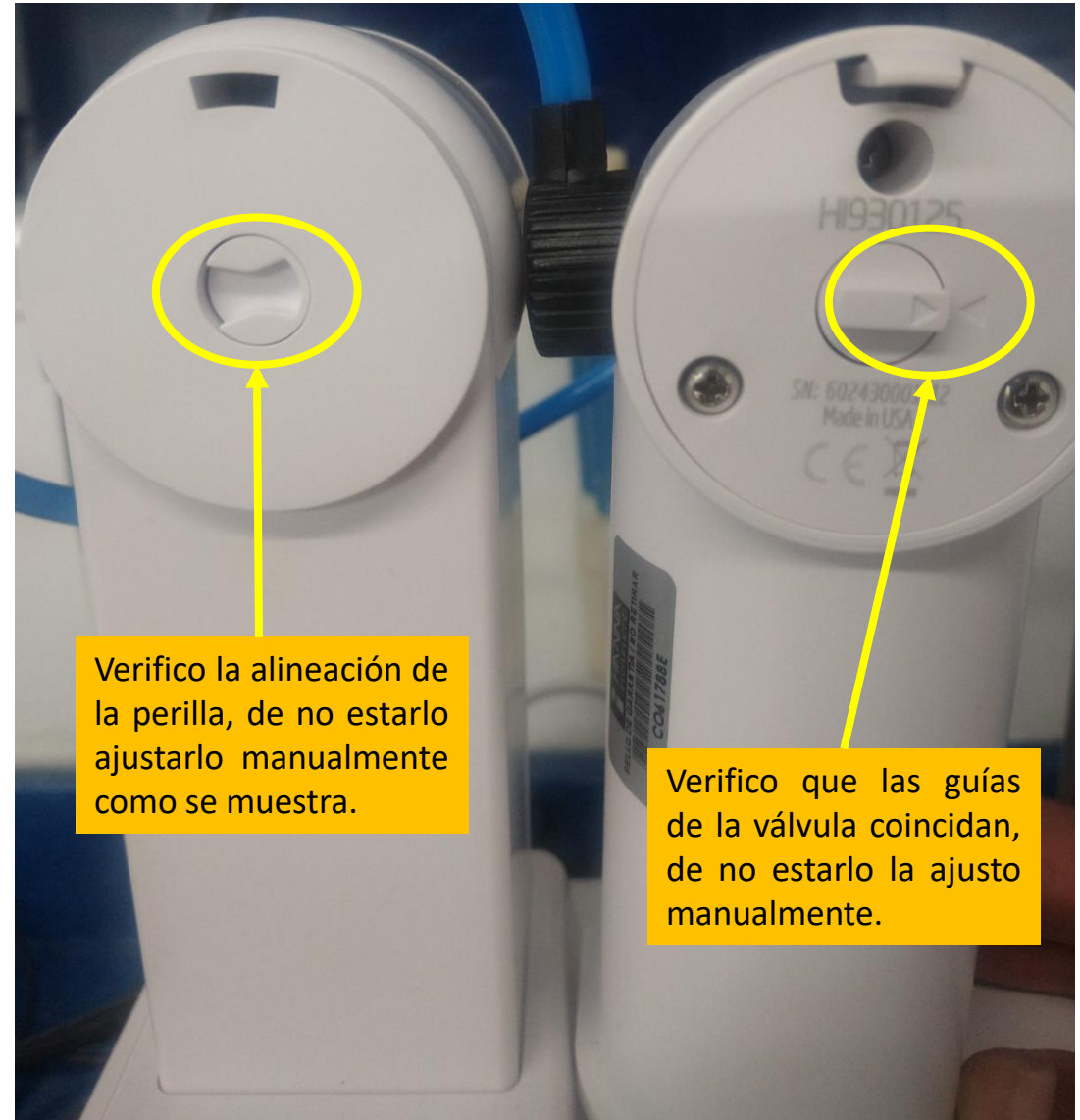
d) Compruebe la alineación de la ranura

Error	Descripción	
ERROR 57	Error Bomba	Bomba bloqueada
ERROR 58	Error Válvula	Válvula esta bloqueada
ERROR 59	Error bureta	La bureta no esta presente

3) Verifique que la bureta esta bien acoplada.



Verifico que el embolo este bien acoplado al eje de la Bomba



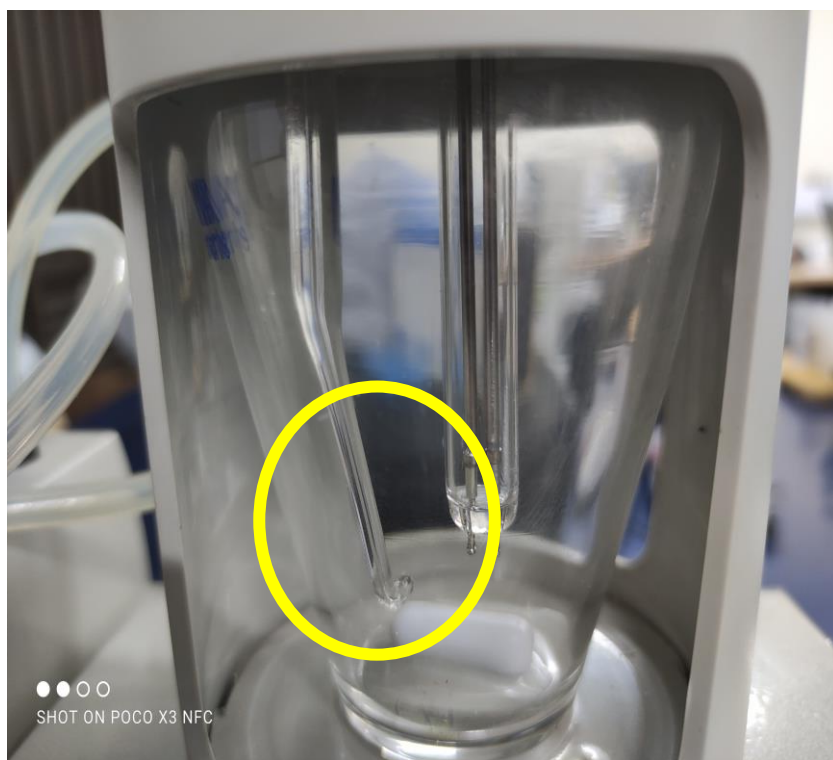
Verifico la alineación de la perilla, de no estarlo ajustarlo manualmente como se muestra.

Verifico que las guías de la válvula coincidan, de no estarlo la ajusto manualmente.

Error	Descripción
ERROR 57	Error Bomba
ERROR 58	Error Válvula
ERROR 59	Error bureta

Bomba bloqueada
Válvula esta bloqueada
La bureta no esta presente

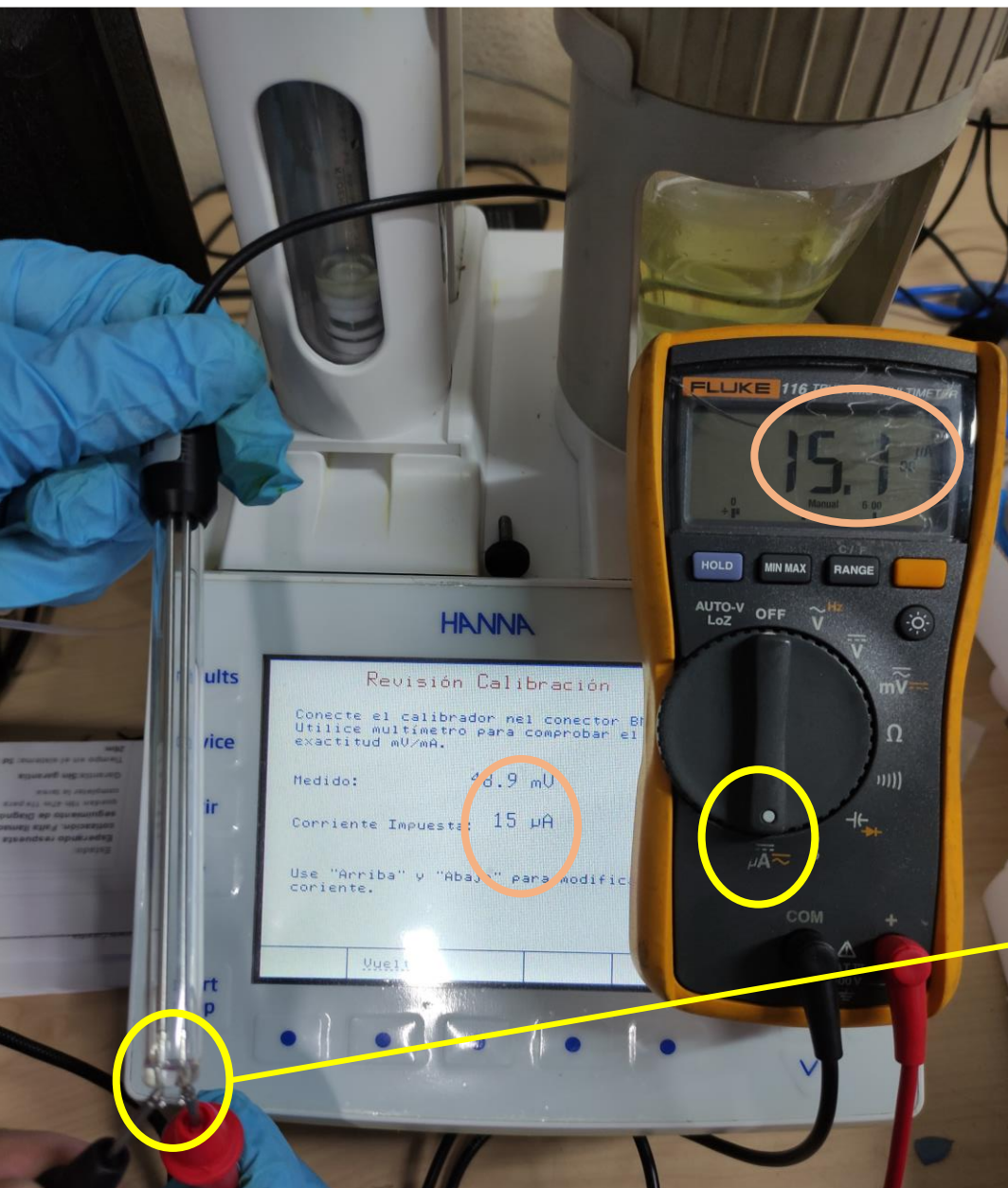
3) Verifique que la punta dosificadora no este obstruida



Error	Descripción	Solución
ERROR 61	Limites excedido	<p>¡Volumen máximo dispensado!</p> <p>No se alcanzó el punto final porque se ha dispensado el volumen de titulante máximo configurado.</p> <p>Verificar si la muestra se disuelve bien en el medio.</p> <p>Aumentar el volumen de titulante en Parámetro de terminación del método.</p>
ERROR 72	Potencial fuera de rango	<p>La entrada de mV está fuera de rango.</p> <p>El electrodo del equipo maneja un rango de 2 a 1000 mV, este error esta asociado cuando la lectura supera los 1000mV :</p> <p>Compruebe si el electrodo está correctamente conectado y sumergido en el líquido.</p> <p>El solvente o mezcla de solventes poseen alta humedad o polarización (cuando se emplean solventes no aptos para KF). Cuando la mezcla de solventes supera mas del 50% v/v del solvente especifico para KF.</p> <p>El electrodo no esta recibiendo la corriente enviada por la tarjeta electrónica.</p> <p>Cambio de electrodo.</p> <p>Dispense titulante de manera manual con el agitador activado, cuando el solvente tome un tono amarillo claro, deje de dispensar e inicie la titulación de manera normal.</p>

Comprobación electrodo KF HI 76320

- En la pantalla de inicio pulsamos la tecla de “Opciones generales”
- Seleccionamos la opción “Revisión de calibración”
- Tomamos un multímetro con escala para medir μA .
- Colocamos cada punta del multímetro en cada pin del electrodo de KF.
- Y revisamos que los valores arrojados por el equipo correspondan a los valores reportados por el multímetro. Si el multímetro da valores negativos, cambie la posición de las puntas.



Error	Descripción	Solución
ERROR 119	Limites excedidos	<p>¡Se superó la duración máxima de titulación!</p> <p>La titulación se interrumpió porque se ha superado la duración máxima de la titulación. Ingresar a opciones de método y seleccionar parámetros de terminación y aumentar el tiempo de terminación.</p> <p>Si el método tiene volumen de pre- dosificación, la celda puede estar sobre titulada, los mV son bajos < 20mV, y no genera deriva, el titulador esperara hasta que se de un valor de deriva de no darse generara el error, disminuir el volumen de pre - dispensación. Si es un método de estandarización verificar que la selección del estándar sea el adecuado.</p>
ERROR 120	Potencial fuera de rango	<p>¡Se ha superado la duración máxima de pre – titulación !</p> <p>La etapa de pre – titulación no se completó porque se superó la duración máxima de titulación.</p> <p>Compruebe el sellado del recipiente de titulación.</p> <p>El equipo se demora en calcular la deriva , por variación del mV.</p> <p>Revise si los desecantes no esta saturados de humedad. De lo contrario cambiarlos o secarlos.</p> <p>Verificar que no le estén dando flujos de aire (aire acondicionado) al equipo, ocasiona inestabilidad en la deriva.</p> <p>Revisar los reactivos, si no son de uso frecuente, almacenar el reactivo con la tapa original. Si queda poca cantidad de reactivo en la botella, este se afecta por la humedad que queda en la parte vacía, afectando la estabilidad de la deriva. Cambie el sistema de reactivos.</p>

Reactivos Karl Fischer

REACTIVOS KARL FISCHER



REACTIVOS KARL FISCHER
MERCK



REACTIVOS KARL FISCHER
HONEYWELL

One-Component vs. Two-Component Reagent Systems

Titrant

Sulfur Dioxide
Iodine
Base



Methanol

Solvent

One-Component

+ High Flexibility
+ Simple Handling

- Stability (two-years)
- Titration Speed

Two-Component

+ Faster Titrations
+ High Stability

- Less Flexible
- Restricted Solvent Capacity

Titrant

Iodine



Methanol
Sulfur Dioxide
Base

Solvent

Karl Fischer Volumétrico HI 933 – Titulantes KF

- *1 mg of H₂O/ mL of titrant*
 - For samples with less than 200 ppm H₂O
- *2 mg of H₂O/ mL of titrant*
 - For samples with less than 1000 ppm H₂O
- *5 mg of H₂O/ mL of titrant*
 - For samples with 1000 ppm to 100% H₂O



Karl Fischer Volumétrico HI 933 – Reactivos UN COMPONENTE

REACTIVOS MERCK

1.88005.1000 : CombiTitrant 5, approx. 5 mg H₂O/mL
1.88006.1000: CombiTitrant 5 Keto, approx. 5 mg H₂O/mL for aldehídos and ketones

1.88002.1000: CombiTitrant 2, approx. 2 mg H₂O/mL

1.88001.1000: CombiTitrant 1, approx. 1 mg H₂O/mL

1.88009.1000: CombiMethanol, dried methanol for Karl Fischer titration max. 0.01% water

188020.1000: CombiSolvent oils

188021.1000: CombiSolvent fats

1.88007.1000: CombiSolvent Keto, methanol-free solvent for aldehydes and ketones

REACTIVOS HONEYWELL

34805: HYDRANAL-Composite 5 Reactivo de un componente, valor ~5mg/mL

34816: HYDRANAL-Composite 5 K Reactivo de un componente para la valoración de cetonas y aldehídos, valor ~5mg/mL

34806 HYDRANAL-Composite 2 Reactivo de un componente, valor ~2mg/mL

34827: HYDRANAL-Composite 1 Reactivo de un componente, valor ~1mg/mL

37817 HYDRANAL-Methanol Rapid Medio con los aceleradores

34697 HYDRANAL-Solver (Crude) Oil Medio operativo con metanol, xileno y cloroformo para valoración en aceites

34698 HYDRANAL-Medium K Medio operativo menos tóxico con cloroformo para cetonas y aldehídos

Karl Fischer Volumétrico HI 933 – Reactivos DOS COMPONENTES

REACTIVOS MERCK	REACTIVOS HONEYWELL
1.88010.1000: Titrant 5, approx. 5 mg H ₂ O/mL	34801 HYDRANAL-Titrant 5 Reactivo de dos componentes, valor ~5mg/mL
1.88011.1000: Titrant 2, approx. 2 mg H ₂ O/mL	34811 HYDRANAL-Titrant 2 Reactivo de dos componentes, valor ~2mg/mL
1.88015.1000: Solvent, for the two-component titration	34800 HYDRANAL-Solvent Medio operativo con valoración de dos componentes
188016.1000: For water determinations in oils and fats we recommend Solvent oils & fats	34697 HYDRANAL-Solver (Crude) Oil Medio operativo con metanol, xileno y cloroformo para valoración en aceites
	34812 HYDRANAL-Solvent CM Medio operativo para valoración de dos componentes con metanol y cloroformo para valoración en muestras no opuestas
	34749 HYDRANAL-Solvent Oil Medio operativo para valoración de dos componentes con metanol y 1-hexanol para valoración en muestras no opuestas

Karl Fischer Volumétrico HI 933 – ESTÁNDARES

REACTIVOS MERCK

1.06664.0100: Sodium tartrate dihydrate, volumetric standard for water determination according to Karl Fischer, contains 15.66% H₂O. 100 gramos

1.88052.0010: Water standard **1%**, contains 10 mg H₂O. 10 ampolletas x 8 mL

REACTIVOS HONEYWELL

34803 HYDRANAL-Sodium Tartrate Dihydrate Sustancia de pruebas para valoración volumétrica con contenido de agua ~15,66 %. 100 gramos.

34849 HYDRANAL-Water Standard 10.0 Estándar líquido con contenido de agua 10,0mg/g = **1,0 %** 10 ampolletas x 8 mL

Los estándares del **1%** se emplean para las calificaciones de desempeño del equipo, y son adquiridos por el cliente

HI 930806: Calificación de diseño, instalación, operación y desempeño para HI933

HI 900806: Calificación de diseño, instalación, operación y desempeño para HI903

Consumibles y mantenimiento preventivo

Sustitución de Jeringa

Cambio de piezas vestibles Jeringa

1) HI 900210 Jeringa de 10ml

2) HI 900205 Jeringa de 5ml

HI 903/933

La exposición prolongada a los titulantes puede hacer que tanto la jeringa de vidrio dentro de la bureta como el embolo y las mangueras de succión y dosificación de titulante se degraden con el tiempo. La degradación de estos componentes puede provocar fugas que pueden ser peligrosas tanto para el personal como para la electrónica del titulador.



JERINGA

TITULANTE

Titulante Karl Fischer

FRECUENCIA APROXIMADA

6 -12 meses

Sustitución de manguera /tubo de succión y dosificación o dispensación de titulante



HI 900570S tubo de aspiración
HI 903/HI 933

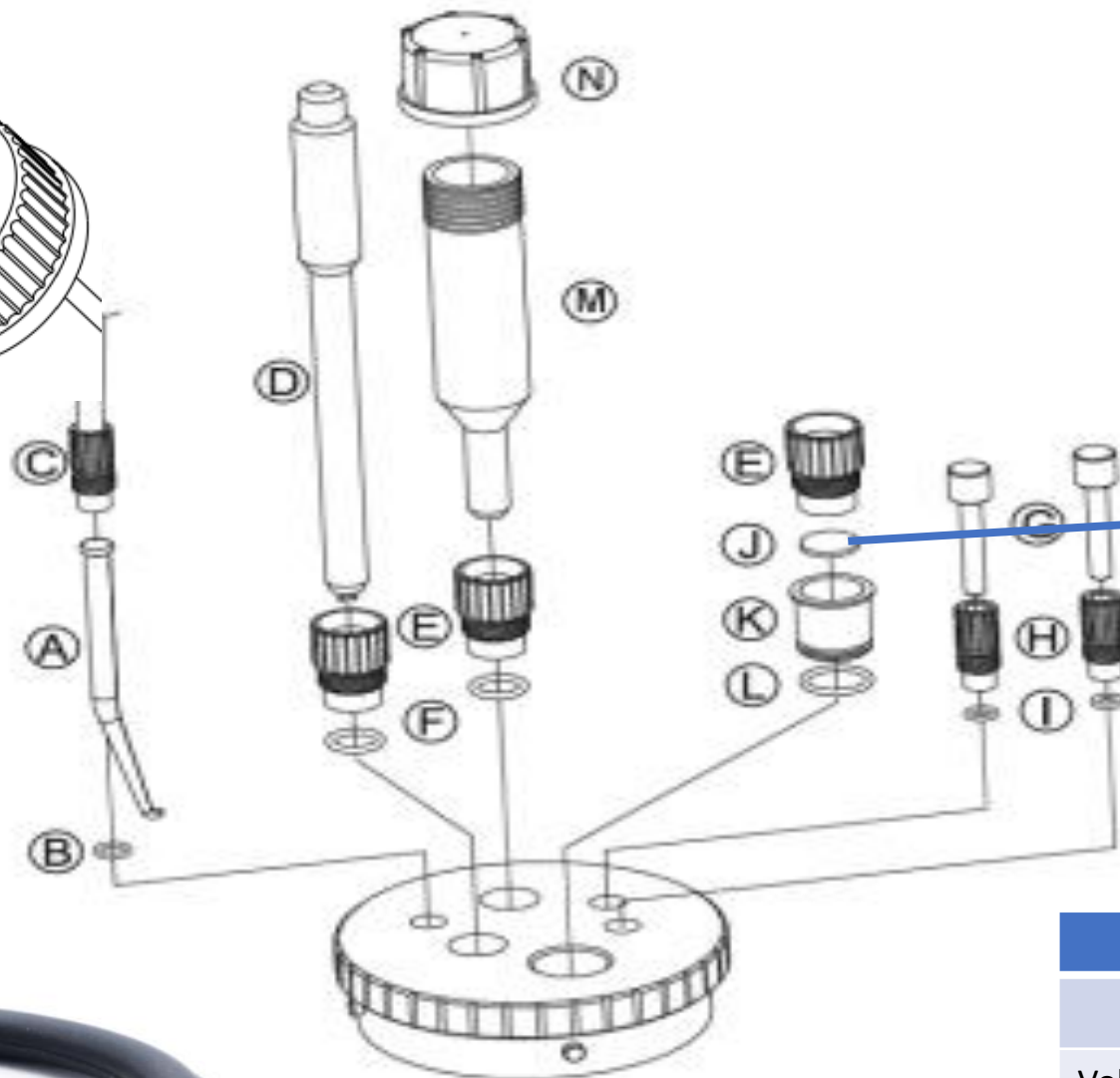
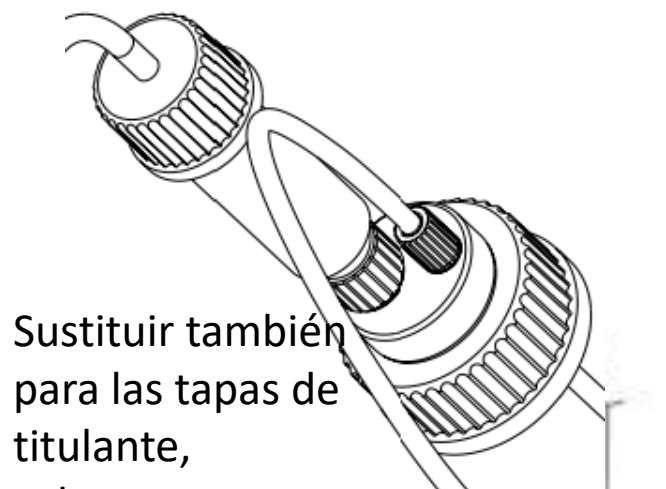


HI 900580S tubo de dosificación
HI 903/HI 933

TUBOS/MANGUERAS	
TITULANTE	FRECUENCIA APROXIMADA
Titulantes que cristalizan o forman precipitado o residuos	3 - 6 meses

Sustitución de O'rings o empaques

Sustituir también
para las tapas de
titulante,
solvente y
residuos



HI 900527 Septum / tabique (5)
HI 903/933



HI 900540 Kit de empaques o
Orings
HI 903/933

EMPAQUES ORINGS / SEPTUM	
KARL FISCHER	FRECUENCIA APROXIMADA
Volumétrico o coulométrico	3 - 6 meses
Septum	Acorde al uso

Regeneración de desecantes sílice gel / tamiz molecular



HI 900550 Desecante : HI 903/933

El valorador KF contiene un gel de sílice indicador inorgánico. En cuanto a la regeneración, recomendamos 1 hora entre 125 y 150 ° C. Cuando se vuelven de color marrón oscuro, se han dejado en el horno durante demasiado tiempo. Cuando el gel se usa y necesita ser regenerado se vuelve transparente, cuando está completamente regenerado y listo para usar debe ser de color naranja.

Los desecantes/tamices ayudan a mantener tasas de deriva bajas y estables dentro de la celda de titulación mientras evita la entrada de humedad ambiental en el sistema de solvente.



HI 900551 Tamiz molecular: HI 904/934

Los métodos para la regeneración de los tamices moleculares incluyen el cambio de presión (como en los concentradores de oxígeno), el calentamiento y la purga con un gas portador (como cuando se usa en deshidratación con etanol), o el calentamiento a alto vacío. La temperatura de regeneración para este tipo de tamiz es de 4 horas a 300 °C.

Mantenimiento preventivo:

- El mantenimiento preventivo permite alargar la vida útil de los consumibles del equipo y garantizar la correcta operatividad del equipo.
- La bureta de 5 ml incluida con el titulador supera el estándar ISO 8655 para la entrega precisa de líquidos mediante una bureta de pistón accionada por motor.
- Para la limpieza utiliza elementos de protección personal, gafas, guantes y bata.
- Emplea reactivos para la limpieza como etanol, metanol o isopropanol
- Tenga paños whypall o paños suaves para la limpieza.
- Siempre que sustituya las mangueras de succión, dosificación y jeringa, antes de cargar el titulante realice purgas con el solvente con el fin de verificar que el sistema quede exento de fugas, de lo contrario reitre la piza e instálela nuevamente acoplándola de mejor manera.
- Si el equipo presenta fugas, limpie los residuos de yodo (titulante) con el solvente de KF, metanol o propanol, de manera inmediata , no deje que se seque ya que las piezas pueden quedar adheridas (pegadas) y daños electrónicos.
- NO opere el equipo con fugas.
- Si el equipo no es usado frecuentemente retire los reactivos (titulante y solvente) garantizando que quede exento de estos mediante purgas con metanol, propanol o etanol y almacene los reactivos con las tapas originales.

Mantenimiento preventivo bureta

Para limpiar la bureta, siga estos pasos:

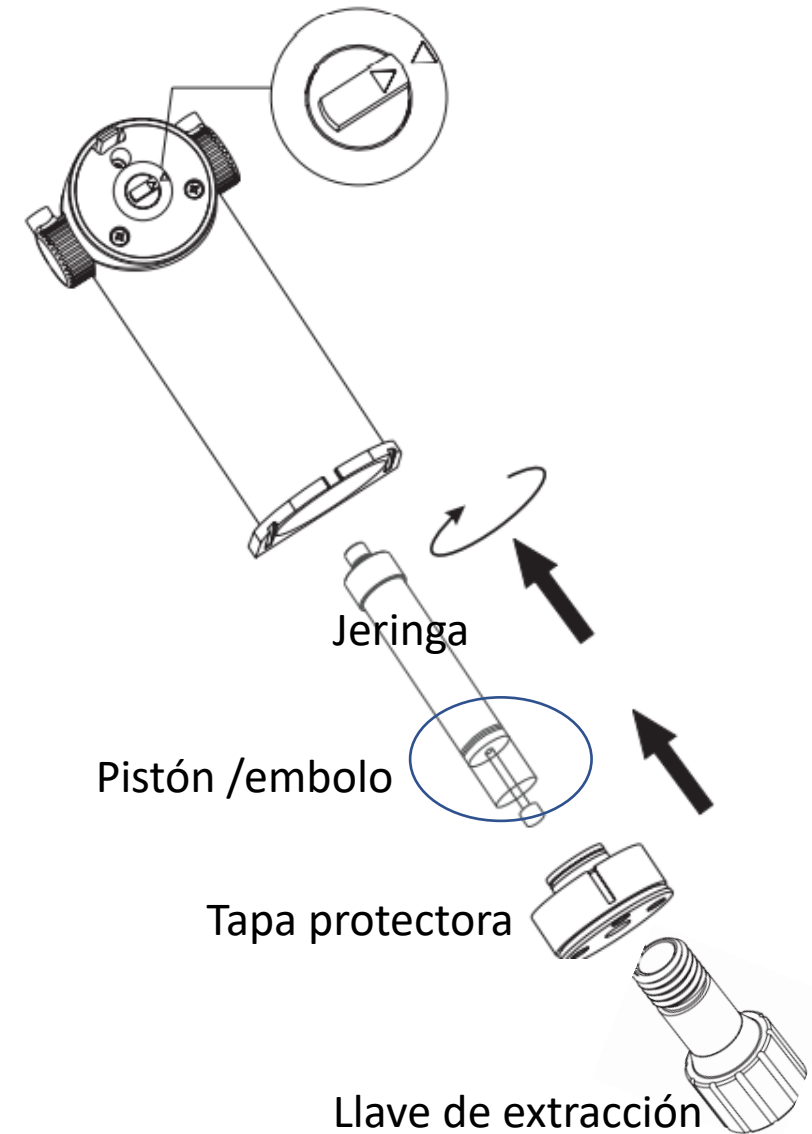
- Si la bureta está llena de titulante, retire el tubo de aspiración de la botella de titulante y purgue la bureta.
- Inserte el tubo de aspiración en el disolvente Karl Fischer
- Cebe la bureta para llenar la bureta con disolvente (utilice 2 enjuagues).
- Durante el segundo llenado de la bureta, retire el tubo de aspiración del solvente y deje que el aire reemplace el líquido en la bureta.

Este procedimiento se recomienda realizarlo 1 vez por semana.

Si este sencillo procedimiento de limpieza no es adecuado, y observa mayor contaminación de las piezas de la bureta realice el siguiente procedimiento

Mantenimiento preventivo bureta

- Para realizar esta limpieza profunda la bureta debe estar exenta de titulante, púrguela con solvente y por último que quede vacía.
- Utilice la llave de extracción de buretas HI900942 para quitar la tapa protectora de la parte inferior del conjunto de la bureta, enróscala y hala hacia afuera.
- Utilice los dedos para desenroscar la jeringa del conjunto de la bureta.
- Extraiga el pistón de la jeringa, y déjelo descansando encima de un paño, evitar dar golpes al pistón ya que lo puede deformar quedando fuera de operación
- Limpiar tanto el pistón como la jeringa con metanol, etanol o propanol
- Retirar el exceso de líquido.



Mantenimiento preventivo bureta

Nota: Enjuague los tubos, la jeringa y el pistón con disolvente seco (etanol, isopropanol o metanol) antes de volver a montar para eliminar el exceso de agua.

¡Advertencia! Evite el contacto del valorante con las manos desnudas. Evite derramar el titulante. Limpie el lado externo de la jeringa y el pistón para eliminar los productos químicos agresivos. No toque la parte blanca de PTFE del pistón o las paredes internas de la bureta con las manos desnudas o con materiales grasosos.

Este mantenimiento profundo se puede realizar cada 15 días.

Para el reemplazo de los consumibles consultar

Link	Descripción
https://www.youtube.com/watch?v=Rv4t4LqZcZ0	Mantenimiento general
https://www.youtube.com/watch?v=cqcl7WaoWPO	Mantenimiento preventivo: Cambio de empaques
https://www.youtube.com/watch?v=8rno4PI61TQ	Mantenimiento preventivo: Cambio de jeringa
https://www.youtube.com/watch?v=R62sm3aKsE4	Mantenimiento preventivo: Cambio de manguera de succión y dosificación de titulante

Glosario

- Analito: la especie química que se mide en una titulación.
- Bureta: una pieza cilíndrica graduada de material de vidrio de laboratorio que se utiliza para dispensar cantidades precisas de solución.
- Punto final: el punto en el que se detiene una titulación porque un cambio físico en la solución ha indicado una titulación completa. Los puntos finales de la titulación suelen coincidir con el punto de equivalencia. También se puede utilizar un punto final de valor fijo (pH o mV). La titulación se detendrá en el punto deseado independientemente de si la titulación está completa.
- Titulación Karl Fischer: titulación que utiliza una reacción química específica para determinar el agua.
- Titulación potenciométrica: titulación en la que el punto final se determina controlando el voltaje de la solución utilizando un electrodo.
- Reactivo: El químico agregado en una titulación que hace que ocurra la reacción dada.
- 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: $RSD = (\text{Desviación estándar de } X) * 100 / (\text{Media de } X)$.
- Repetibilidad: La variación en las mediciones de muestras tomadas por una sola persona o instrumento en las mismas condiciones.
- Titulante: El químico agregado en una titulación que hace que ocurra la reacción dada.
- Medio: En Karl Fischer se designa al solvente donde se homogeniza y disuelve la muestra.
- Deriva: tasa de ingreso de humedad del ambiente que ingresa a la celda de titulación.

Contáctenos
para mayor
información,
dudas e
inquietudes

Ricardo Barrera Hernández

Product Manager Tituladores

Cel: 315 503 1119

E- mail: ricardo@hannacolombia.com



Gracias