HI934

TITULADOR COULOMÉTRICO KARL FISCHER

HANNA® instruments

Estimado Cliente,

Gracias por elegir un producto Hanna Instruments®.
Lea atentamente este manual de instrucciones antes de utilizar este instrumento. Este manual le proporcionará la información necesaria para su correcto uso, así como una idea precisa de su versatilidad.
Si necesita información técnica adicional, no dude en contactarnos por correo electrónico a ventas@hannachile.com. Visite www.hannachile.com para obtener más información sobre Hanna Instruments y nuestros productos.

Todos los derechos reservados. Queda prohibida la reproducción total o parcial sin el consentimiento por escrito del titular de los derechos de autor, Hanna Instruments Inc., Woonsocket, Rhode Island, 02895, EE. UU.

INTRODUCCIÓN

El **HI934** es un titulador coulométrico Karl Fischer automático de alta precisión, gran flexibilidad y repetibilidad. Está diseñado para realizar titulaciones con diversos tipos de muestras/matrices, lo que permite obtener buenos resultados y un análisis rápido.
Las principales características del titulador **HI934** son:

- Tamaño compacto, requiere un espacio mínimo en la mesa de trabajo
- Carcasa de plástico sólida y químicamente resistente
- Potentes algoritmos integrados para criterios de terminación basados en un punto final fijo de mV o una deriva absoluta/relativa
- Promedio del análisis de muestras
- Entrada de vapor de agua minimizada con el Sistema de Solvente Sellado
- Interfaz de balanza para pesaje automático
- Compatible con 100 métodos de titulación
- Informes personalizables
- Mensajes de advertencia y error claramente visibles

Este manual proporciona información sobre la instalación y el funcionamiento del titulador, así como sugerencias para su correcto funcionamiento. Antes de utilizarlo, se recomienda familiarizarse con sus diversas características y funciones.

Este manual se divide en cuatro partes.

PARTE 1: GUÍA DE INICIO RÁPIDO

Ayuda al usuario a configurar y operar rápidamente el titulador coulométrico Karl Fisher HI934. Abarca las conexiones básicas, la interfaz de usuario y cómo realizar una titulación.

PARTE 2: MANUAL DE INSTRUCCIONES

Proporciona una descripción completa de los principios operativos, interfaz de usuario, opciones generales, métodos, modo de titulación, optimización y mantenimiento.

PARTE 3: APLICACIONES

Contiene instrucciones completas para los análisis más comunes. Hay métodos y paquetes de métodos adicionales disponibles; para más información, contacte con su oficina local de Hanna Instruments.

PARTE 4: TEORÍA DE LA TITULACIÓN

Describe los principios de funcionamiento del titulador. Abarca la química de las titulaciones, los tipos de titulaciones y el cálculo de resultados.

ÍNDICE PARTE 1: GUÍA DE INICIO RÁPIDO

1. Medidas de Seguridad 1-2
2. Conexiones del Titulador 1-3
   2.1. Vista Frontal 1-3
   2.2. Vista Trasera 1-3
3. Interfaz de Usuario 1-4
   3.1. Teclado 1-4
   3.2. Pantalla 1-4
4. Idioma 1-5
5. Ayuda Contextual 1-5
6. Métodos 1-5
   6.1. Métodos Estándar 1-5
   6.2. Métodos Definidos por el Usuario 1-5
7. Preparación 1-6
   7.1. Configuración del Titulador 1-6
   7.2. Obtención de los Reactivos 1-6
8. La Primera Titulación 1-6
   8.1. Selección del Método 1-6
   8.2. Configuración del Informe de Titulación 1-6
   8.3. Llenado del Vaso de Titulación con Reactivo 1-6
   8.4. Preparación del Reactivo para las Muestras 1-6
   8.5. Preparación y Presentación de la Muestra 1-7
   8.6. Realizar una Titulación 1-7
   8.7. Pantalla de Titulación 1-8
   8.8. Gráfico de Titulación 1-8
   8.9. Finalización de la Titulación 1-8
   8.10. Resultados 1-9
   8.11. Visualización de los Últimos Datos de Titulación 1-9
   8.12. Impresión del Informe de Titulación 1-9
   8.13. Guardar Datos en un Dispositivo de Almacenamiento USB 1-10
   8.14. Informe de Titulación 1-11

PARTE 2: MANUAL DE INSTRUCCIONES

1. Configuración 2-2
   1.1. Desembalaje 2-2
   1.2. Medidas de Seguridad 2-3
   1.3. Especificaciones Técnicas 2-4
   1.4. Instalación 2-6
2. Interfaz de Usuario 2-12
   2.1. Puesta en Marcha 2-12
   2.2. Teclado 2-12
   2.3. Pantalla 2-14
   2.4. Navegación del Menú 2-15
3. Opciones Generales 2-17
   3.1. Guardar Archivos en un Dispositivo de Almacenamiento USB 2-17
   3.2. Restaurar Archivos Desde un Dispositivo de Almacenamiento USB 2-18
   3.3. Modo de Espera 2-19
   3.4. Duración del Modo de Espera 2-19
   3.5. Recordatorio de Intercambio de Reactivos 2-20

3.6. Enlace USB con PC 2-22
3.7. Interfaz de configuración de 2-22
3.8. Agitador 2-23
3.9. Modo de Impresora 2-24
3.10. Configuración de Fecha y Hora 2-24
3.11. Configuración de Pantalla 2-25
3.12. Beeper 2-26
3.13. Idioma 2-26
3.14. Comprobaciónde Calibración 2-27
3.15. Restablecer la Configuración Predeterminada 2-28
3.16. Optimizar el Espacio de Memoria 2-28
3.17. Actualizar Software 2-29
4. Métodos de Titulación 2-30
4.1. Selección de Métodos 2-30
4.2. Métodos Estándar 2-30
4.3. Métodos de Usuario 2-32
4.4. Método de Visualización/Modificación 2-33
4.5. Opciones de Método 2-34
4.6. Impresión 2-50
5. Modo de Titulación 2-51
5.1. Modo Inactivo 2-51
5.2. Pre-Titulación 2-52
5.3. Análisis de Deriva (Solo Entrada de Determinación Automática) 2-52
5.4. En Espera 2-53
5.5. Análisis de Muestras 2-54
6. Funciones Auxiliares 2-59
6.1. Bomba de Aire 2-59
6.2. Agitador 2-60
6.3. Resultados 2-60
7. Mantenimiento y Periféricos 2-64
7.1. Mantenimiento de Electrodos del Generador 2-64
7.2. Mantenimiento del Electrodo del Detector 2-64
7.3. Mantenimiento del Soporte del Adaptador de Reactivo 2-65
7.4. Mantenimiento del Adaptador de Intercambio de Reactivos 2-65
7.5. Periféricos 2-65
8. Optimización de Métodos 2-68
8.1. Configuración de Titulación 2-68
8.2. La Muestra 2-71
8.3. Sistema de Reactivos Karl Fischer 2-74
9. Accesorios 2-75
9.1. Anolito para Células Con y Sin Diafragma 2-75
9.2. Anolito para Células Con Diafragma 2-75
9.3. Anolito para Células Sin Diafragma 2-75
9.4. Catolito para Celdas Con Diafragma 2-75
9.5. Estándares del Agua 2-75
9.6. Componentes del Titulador 2-76

PARTE 3: APLICACIONES

HI9001EN Validación del Titulador Con Estándar de Agua de 1.0mg/g 3-2
HI9301EN Determinación de Humedad en Disolventes 3-4
HI9901EN Índice de Bromo de Los Hidrocarburos Aromáticos 3-6

PARTE 4: TEORÍA DE LA TITULACIÓN

1. Teoría de la Titulación 4-2
   1.1. Introducción a las Titulaciones 4-2
   1.2. Usos de las Titulaciones 4-2
   1.3. Ventajas y Desventajas de las Titulaciones 4-2
2. Tipos de Titulaciones 4-3
   2.1. Titulaciones Según el Método de Medición 4-3
   2.2. Titulaciones Según el Tipo de Reacción 4-4
   2.3. Titulaciones Según la Secuencia de Titulación 4-11
3. Procedimiento de Titulación 4-12
   3.1. Titulación Manual 4-12
   3.2. Titulación Automática 4-13
4. Resultados de la Titulación 4-14
   4.1. Precisión 4-14
   4.2. Repetibilidad 4-14
   4.3. Fuentes de Error 4-14
5. Cálculos 4-16
   5.1. Ecuaciones Utilizadas en Titulaciones Volumétricas de Karl Fischer 4-16
   5.2. Ecuaciones Utilizadas en Titulaciones 4-18
6. Glosario 4-21

PARTE 1:

GUÍA DE INICIO RÁPIDO

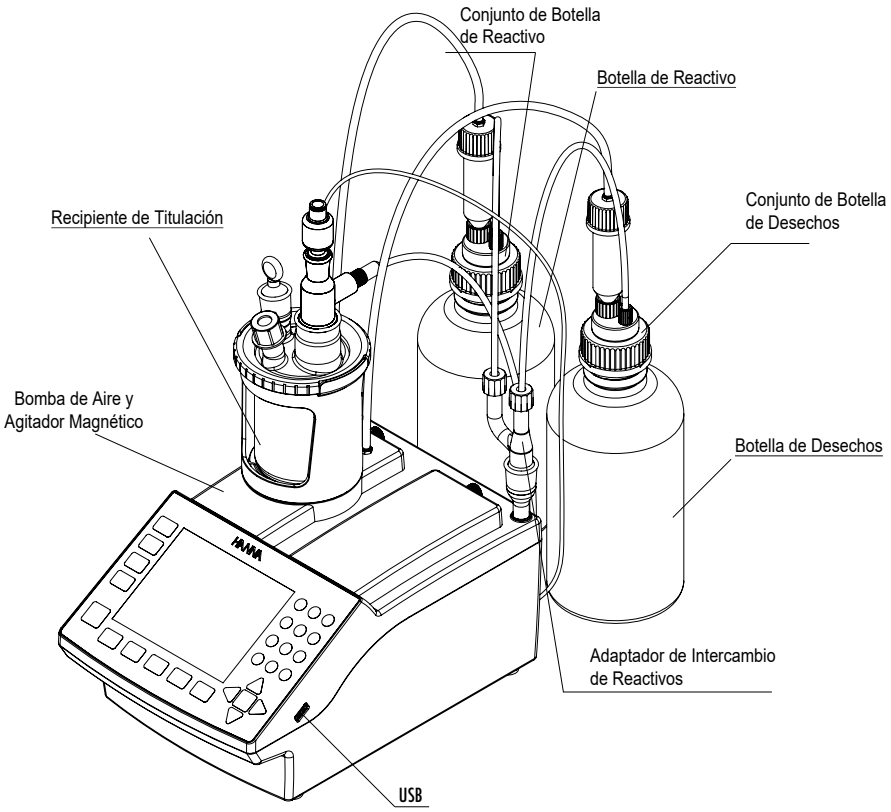
1. MEDIDAS DE SEGURIDAD

Se deben seguir las siguientes medidas de seguridad:

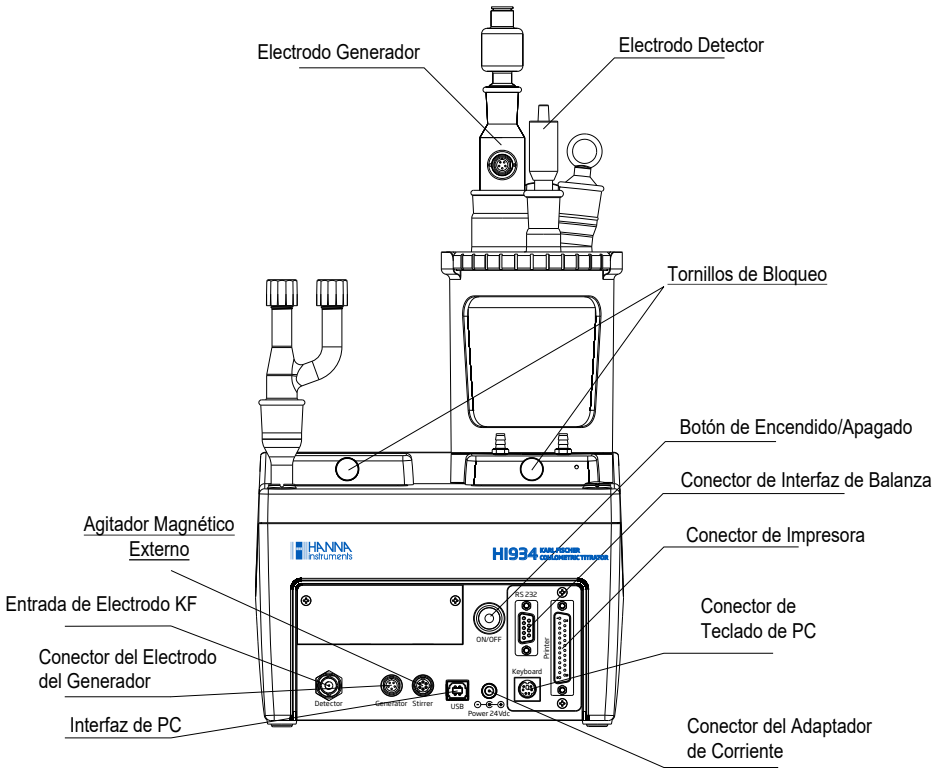
1) Nunca conecte ni desconecte la bomba de aire ni el agitador magnético, ni ningún otro periférico, con el titulador encendido.
2) Verifique que el reactivo y los tubos conectados estén correctamente montados.
3) Compruebe siempre que el reactivo, las botellas de residuos y el vaso de titulación estén correctamente montados.
4) Limpie siempre los derrames y salpicaduras inmediatamente.
5) Evite las siguientes condiciones ambientales de trabajo:
   - Vibraciones fuertes
   - Luz solar directa
   - Humedad relativa atmosférica superior al 80 % sin condensación
   - Temperaturas ambientales inferiores a 10 °C y superiores a 40 °C
   - Riesgo de explosión
   - Cerca de fuentes de calor o refrigeración
6) El titulador solo debe ser revisado por personal técnico cualificado.
7) Evite la inhalación de vapores de reactivo. Evite el contacto con productos químicos.

2. CONEXIONES DEL TITULADOR

2.1. VISTA FRONTAL



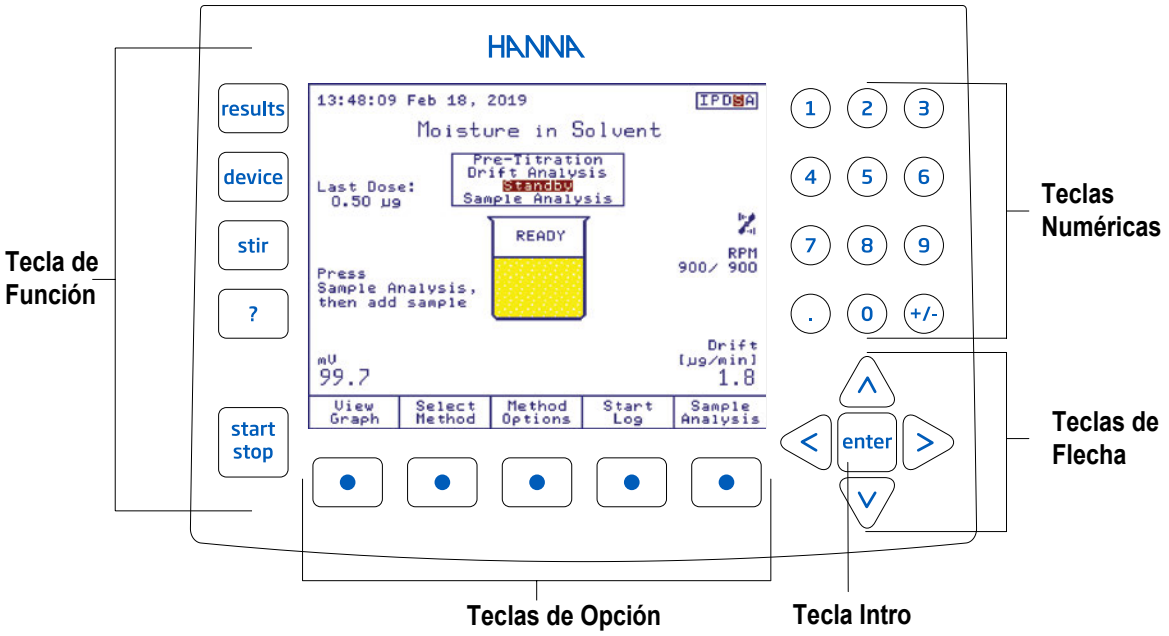
2.2. VISTA TRASERA



3. INTERFAZ DE USUARIO

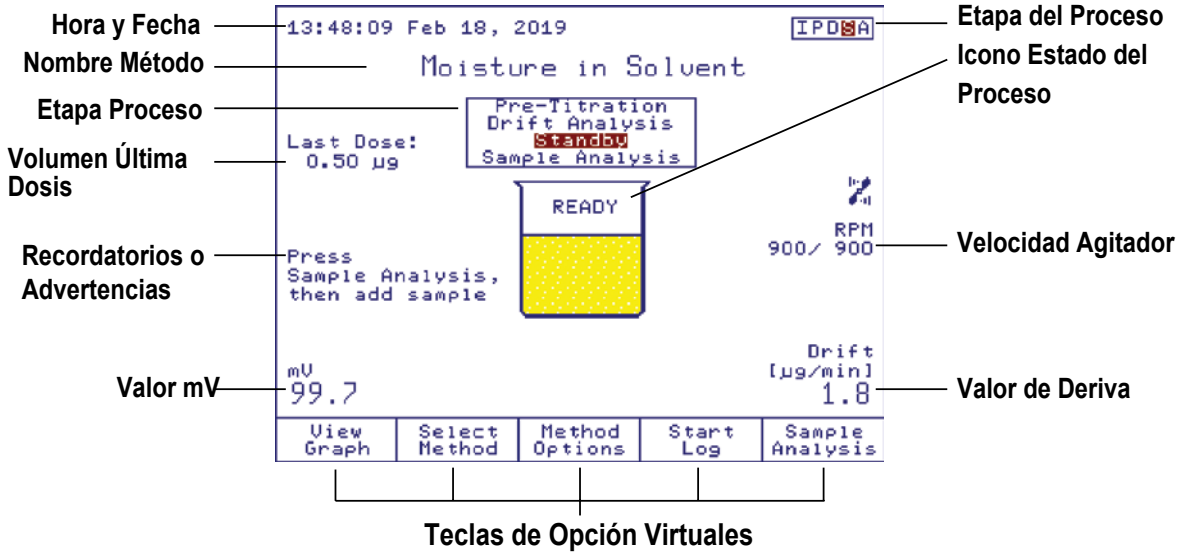
3.1. TECLADO

El teclado del titulador cuenta con 27 teclas agrupadas en cinco categorías.



3.2. PANTALLA

El titulador cuenta con una pantalla gráfica a color retro iluminada de 5.7". A continuación, se muestra la pantalla de espera con breves explicaciones.

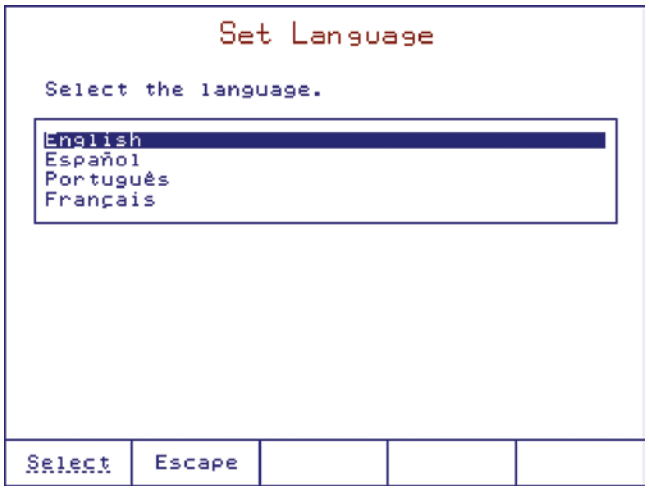


La interfaz de usuario consta de varias pantallas. Cada pantalla muestra simultáneamente varios campos de información. La información se muestra de forma intuitiva.

Las teclas de opción virtuales describen la función que se realiza al pulsar la tecla programable correspondiente.

4. IDIOMA

Para cambiar el idioma, pulse [General Options] en la pantalla principal. Resalte la opción *Idioma*. Con las teclas ∧ y ∨, seleccione el idioma entre las opciones de la pantalla **Configurar Idioma** y pulse la tecla [Select]. Reinicie el titulador para aplicar la nueva configuración de idioma.



5. AYUDA CONTEXTUAL

Se puede acceder a la ayuda contextual en cualquier momento pulsando la tecla [?], proporciona información útil sobre la pantalla actual.

6. MÉTODOS

El titulador Karl Fischer HI934 puede almacenar hasta 100 métodos (estándar y definidos por el usuario).

6.1. MÉTODOS ESTÁNDAR

Cada titulador se suministra con un paquete personalizado de métodos estándar. Hanna Instruments desarrolla estos paquetes para satisfacer las necesidades de análisis de industrias específicas.

6.2. MÉTODOS DEFINIDOS POR EL USUARIO

Los métodos definidos por el usuario permiten crear y guardar los propios. Cada nuevo método se basa en un método existente, que se modifica para adaptarse a una aplicación específica.

7. PREPARACIÓN

7.1. CONFIGURACIÓN DEL TITULADOR

Verifique que:

- Todos los conjuntos del titulador se han instalado correctamente (véase la sección **1. CONFIGURACIÓN**).
- El recipiente de titulación está correctamente sellado contra la humedad atmosférica (los accesorios y tubos están correctamente montados).
- El desecante se ha secado correctamente.

7.2. OBTENCIÓN DE LOS REACTIVOS

- Los reactivos deben ser adecuados a los requisitos del análisis (ver sección **9. ACCESORIOS** para ver la lista de reactivos preferidos).

8. LA PRIMERA TITULACIÓN

8.1. SELECCIÓN DEL MÉTODO

Para este análisis, utilizaremos el método estándar de **Humedad en Disolventes HI9301EN**.

Para seleccionar este método:

- Pulse Select Method desde la pantalla de **Espera**. Use las teclas ∧ y ∨ para resaltar el método de *Humedad en Disolvente HI9301EN.*
- Pulse Select

El nombre del método se mostrará en la línea superior de la pantalla de **Inicio**.

8.2. CONFIGURACIÓN DEL INFORME DE TITULACIÓN

Los usuarios pueden seleccionar la información que se almacena para cada titulación.

- Desde la pantalla principal, presione la tecla results y se mostrará la pantalla **Parámetros de Datos**.
- Resalte la opción *Informe de Titulación de Configuración* y presione Select .
- Marque los campos que se incluirán con el símbolo * utilizando las teclas ∧ y ∨ , y presione Select para alternar la selección.
- Presione Save Report y luego presione para regresar a la pantalla principal.

8.3. LLENADO DEL VASO DE TITULACIÓN CON REACTIVO

El vaso de titulación debe llenarse con disolvente hasta la marca mínima (MIN) (aproximadamente 75 mL):

- Desde la pantalla **Inactiva**, presione Air Pump.
- Pulse Start Filling .
- Espere hasta que el vaso esté lleno de disolvente hasta la marca mínima **(MIN).**
- Detenga la bomba de aire pulsando Stop Filling.
- Pulse Escape y luego introduzca la cantidad aproximada de disolvente en el vaso.
- Pulse Accept para confirmar.

8.4. PREPARACIÓN DEL REACTIVO PARA MUESTRAS

- Desde la pantalla de **Espera**, pulse la tecla start stop. Antes de iniciar una titulación, es necesario que la humedad residual del recipiente de titulación y el disolvente reaccionen. El titulador entrará en modo de pre titulación y comenzará a generar yodo en el recipiente de titulación.
- Una vez que se haya evaporado toda la humedad residual (se alcanza el potencial de punto final), el titulador entrará en el modo de **Análisis de Deriva** (solo para Entrada Automática de Deriva). El titulador calcula la velocidad de filtración de humedad atmosférica en el vaso de titulación durante el siguiente minuto y muestra el resultado en la esquina inferior derecha de la pantalla.

- Si la Tasa de Deriva es estable y se mantiene el potencial de punto final, el titulador entrará en modo de **Espera**. El titulador continúa manteniendo el potencial de punto final y actualiza la tasa de deriva de fondo.

Nota: *Los electrodos detectores nuevos (o limpios) presentan baja resistencia eléctrica debido a la ausencia de complejos de platino-yodo en su superficie. Esto puede provocar lecturas iniciales de mV bajas e impedir una pre titulación adecuada del reactivo. El valor del punto final debe ser de 200 a 250 mV inferior al valor de mV del reactivo húmedo para que se produzca una pre titulación adecuada. Si es necesario, ajuste el punto final o la corriente aplicada en las Opciones del método para facilitar una pre titulación adecuada. El complejo de platino-yodo debería formarse después de varias titulaciones y aumentar las lecturas de mV.*

8.5. PREPARACIÓN E INTRODUCCIÓN DE LA MUESTRA

PREPARACIÓN DE LA MASA DE LA MUESTRA

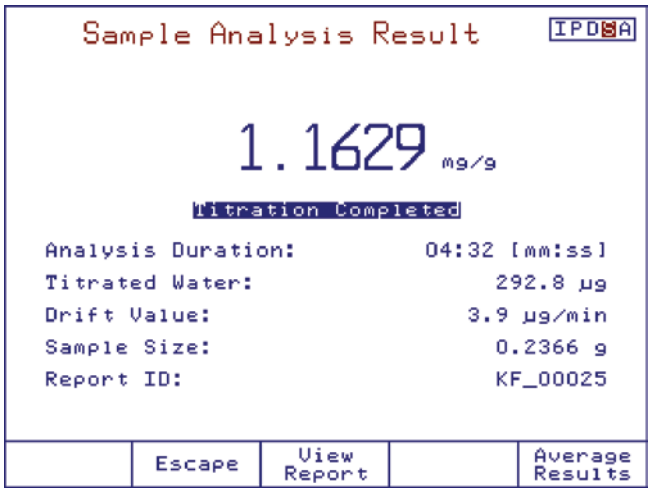
La medición del tamaño de la muestra por masa con una balanza analítica proporcionará los resultados más reproducibles.
Las muestras se inyectarán a través del septo.
Pese la jeringa antes y después de la inyección para aumentar la precisión (técnica de pesaje inverso).

PREPARACIÓN DEL VOLUMEN DE LA MUESTRA

Las muestras líquidas se pueden añadir por volumen.
Las muestras deben añadirse con una jeringa y una aguja de precisión.

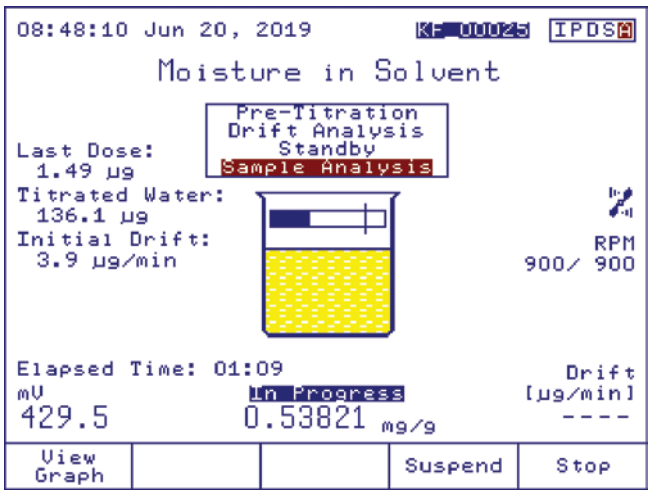
8.6. REALIZACIÓN DE UNA TITULACIÓN

- Desde la pantalla principal, pulse Sample Analysis para analizar una muestra. Se le pedirá que introduzca el tamaño del analito. Añada una muestra preparada al recipiente de titulación. Introduzca el tamaño del analito y pulse Sample Analysis. El titulador iniciará el análisis según el método seleccionado.
- Al finalizar la titulación, aparecerá el mensaje "Titulación Completada" en el estado de la titulación, junto con la concentración final de humedad en la muestra, el volumen del punto final y otra información relevante. El titulador entrará automáticamente en modo de **Espera**.



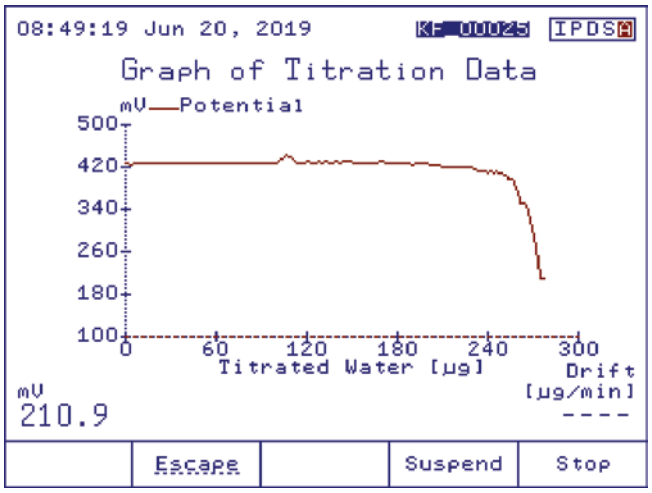
8.7. PANTALLA DE TITULACIÓN

Durante una titulación, se muestra la siguiente pantalla:



8.8. GRÁFICO DE TITULACIÓN

Pulse View Graph para visualizar el gráfico de titulación en tiempo real.
La curva mostrada representa el potencial del electrodo frente al agua titulada.
Una línea horizontal discontinua representa el potencial de punto final seleccionado.



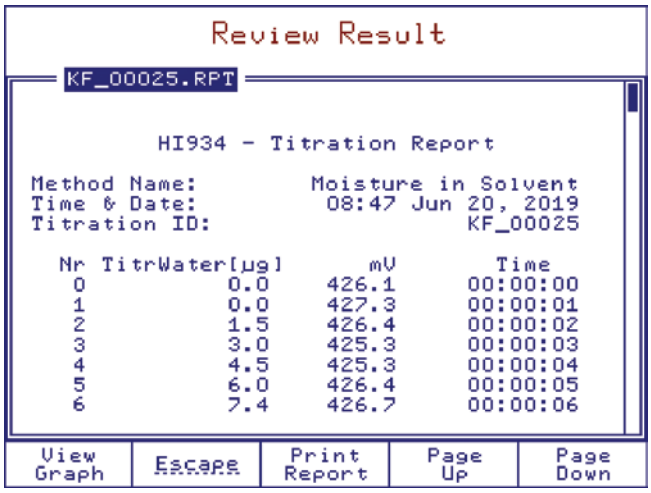
Nota: *Con disolventes frescos, los primeros gráficos de titulación pueden parecer algo ruidosos. Tras varias titulaciones, la velocidad de reacción y el gráfico deberían mejorar.*

8.9. TERMINACIÓN DE LA TITULACIÓN

La titulación finaliza cuando se cumplen las condiciones de los Criterios de Terminación.
El Criterio de Terminación predeterminado es un valor de mV, en el que la titulación finaliza cuando este se mantiene por debajo del potencial de punto final durante el tiempo de estabilidad seleccionado.
Al finalizar la titulación, el titulador mostrará la concentración final de humedad junto con la información básica de la titulación.
Para ver el informe personalizado o el gráfico de titulación, pulse View Report
Para ver las estadísticas de varios análisis, pulse Average Results.
Al finalizar, pulse Escape para volver al modo de espera (si está activo).

8.10. RESULTADOS

Los resultados obtenidos de una titulación se almacenan en un informe que puede visualizarse, imprimirse y transferirse a un dispositivo de almacenamiento USB o a un PC.



8.11. VISUALIZACIÓN DE LOS ÚLTIMOS DATOS DE TITULACIÓN

- Desde la pantalla principal, pulse la tecla [results] . Se mostrará la pantalla **"Parámetros de Datos"**.
- En la pantalla "**Parámetros de Datos**", seleccione la opción "*Revisar Último Informe*" y pulse la tecla [Select] . Se mostrará la pantalla "**Revisar Resultados"**.
- Utilice las teclas [Page Up] y [Page Down] para mostrar información relacionada con la última titulación realizada.

8.12. IMPRESIÓN DEL INFORME DE TITULACIÓN

Conecte una impresora paralela compatible con DOS/Windows directamente al conector DB-25 ubicado en la parte posterior del titulador.

Nota: *Antes de conectar la impresora, asegúrese de que tanto el titulador como la impresora estén apagados.*

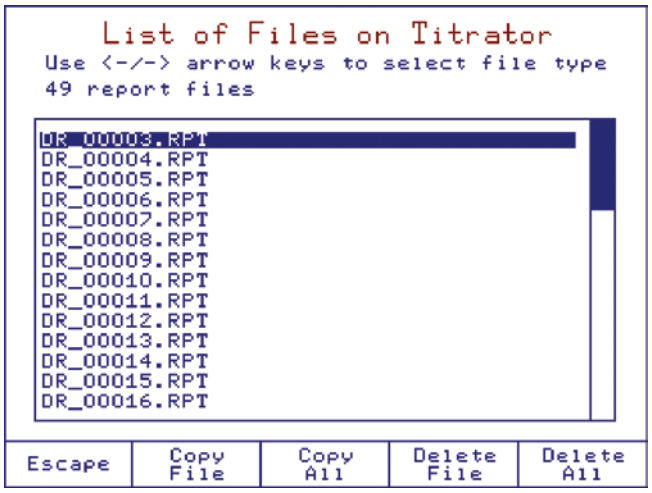
Impresión del Informe:

- Desde la pantalla **Revisar Informe**, pulse [Print Report] .
- Durante la transferencia de información a la impresora, se mostrará el mensaje "**Imprimiendo**".
- Pulse [Escape] para volver a la pantalla Parámetros de Datos.
- Pulse [Escape] de nuevo para volver a la pantalla principal.

8.13. GUARDAR DATOS EN UN DISPOSITIVO DE ALMACENAMIENTO USB

Esta función permite guardar los resultados de las titulaciones o sesiones de registro de deriva en un dispositivo de almacenamiento USB.

- Desde la pantalla principal, pulse [General Options]. Se mostrará la pantalla **Opciones Generales**.
- Resalte la opción "*Guardar Archivos en Dispositivo de Almacenamiento USB*" con las teclas ^ y v.
- Inserte el dispositivo de almacenamiento USB en la entrada USB.
- Pulse [Select] para mostrar la pantalla **Lista de Archivos en el Titulador**.
- Utilice las teclas < y > para seleccionar los archivos del informe.



- Pulse [Copy All] para transferir todos los informes disponibles al dispositivo de almacenamiento USB o resalte el nombre del archivo de informe que desea transferir y pulse [Copy File].
- Al transferir un archivo de informe, se transferirán automáticamente el archivo de registro y el gráfico de titulación correspondientes (archivo *.BMP, si corresponde).
- Pulse [Escape] para volver a la pantalla de **Opciones Generales**.
- Pulse [Escape] de nuevo para volver a la pantalla principal.

Nota: *El dispositivo de almacenamiento USB debe estar formateado en FAT o FAT32.*

8.14. INFORME DE TITULACIÓN

Al desplazarse con las teclas Page Up y Page Down , los campos a continuación se pueden ver en la pantalla del titulador o imprimir. La misma información está disponible en el informe guardado.

HI934 - INFORME DE TITULACIÓN

Nombre Método:	PRUEBA 1mg/g
Hora y Fecha:	14:36 Feb 14, 2019
ID Titulación:	KF_00055
Nombre Empresa:	
Nombre Operador:	
Nombre Electrodo:	
Campo 1:	
Campo 2:	
Campo 3:	
Versión Software Titulador:	v1.00
Versión Software Placa Base:	v1.00
Versión Software Agitador:	v1.00
Número Serie del Titulador:	101490001111
Número Serie Placa Analógica:	201510004111
Número Serie Agitador:	000000000000
Fecha Calibración Analógica:	Dic. 20, 2018

Parámetros del Método

Nombre:	Humedad en el Disolvente
Revisión del Método:	1.0
Tipo:	KF Coulométrico
Tiempo Agitación Pre Análisis:	5 s
Velocidad de Agitación:	900 RPM
Tipo de Barra Agitadora:	Media
Entrada de Deriva:	Automático
Reactivo:	Uso general
Parámetros de la Muestra:	
Determinación Muestra:	Normal
Nombre Muestra:	Muestra predeterminada
Tipo de Muestra:	Masa
Tamaño de la Muestra:	0.3055 g
Parámetros de Control:	
Velocidad Titulación:	Auto
Corriente Impuesta:	2 µA
Valor del Punto Final:	100.0 mV
Modo Corriente del Generador:	Auto
Promedio de Señal:	2 Lecturas
Parámetros de Terminación:	
Duración máxima:	1200 seg.
Máxima Cant. Agua Titulada:	10.0 mg
Criterio de Término:	Deriva Relativa
Deriva Relativa:	3.0 µg/min
Unidad de Resultado:	ppm

Nr	Agua Tit.[µg]	mV	Hora
0	0.0	467.4	00:00:00
1	0.0	469.0	00:00:01
2	9.9	467.8	00:00:03
3	19.8	466.2	00:00:04
4	29.8	465.8	00:00:05
5	39.7	465.8	00:00:06
6	49.6	466.2	00:00:07
7	59.5	466.3	00:00:08
8	74.4	466.1	00:00:09
9	89.4	465.8	00:00:10
10	104.3	466.3	00:00:11
11	119.2	466.8	00:00:12
12	134.1	466.8	00:00:13
13	149.1	467.8	00:00:14
14	164.0	469.3	00:00:15
15	186.4	469.1	00:00:16
16	208.9	468.5	00:00:17
17	231.3	468.4	00:00:18
18	253.8	468.4	00:00:19
19	276.3	465.6	00:00:20
20	298.7	472.7	00:00:21
21	321.2	478.0	00:00:22
22	354.9	478.2	00:00:23
23	388.5	477.1	00:00:25
24	422.2	468.8	00:00:26
25	455.9	461.8	00:00:27
26	465.8	482.8	00:00:28
27	475.8	487.3	00:00:29
28	485.7	464.6	00:00:30
29	495.6	463.6	00:00:31
30	505.5	464.9	00:00:32
31	515.5	464.6	00:00:33
32	525.4	464.5	00:00:34
33	535.3	464.5	00:00:35
34	545.2	464.0	00:00:36
35	555.1	463.6	00:00:37
36	565.1	463.5	00:00:38
37	575.0	464.3	00:00:39
38	584.9	461.9	00:00:40
39	594.8	459.6	00:00:41
40	604.8	456.7	00:00:42
41	614.7	457.7	00:00:43
42	624.6	461.8	00:00:44
43	634.5	461.1	00:00:45
44	644.5	460.0	00:00:47
45	654.4	460.0	00:00:48
46	664.3	457.4	00:00:49
47	674.2	454.8	00:00:50
48	684.1	452.1	00:00:51
49	694.1	452.1	00:00:52
50	704.0	449.8	00:00:53
51	713.9	447.6	00:00:54
52	723.8	447.6	00:00:55
53	733.8	447.3	00:00:56
54	743.7	441.1	00:00:57
55	753.6	434.2	00:00:58
56	763.5	429.7	00:00:59
57	773.4	428.7	00:01:00
58	783.4	426.9	00:01:01

59	793.3	419.9	00:01:02
60	803.2	415.5	00:01:03
61	813.1	399.4	00:01:04
62	823.1	373.8	00:01:05
63	833.0	356.4	00:01:06
64	842.9	345.9	00:01:07
65	852.8	330.7	00:01:09
66	862.8	300.6	00:01:10
67	872.7	266.8	00:01:11
68	882.6	237.4	00:01:12
69	892.5	202.0	00:01:13
70	902.4	159.0	00:01:14
71	903.9	116.6	00:01:15
72	905.4	88.9	00:01:16
73	905.4	84.1	00:01:17
74	905.4	92.0	00:01:18
75	905.4	108.4	00:01:19
76	906.9	139.0	00:01:20
77	908.4	181.2	00:01:21
78	909.9	224.5	00:01:22
79	911.4	259.4	00:01:23
80	912.9	288.0	00:01:24
81	914.4	308.3	00:01:25
82	924.3	321.9	00:01:26
83	934.2	331.9	00:01:27
84	944.1	293.3	00:01:29
85	954.0	175.2	00:01:30
86	955.5	79.5	00:01:31
87	955.5	54.4	00:01:32
88	955.5	50.3	00:01:33
89	955.5	54.4	00:01:34
90	955.5	58.0	00:01:35
91	955.5	59.6	00:01:36
92	955.5	61.0	00:01:37
93	955.5	62.1	00:01:38
94	955.5	63.7	00:01:40
95	955.5	65.1	00:01:41
96	955.5	66.4	00:01:42
97	955.5	67.1	00:01:43
98	955.5	67.7	00:01:44
99	955.5	68.0	00:01:45
100	955.5	69.2	00:01:46
101	955.5	70.3	00:01:47
102	955.5	70.3	00:01:48
103	955.5	70.5	00:01:49
104	955.5	71.8	00:01:51
105	955.5	72.7	00:01:52
106	955.5	72.0	00:01:53
107	955.5	72.6	00:01:54
108	955.5	73.3	00:01:55
109	955.5	73.6	00:01:56
110	955.5	74.2	00:01:57
111	955.5	73.7	00:01:58
112	955.5	73.6	00:01:59
113	955.5	73.9	00:02:00
114	955.5	73.5	00:02:02
115	955.5	73.9	00:02:03
116	955.5	74.3	00:02:04
117	955.5	74.4	00:02:05
118	955.5	74.3	00:02:06

119	955.5	74.5	00:02:07
120	955.5	75.7	00:02:08
121	955.5	75.7	00:02:09
122	955.5	75.2	00:02:10
123	955.5	76.2	00:02:11
124	955.5	76.8	00:02:13

Resultados de la Titulación

Nombre Método: Humedad en el Disolvente
Fecha y Hora: 14:36 Feb 14, 2019
Tamaño de la Muestra: 0.3066 g
Valor de Deriva: 5.2 µg/min
Agua Titulada 955.53 µg
Resultado: 3.1105 mg/g
Duración de la Titulación: 03:12 [mm:ss]
Tipo Electrodo del Generador: HI 900512
La Titulación se Completó
Nombre del Operador:

Firma del Analista: _____

PARTE 2:

MANUAL DE INSTRUCCIONES

1. CONFIGURACIÓN

1.1. DESEMBALAJE

Retire el titulador y los accesorios del embalaje y revíselos cuidadosamente para asegurarse de que no hayan sufrido daños durante el envío. Si alguno de los artículos está dañado o falta, póngase en contacto con su representante de ventas o con el centro de servicio técnico de Hanna Instruments más cercano.
Cada titulador HI934 se suministra con:

ARTÍCULO	CANTIDAD
Titulador	1 Ud.
Conjunto de Bomba de Aire y Agitador Magnético	1 Ud.
Conjunto de Recipiente de Titulación	1 Ud.

- Recipiente de Titulación
- Tapón de Vidrio
- Tapa y Septum del Puerto de Muestra
- Barra agitadora
- Desecante
- Cartucho Desecante
- Accesorios
- O-rings

Soporte para Vasos	1 Ud.
Tornillos de Bloqueo de Bomba con Cabeza de Plástico	2 Uds.
Conjunto de Botella de Reactivo	1 Ud.

- Tapón de Botella
- Desecante
- Cartucho Desecante
- Accesorios
- O-rings
- Tubos (Tubos de Silicona y PTFE)

Conjunto de Botella de Desechos	1 Ud.

- Tapón de Botella
- Desecante
- Cartucho Desecante
- Accesorios
- O-rings
- Tubos (Tubos de Silicona y PTFE)

Electrodo Detector	1 Ud.
Llave de Calibración	1 Ud.
Adaptador de Intercambio de Reactivos	1 Ud.
Soporte Adaptador de Reactivo	1 Ud.
Grasa para Juntas de Vidrio	1 Ud.
Electrodo Generador Karl Fisher con Cable Extraíble	1 Ud.
Adaptador de Corriente	1 Ud.

Cable USB ..... 1 Ud.

Manual de Instrucciones..... 1 Ud.

Dispositivo de Almacenamiento USB ..... 1 Ud.

Certificado de Calidad ..... 1 Ud.

Consulte la sección **9. ACCESORIOS** para ver imágenes de los componentes.

Nota: *Conserve todo el material de embalaje hasta asegurarse de que el instrumento funciona correctamente. Cualquier artículo dañado o defectuoso debe devolverse en su embalaje original junto con los accesorios suministrados.*

1.2. MEDIDAS DE SEGURIDAD

Se deben seguir las siguientes medidas de seguridad:

1) Nunca conecte ni desconecte la bomba de aire ni el agitador magnético con el titulador encendido.
2) Verifique que la botella de reactivo, la botella de residuos y el vaso de titulación estén correctamente ensamblados.
3) Compruebe siempre que la botella de reactivo, la botella de residuos y el vaso de titulación estén correctamente ensamblados.
4) Limpie siempre los derrames y salpicaduras inmediatamente.
5) Evite las siguientes condiciones ambientales de trabajo:

- Vibraciones fuertes
- Luz solar directa
- Humedad relativa atmosférica superior al 80 % sin condensación
- Temperaturas ambientales inferiores a 10 °C y superiores a 40 °C
- Riesgo de explosión
- Cerca de fuentes de calor o refrigeración

6) Haga que el titulador sea reparado únicamente por personal de servicio calificado.

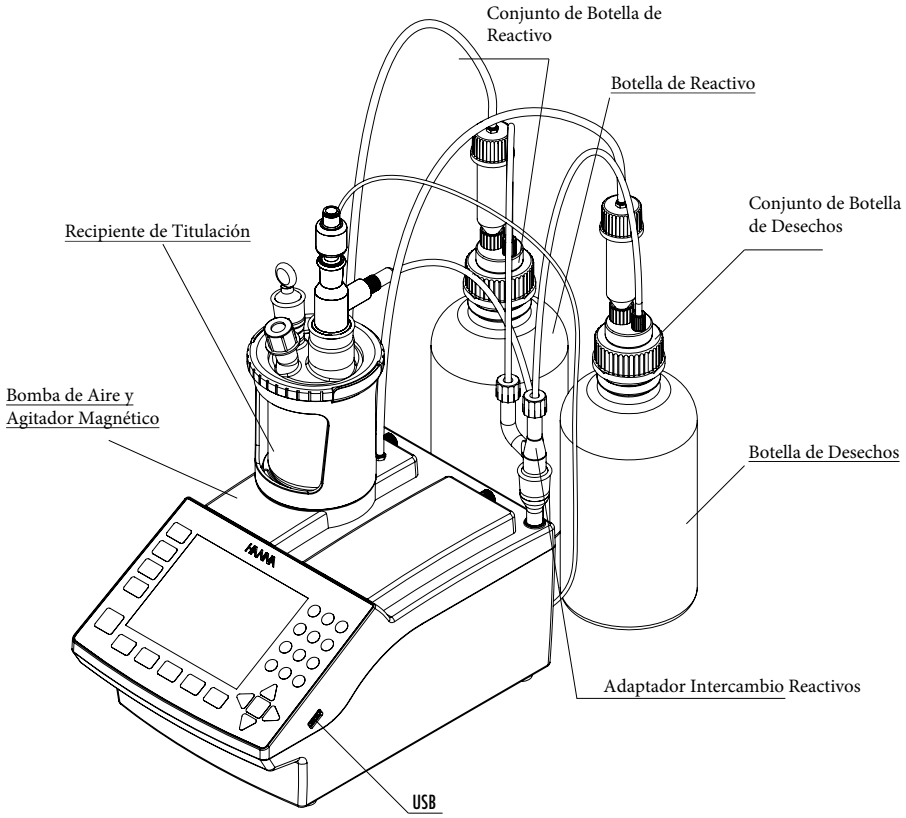
1.3. ESPECIFICACIONES TÉCNICAS

Medición	Rango	1 ppm a 5%
	Resolución	0.1 ppm
	Unidades de Resultado	%, ppm, mg/g, µg/g, mg, µg, mg/mL, µg/mL, ppt, mgBr/100g, gBr/100g, mgBr, gBr
	Tipo de Muestra	Líquida o Sólida
Determinación	Acond. Previo Titulación	Automático
	Corrección Deriva Fondo	Valor automático o seleccionable por el usuario
	Criterios Punto Final	Persistencia mV Fija, parada deriva Relativa o parada deriva Absoluta
	Dosificación	Dinámico con 3 configuraciones de velocidad
	Estadísticas Resultados	Media, desviación estándar
Recipiente Titulación	Tipo	Vidrio de borosilicato con conexiones de unión de vidrio cónico estándar
	Volumen Operativo	100 a 200 mL
	Septum	Goma de silicona
	Rosca de Tapa Septum	GL-18
	Puerto de Reactivos	Cono estándar 19
Electrodo Detector	Tipo	Electrodo de polarización de platino doble
	Conexión	BNC
	Conexión de Vidrio	Cono Estándar 14/20
	Corriente Polarización	1, 2, 5, 10 µA
	Rango de Voltaje	2 a 1100 mV
	Resolución de Voltaje	0.1 mV
	Precisión	± 0.1%
Electrodo Generador	Tipo	Con o Sin Diafragma
	Detección Tipo de Electrodo	Automática
	Conexión Eléctrica	Conector de 5 pines con cable desmontable
	Conexión de Vidrio	Cono Estándar 29/12
	Corriente Máxima	400 mA
	Control de Corriente	Automática o fija (400 mA)
Agitador	Tipo	Magnético, regulado electrónicamente
	Velocidad	200 a 2000 RPM
	Resolución	100 RPM
	Agitador Externo	La conexión mini DIN de 4 pines permite el control de un aparato agitador externo
Sistema de Manipulación de Reactivos	Tipo	Sistema sellado con bomba de aire de diafragma integrada
	Tipo de Desecante	Tamices Moleculares
	Tipo de Rosca de Botella	GL-45
	Conexión de Vidrio	Cono Estándar 19 (utilizando el adaptador suministrado)
	Tubos Reactivos/Residuos	PTFE

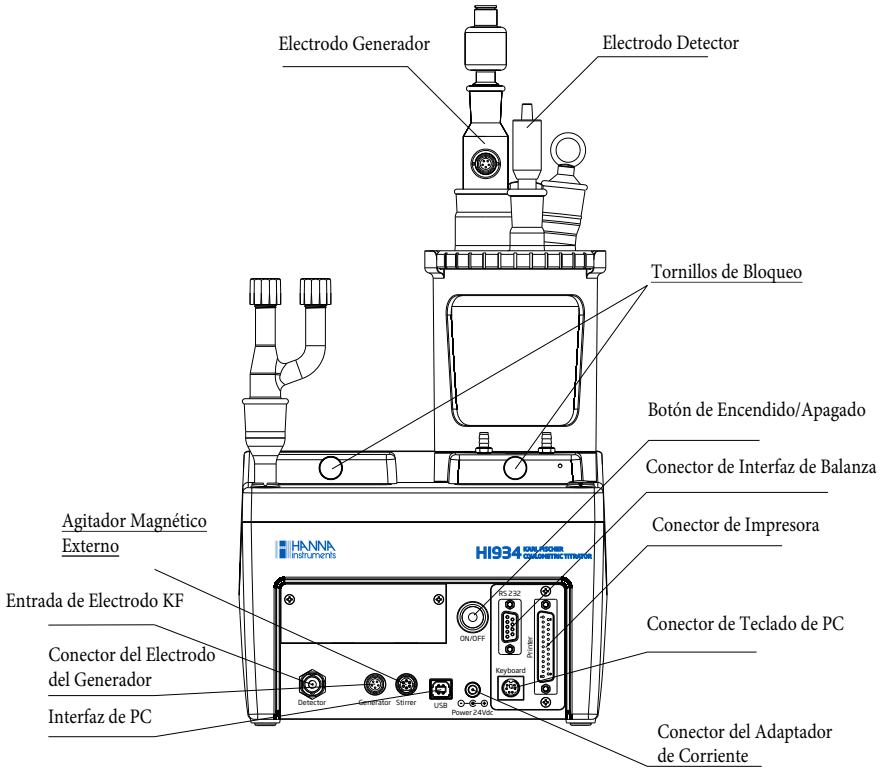
Dispositivos Periféricos	Conexión a PC	1 x USB Estándar B
	Unidad Flash USB	1 x USB Estándar A
	Balanza Analítica	1 conector DB-9
	Impresora	1 conector DB-25
	Teclado Externo para PC	1 x 6-pin Mini DIN
Especificaciones Adicionales	Pantalla	Pantalla gráfica a color de 5.7" con retroiluminación
	Idiomas	Inglés, Portugués, Español, Francés
	Fuente de Alimentación	100-240 Vac, 50/60 Hz
	Consumo de Energía	0.5 Amps
	Material Caja	ABS, PC y Acero Inoxidable
	Teclado	Poliéster
	Dimensiones	315 x 205 x 375 mm (12.4 x 8.1 x 14.8 ")
	Peso	aprox. 4.3 kg con 1 agitador/bomba de aire y sensores
	Entorno Operativo	10 a 40 °C (50 a 104 °F); hasta 80 % HR
	Entorno Almacenamiento	-20 a 70 °C (-4 a 158 °F); hasta 95 % HR

1.4. INSTALACIÓN

1.4.1. VISTA DERECHA DEL TITULADOR



1.4.2. VISTA TRASERA DEL TITULADOR



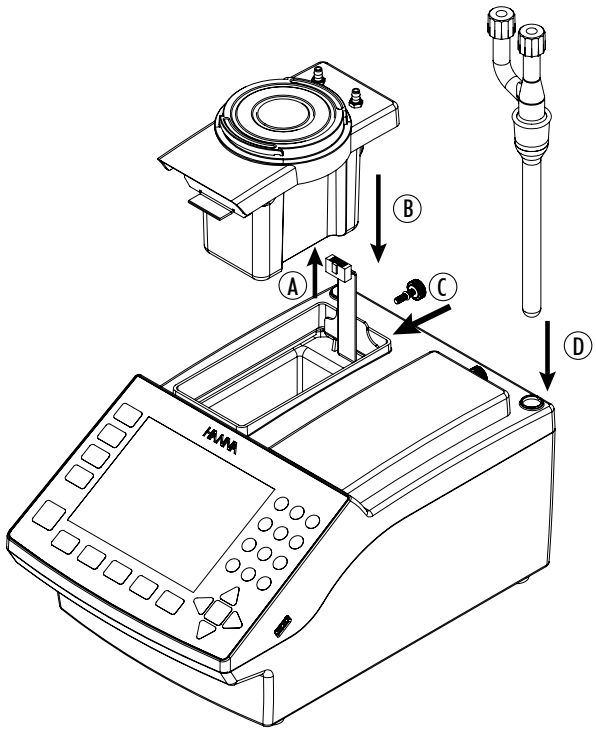
1.4.3. MONTAJE DEL TITULADOR

¡Advertencia! *El montaje debe completarse antes de conectar el titulador a la fuente de alimentación.*

1.4.3.1. CONEXIÓN DE LA BOMBA DE AIRE Y EL PORTA-REACTIVOS

Para conectar la bomba de aire y el agitador magnético, siga estos pasos:

- Retire el cable de la bomba de aire del interior del compartimento izquierdo.
- Conecte el cable a la bomba de aire como se muestra a continuación (A). El conector se encuentra en la parte inferior del conjunto de la bomba de aire.
- Introduzca la bomba en el titulador (B) y deslícela hacia la parte frontal de la carcasa hasta que encaje firmemente.
- Fije la bomba con el tornillo de bloqueo (C).
- Inserte el soporte del adaptador de reactivo en el lugar designado (D).



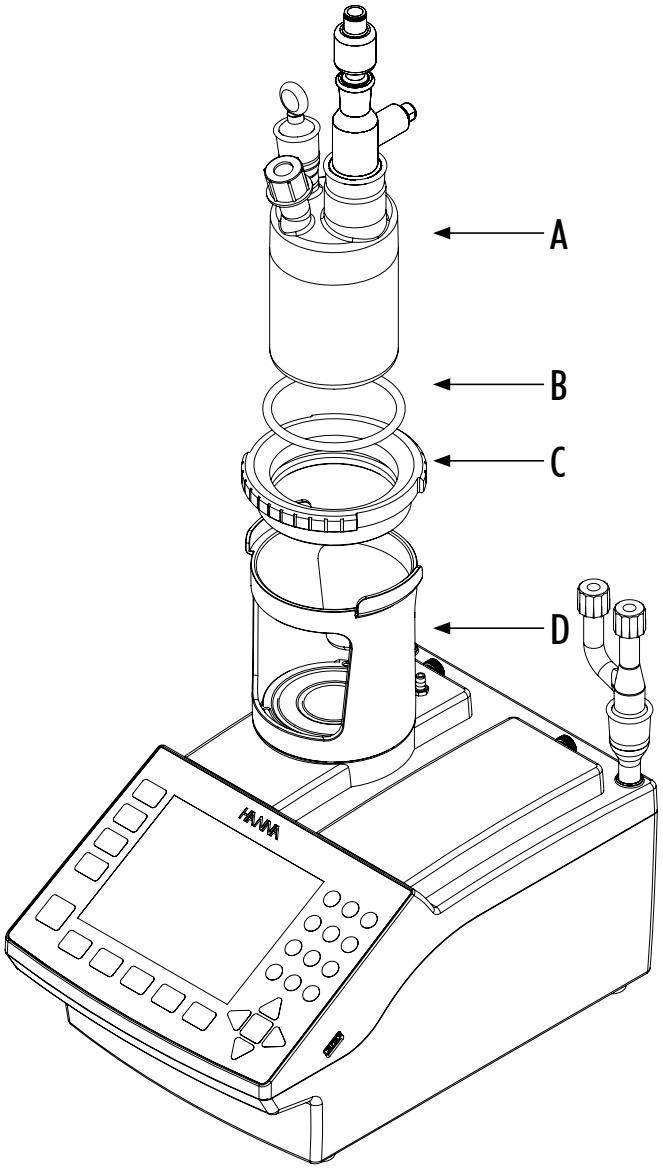
1.4.3.2. RECIPIENTE DE TITULACIÓN

La titulación se realiza en un recipiente sellado. El recipiente de titulación también puede denominarse recipiente de reacción, celda de titulación o celda de reacción.
Las principales características de diseño del recipiente de titulación HI934 incluyen las siguientes:

- Durabilidad, facilidad de uso, limpieza y mantenimiento.
- Todas las celdas de vidrio están fabricadas con juntas de vidrio esmerilado para una permeabilidad ultra baja al vapor de agua y una alta resistividad química a los reactivos Karl Fischer.
- Un puerto de muestra con tapa de rosca de apertura superior para facilitar la sustitución del septo.
- Un cartucho desecante con tamices moleculares para secar el aire ambiente que entra en la celda a medida que se añaden o extraen reactivos y muestras del recipiente de titulación.
- Puerto de electrodos para generadores con y sin diafragma.

Para conectar el recipiente de titulación siga los pasos a continuación:

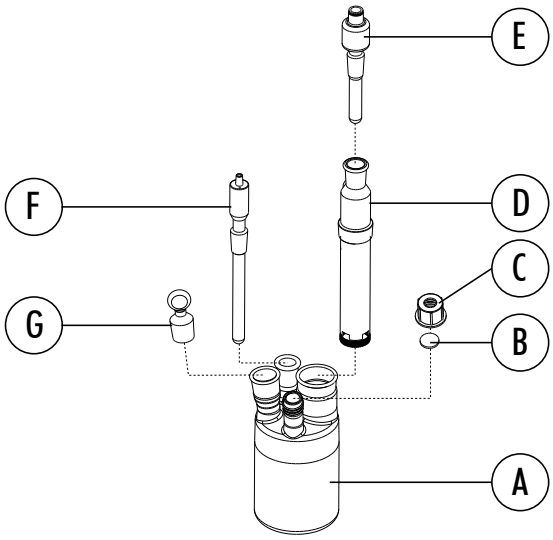
- Alinee el soporte del recipiente (D) con la placa base y fíjelo girándolo en sentido horario.
- Inserte el adaptador del soporte (C) en el soporte del recipiente (D) alineando las muescas. Si el o-ring (B) no está instalado, introdúzcalo en la ranura interior del adaptador del soporte (C).
- Baje el recipiente de titulación al soporte del recipiente (D) empujándolo suavemente a través del adaptador del soporte (C).



1.4.3.3. TAPA DEL VASO DE PRECIPITADO

¡Advertencia! ¡No apriete demasiado los accesorios! Esto podría causar daños permanentes a los o-rings y a la tapa del vaso de precipitados. Para ensamblar la tapa del vaso de precipitados, siga estos pasos:

1) Inserte el electrodo detector Karl Fisher (F) en el puerto de vidrio esmerilado.
2) Inserte el electrodo generador Karl Fisher (D) en el puerto de vidrio esmerilado.
3) Conecte el cartucho desecante (E) a la parte superior del electrodo generador (D).
4) Coloque el tapón de vidrio (G) en el puerto de vidrio esmerilado.
5) Coloque el septo de silicona (B) en la parte inferior de la tapa GL-18 (C). Fije la tapa al recipiente de titulación.



1.4.3.3.1. ELECTRODO DETECTOR KARL FISCHER

El electrodo detector Karl Fischer (F) consta de dos pines paralelos de platino sellados en un cuerpo de vidrio de 10 mm de diámetro. Dos pines de acero conectan los elementos de platino a un conector BNC estándar, lo que facilita su conexión al HI934.

1.4.3.3.2. ELECTRODO GENERADOR KARL FISCHER

El electrodo generador Karl Fischer (D) consta de dos electrodos de platino (ánodo y cátodo) sobre un cuerpo de vidrio. El ánodo y el cátodo pueden estar separados por un diafragma integrado en el cuerpo del generador. El HI934 puede utilizarse con generadores con y sin diafragma.

1.4.3.3.3. CARTUCHO DESECANTE

El cartucho desecante (E) proporciona una vía seca para la igualación de presión entre el aire ambiente y el interior del recipiente de titulación.

1.4.3.3.4. PUERTO DE INTERCAMBIO DE REACTIVOS

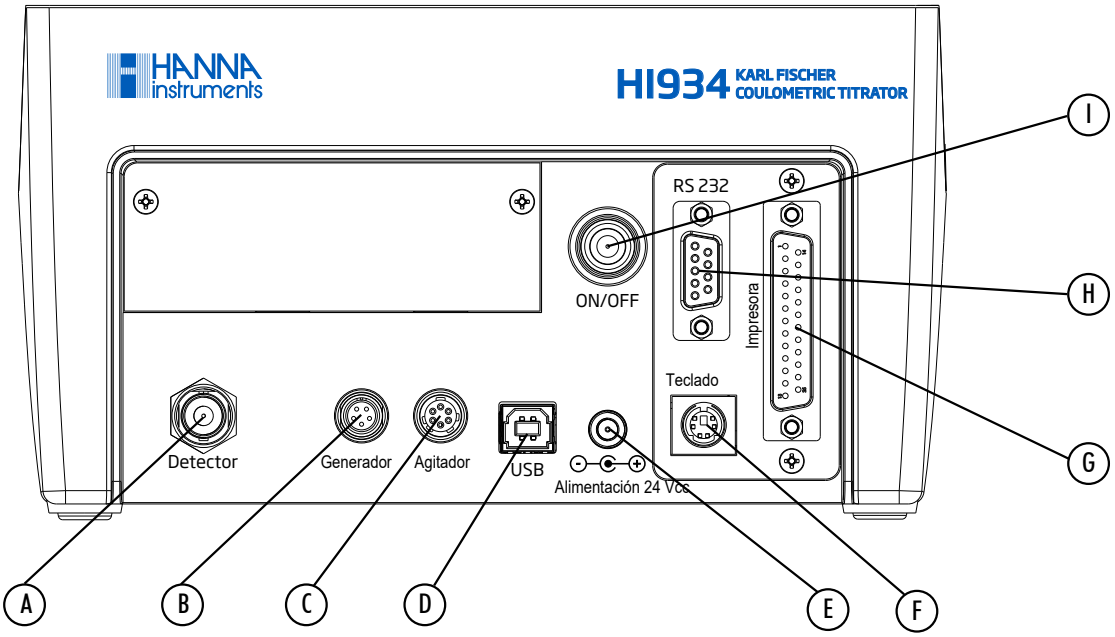
El recipiente de titulación HI934 se puede conectar a las botellas de reactivos y residuos mediante el puerto de intercambio de reactivos y el adaptador suministrado. El adaptador de intercambio de reactivos puede permanecer conectado al recipiente de titulación durante el funcionamiento si no se requiere una menor tasa de deriva.

1.4.3.3.5. PUERTO DE MUESTRA

El puerto de muestra consta de un septo de goma de silicona (B) fijado con un tapón GL-18 de tapa abierta (C). Esto permite añadir muestras líquidas al recipiente de titulación con una jeringa y una aguja, a la vez que lo protege de la humedad atmosférica. El septo de goma se puede sustituir fácilmente según sea necesario retirando el tapón roscado.

1.4.4. CONEXIONES ELÉCTRICAS

- Conecte el detector de electrodos Karl Fisher al conector BNC (A).
- Conecte el electrodo del generador Karl Fisher al conector de 5 pines (B) mediante el cable suministrado.
- Conecte el cable del adaptador de corriente al conector de entrada de alimentación (E).



	Función	Tipo de Conector
A	Electrodo Detector	Conector BNC
B	Electrodo Generador	Conector de 5 pines
C	Agitador Magnético Externo	Conector de 6 pines
D	Interfaz USB	Estándar USB B
E	Conector Entrada Alimentación (24 VCC)	Conector de Alimentación de CC
F	Teclado Externo para PC	Mini DIN de 6 pines (PS2 Estándar)
G	Impresora	Conector DB-25
H	Interfaz RS 232 (Interfaz Balanza)	Conector DB-9
I	Interruptor de Encendido	

1.4.5. CONJUNTO DE REACTIVO Y BOTELLA DE RESIDUOS

Los conjuntos de tapas de las botellas están equipados con cartuchos desecantes que contienen tamices moleculares, lo que garantiza que el aire que pasa por el sistema de manipulación de reactivos se seque.

Nota: *Los tamices moleculares tienen una capacidad limitada para absorber la humedad y suelen agotarse después de 3 a 5 semanas.*

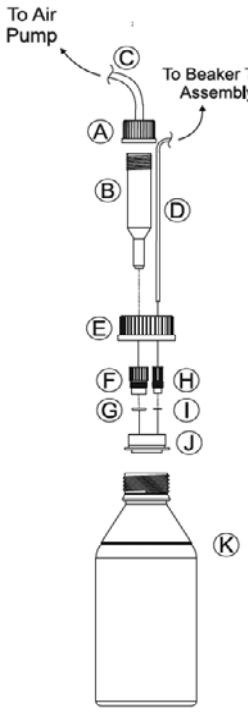
Los tamices moleculares se pueden regenerar a 300 °C.

Las tapas de las botellas están fabricadas en PTFE y diseñadas para adaptarse a botellas de reactivo con tapas roscadas tipo GL-45.

Los conjuntos de tapas de las botellas de residuos y reactivos incluyen tubos azules de PTFE para la manipulación del reactivo Karl Fischer líquido y un tubo flexible transparente de silicona para su uso con la bomba de aire.

Precaución: *La mayoría de los reactivos Karl Fischer emiten vapores nocivos. Consulte la Hoja de Seguridad (HDS) del fabricante para obtener instrucciones de manipulación segura.*

Para ensamblar la botella de reactivo o de residuos, siga estos pasos:



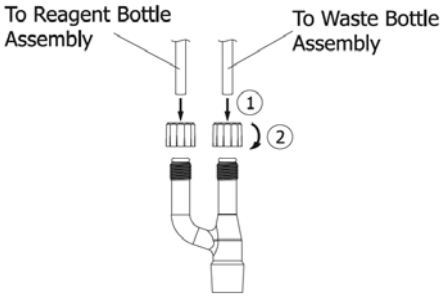
- Inserte una tapa de PTFE (J) en una tapa GL-45 (E).
- Enrosque la tapa desecante con la boquilla roscada para manguera (A).
- Inserte un cartucho desecante (B) con una tapa con boquilla (A) a través de un ajuste de 10 mm (F) y uno o-ring de 10 mm (G).
- Inserte y enrosque la boquilla desecante en el orificio correspondiente. Fije el conjunto del cartucho desecante a la tapa de PTFE (J) con el ajuste de 10 mm (F).
- Inserte el tubo de reactivo/residuos (D) en el ajuste de 5 mm (H) y coloque o-ring (I).
- Inserte y enrosque la boquilla del tubo en el orificio correspondiente de la tapa.
- Enrosque la tapa GL-45 (E) con el conjunto completo en la botella de reactivo o de residuos.
- Añada el tubo de aire (C) a la tapa desecante (A) y conéctelo a la posición correspondiente de la bomba de aire. La posición de llenado se conecta al conjunto de la botella de reactivo. La posición de vaciado se conecta al conjunto de la botella de residuos.

1.4.6. ADAPTADOR DE INTERCAMBIO DE REACTIVOS

El Adaptador de Intercambio de Reactivos se utiliza para conectar las botellas de reactivos y desechos al recipiente de titulación. El adaptador consta de un juego de o-rings y tapones de compresión que sellan los tubos de reactivos y desechos, y una junta de vidrio esmerilado para la conexión al recipiente de titulación. Los tapones de compresión pueden aflojarse al insertar los tubos o ajustar su posición y apretarse para mantenerlos en su lugar.

Para configurar el adaptador de intercambio de reactivos:

- Afloje los tapones de compresión del adaptador de intercambio de reactivos para que los o-rings se descompriman.
- Deslice el tubo de reactivo azul de PTFE (del conjunto de la botella de reactivos) a través de la tapa y el o-ring en el lado angular del Adaptador de Intercambio de Reactivos. Al menos 2.5 cm del tubo debe quedar dentro del adaptador.
- Apriete la tapa hasta que el tubo de desecho quede firmemente sujeto.
- Deslice el tubo azul de desecho de PTFE (proveniente del conjunto del frasco de desecho) a través de la tapa y el o-ring en el lado recto del Adaptador de Intercambio de Reactivos. Al menos 2.5 cm del tubo debe quedar dentro del adaptador.
- Apriete la tapa hasta que el tubo de desecho quede firmemente sujeto.
- Coloque el Adaptador de Intercambio de Reactivos en el soporte.

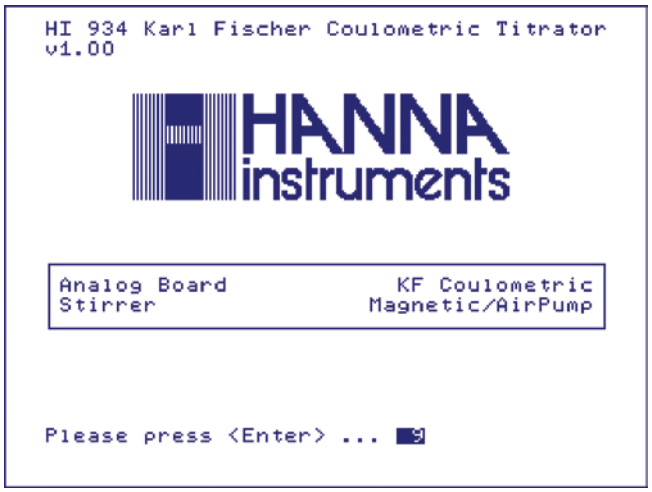


2. INTERFAZ DE USUARIO

2.1. PUESTA EN MARCHA

Una vez ensamblado e instalado el instrumento, siga los pasos a continuación para poner en marcha el titulador:

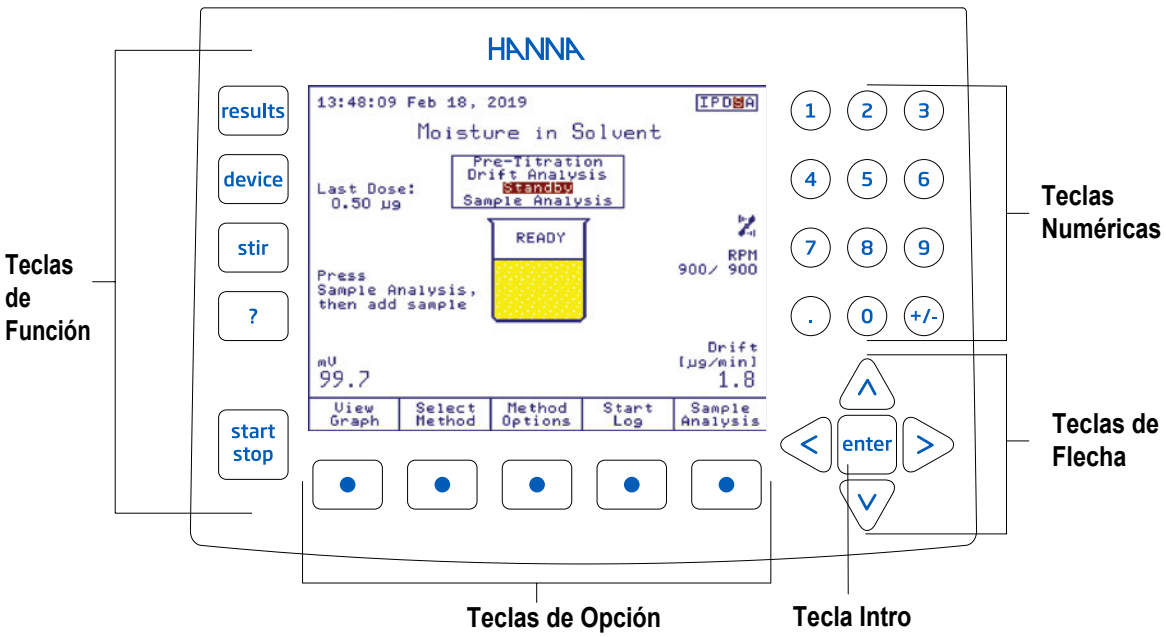
- Conecte el titulador a una toma de corriente con el adaptador de corriente incluido.
- Encienda el titulador con el botón de encendido ubicado en la parte posterior del instrumento.
- Espere a que el titulador finalice el proceso de inicialización.
- Presione la tecla enter cuando se le solicite o espere unos segundos para que el titulador se inicie.



Nota: *Todos los procesos de inicialización deben completarse correctamente. Si alguno de los procesos de inicialización falla, reinicie el titulador. Si el problema persiste, contacte con el Centro de Servicio Técnico Hanna Instruments más cercano.*

2.2. TECLADO

El teclado del titulador se divide en cinco categorías.



2.2.1. TECLAS DE FUNCIÓN

Al pulsar una de estas teclas, la función asociada se ejecuta inmediatamente. Algunas teclas solo están activas en pantallas específicas:

- [start stop] Inicia o Detiene un proceso de titulación.
- [stir] Enciende y Apaga el agitador seleccionado
- [device] Reservado
- [results] Acceda al menú Parámetros de Datos (informes, GLP, información medidor, configuración informes)
- [?] Muestra la Ayuda Contextual

2.2.2. TECLAS DE OPCIÓN

Estas teclas están asignadas a las teclas virtuales de la pantalla. Sus funciones se enumeran en los recuadros sobre los botones y varían según la pantalla.
También se puede activar una tecla virtual subrayada pulsando la tecla [enter] .

2.2.3. TECLAS DE FLECHA

Estas teclas tienen las siguientes funciones:

- Mueva el cursor en pantalla.
- Aumente o disminuya la velocidad del agitador y otros ajustes.
- Seleccione un carácter (solo pantalla alfanumérica).
- Navegue por las opciones del menú.

2.2.4. TECLAS NUMÉRICAS

Teclas (0) a (9) Se utiliza para entradas numéricas.
(+/-) Alterna entre valores positivos y negativos.
(.) Se utiliza para el punto decimal.

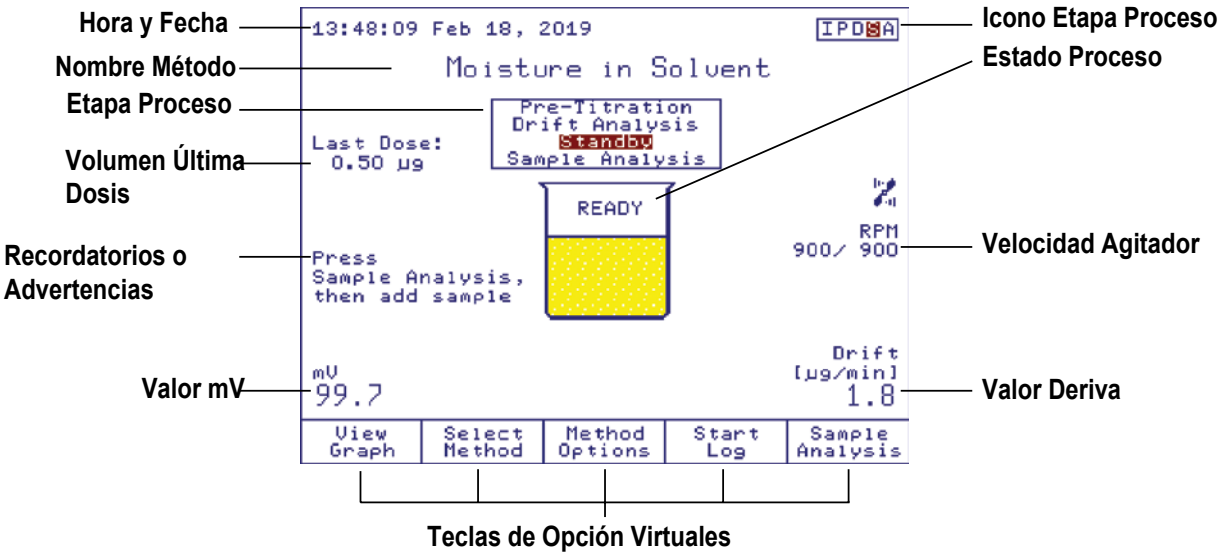
2.2.5. TECLA ENTER

Esta tecla tiene las siguientes funciones:

- Acepta la entrada de datos alfanuméricos.
- Ejecuta la tecla de opción virtual predeterminada (subrayada).

2.3. PANTALLA

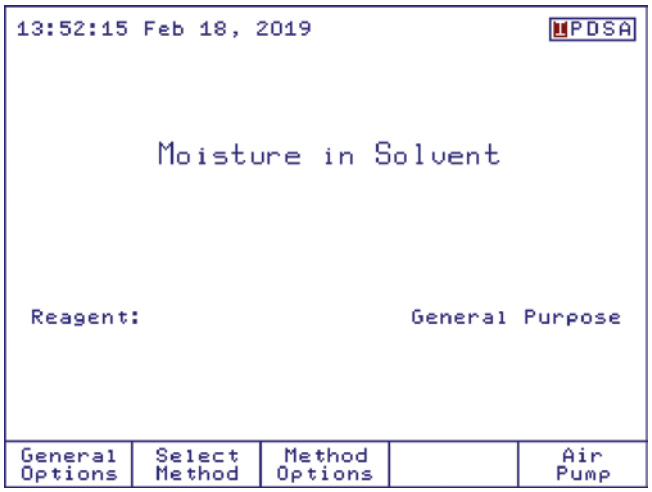
El titulador cuenta con una gran pantalla gráfica a color. A continuación, se muestra la pantalla principal con breves explicaciones de sus segmentos.



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

2.3.1. PANTALLA DE INACTIVIDAD

Tras el arranque y la inicialización, la primera pantalla que se muestra es la de **Inactividad**.

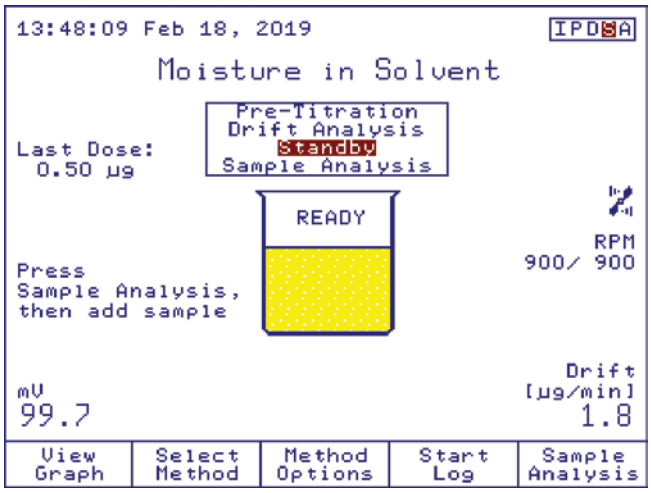


Campos de la pantalla **Inactiva**:

Nombre del Método	Muestra el nombre del método seleccionado.
Hora y Fecha	Muestra la fecha y hora actuales.
Información Agitador	La velocidad Real/Configurada del agitador se muestra en RPM. Cuando el agitador está apagado, no se muestra su información.
Reactivo	Muestra el nombre del reactivo actual.
Recordatorios	Indica cuándo se debe realizar una tarea y muestra mensajes de error o advertencia.
Icono Etapa Proceso	Muestra el estado del proceso con un diagrama descriptivo.

2.3.2. LA PANTALLA DE TITULACIÓN

Al pulsar la tecla start stop en modo **Inactivo**, se inician todos los procesos de titulación. El proceso consta de **Pre Titulación**, **Análisis de Deriva**, **Modo de Espera** y **Análisis de Muestra**.

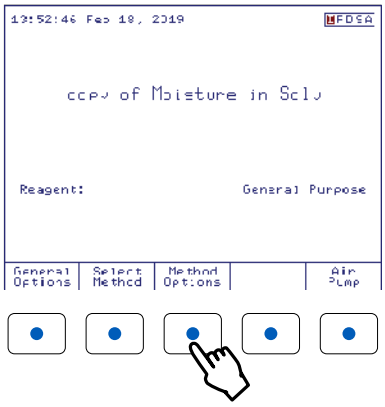


Campos de la Pantalla de Titulación:

Nombre del Método	Muestra el nombre del método seleccionado.
Hora y Fecha	Muestra la fecha y hora actuales.
Campo Etapa Proceso	Muestra el proceso actual (Pre titulación, Análisis de Deriva, En Espera, Análisis de Muestra).
Estado del Proceso	Muestra el estado del proceso con un dibujo descriptivo.
Lectura de mV	Muestra el potencial del electrodo KF.
Última Dosis	Muestra la última dosis generada, en µg de agua.
Valor de Deriva	Muestra el valor de la deriva, en µg/min (si está disponible).
Información Agitador	La velocidad real/configurada del agitador se muestra en RPM.
Recordatorios	Indica cuándo se debe realizar una tarea y muestra mensajes de error o advertencia.

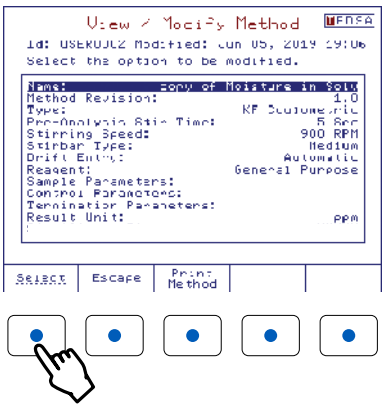
2.4. NAVEGACIÓN POR EL MENÚ

2.4.1. SELECCIÓN DE UNA OPCIÓN



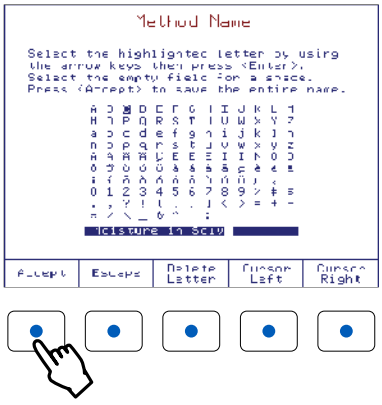
Para seleccionar una opción, pulse la tecla de opción debajo de la tecla virtual. Por ejemplo, para acceder a la pantalla **Opciones de Método**, pulse la tecla de opción debajo.

2.4.2. SELECCIÓN DE UN ELEMENTO DEL MENÚ

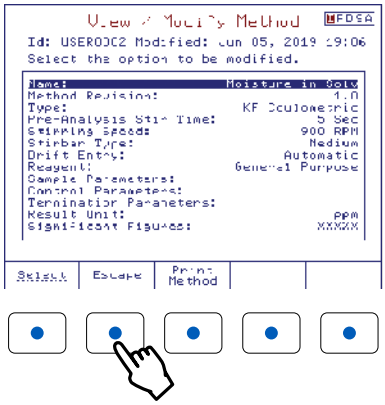


Para seleccionar un elemento de la pantalla de menú, utilice las teclas ∧ y ∨ para mover el cursor.
Cuando el menú es más grande que la pantalla, se activa una barra de desplazamiento a la derecha.
Para activar el elemento de menú seleccionado, pulse la tecla enter o Select.

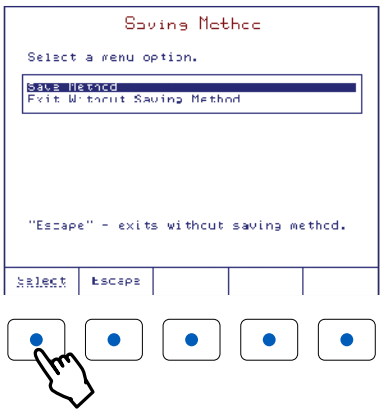
2.4.3. INTRODUCCIÓN DE TEXTO



Para introducir texto en un cuadro de entrada alfanumérico, borre primero el texto anterior con Delete Letter.
Para introducir una letra, resáltela con las flechas y pulse la tecla enter. Siga el mismo procedimiento para introducir el nombre completo.
Para editar, utilice las teclas Cursor Left y Cursor Right.
Al finalizar la edición, pulse Accept.
El nombre del método se actualizará y se mostrará en el campo de nombre de la pantalla **Ver/Modificar Método**.
Una vez configurados todos los parámetros deseados, pulse Escape.



2.4.4. GUARDAR MODIFICACIONES

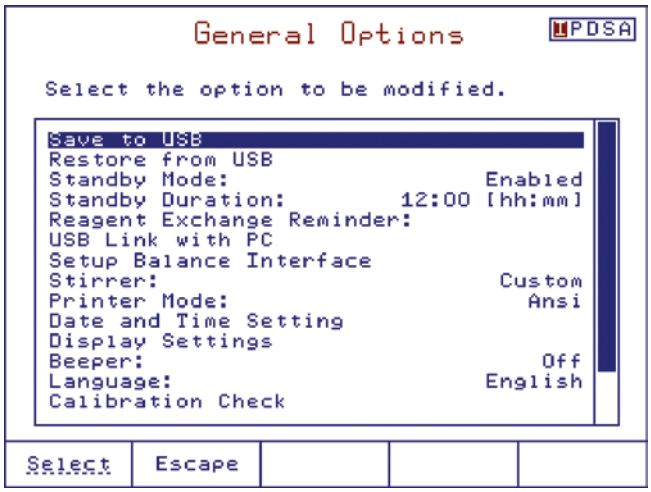


La pantalla **Método de Guardado** permite guardar las modificaciones.
Para salir sin guardar, pulse Escape o seleccione la opción *Salir sin Guardar Método* y pulse Select. Para guardar las modificaciones, seleccione la opción *Guardar Método* y pulse Select.

Nota: *Para acceder al menú de ayuda contextual, pulse la tecla ? en cualquier momento. La ayuda está relacionada con la pantalla mostrada. Pulse la tecla Escape o ? para volver a la pantalla anterior.*

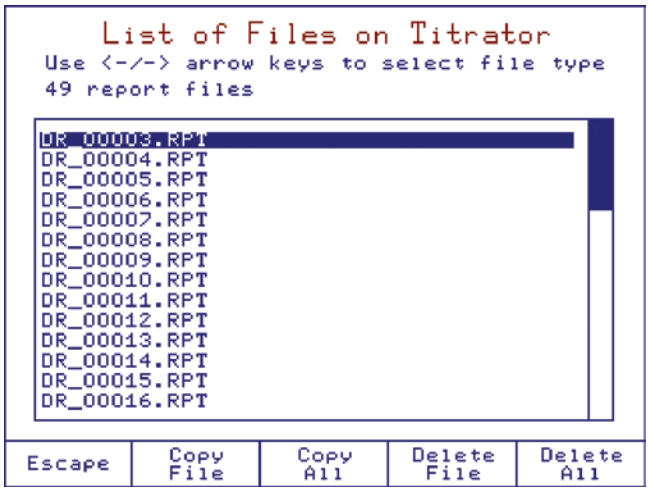
3. OPCIONES GENERALES

La pantalla de **Opciones Generales** permite acceder a opciones no directamente relacionadas con el proceso de titulación. En modo inactivo, en la pantalla principal, pulse General Options para acceder a esta pantalla. En modo **Pre Titulación**, en **Espera** o durante un **Análisis**, pulse la tecla <<Inicio>> en un teclado PS/2 para acceder a esta pantalla.



3.1. GUARDAR ARCHIVOS EN UN DISPOSITIVO DE ALMACENAMIENTO USB

Esta opción permite guardar archivos del titulador en un dispositivo de almacenamiento USB.



En el titulador, los tipos de archivos disponibles son:

Métodos Estándar	HIXXXXYY.MTD (e.g.: HI9001EN.MTD, HI9101EN.MTD)
Métodos de Usuario	USERXXXX.MTD (e.g.: USER0001.MTD)
Informes de Deriva/Titulación	DR_xxxxx.RPT, KF_xxxxx.RPT (e.g.: DR_00001.RPT, KF_00001.RPT)

Inserte el dispositivo de almacenamiento USB en el puerto USB del lado derecho del titulador.
Utilice las teclas < y > para seleccionar el tipo de archivo. Se mostrarán el número y el nombre de los archivos.
Utilice las teclas ^ y v para desplazarse por la lista.

Las teclas de opción permiten las siguientes operaciones:

Escape	Regresa a la pantalla **Opciones Generales**.
Copy File	Copia el archivo resaltado del titulador al dispositivo de almacenamiento USB.
Copy All	Copia todos los archivos mostrados actualmente del titulador al dispositivo de almacenamiento USB.
Delete File	Elimina el archivo resaltado.
Delete All	Elimina todos los archivos mostrados actualmente.

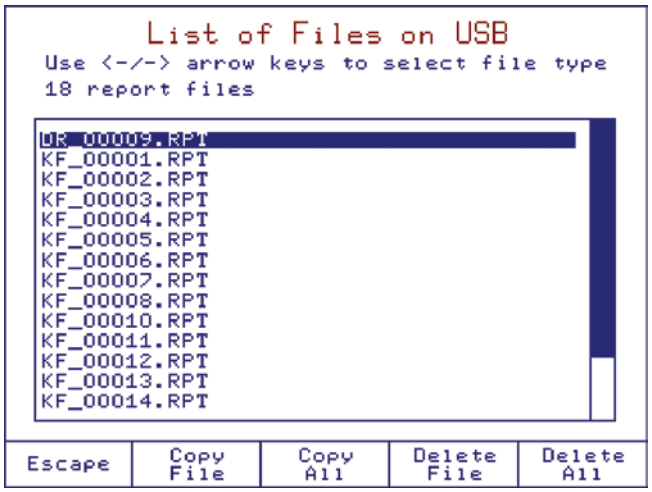
Nota: *Los archivos guardados se almacenarán en la memoria USB en la carpeta* ***HI934****, de la siguiente manera:*

- Métodos: ***Unidad USB\HI934\Métodos*.mtd***
- Informes: ***Unidad USB\HI934\Informes*.rpt***

Nota: *El dispositivo de almacenamiento USB debe estar formateado en FAT o FAT32.*

3.2. RESTAURAR ARCHIVOS DESDE EL DISPOSITIVO DE ALMACENAMIENTO USB

Esta opción permite al usuario transferir archivos desde el dispositivo de almacenamiento USB al titulador.



Los tipos de archivos que se pueden transferir son:

Métodos Estándar	HIXXXXYY.MTD (e.g.: HI9001EN.MTD, HI9101EN.MTD)
MétodosdeUsuario	USERXXXX.MTD (e.g.: USER0001.MTD)
InformesdeDeriva/Titulación	DR_xxxx.RPT, KF_xxxx.RPT (e.g.: DR_00001.RPT, KF_00001.RPT)

Inserte el dispositivo de almacenamiento USB en el puerto USB del lado derecho del titulador.
Utilice las teclas < y > para seleccionar el tipo de archivo. Se mostrarán el número y el nombre de los archivos.
Utilice las teclas ^ y v para desplazarse por la lista.
Las teclas de opción permiten las siguientes operaciones:

Escape	Regresa a la pantalla **Opciones Generales.**
Copy File	Copia el archivo resaltado del almacenamiento USB al titulador.
Copy All	Copia todos los archivos mostrados actualmente del almacenamiento USB al titulador.
Delete File	Elimina el archivo resaltado.
Delete All	Elimina todos los archivos mostrados actualmente.

Nota: *Para restaurar archivos desde la Memoria USB, asegúrese de que los métodos y/o informes que desea transferir al titulador estén en la carpeta correcta:*

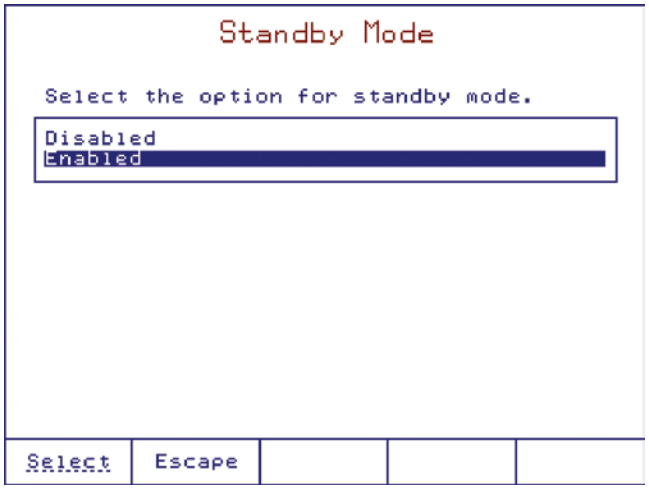
- Métodos: ***Unidad USB\HI934\Métodos*.mtd***
- Informes: ***Unidad USB\HI934\Informes*.rpt***

Nota: *El dispositivo de almacenamiento USB debe estar formateado en FAT o FAT32.*

3.3. MODO DE ESPERA

Opción: Desactivado o Activado

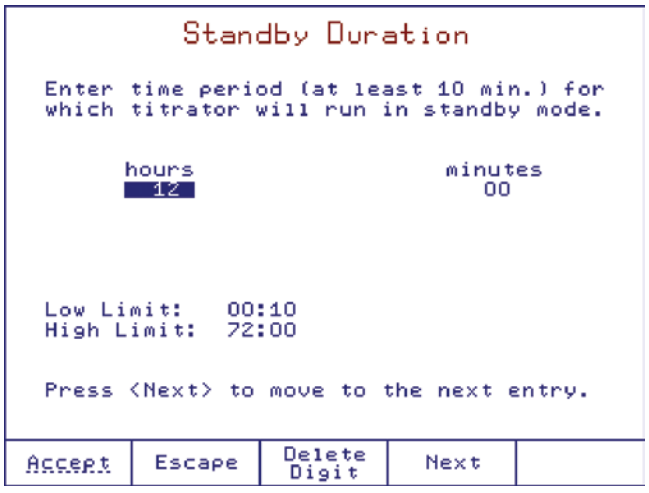
Al activar esta opción, el titulador volverá automáticamente al modo de **Espera** una vez finalizada la titulación.



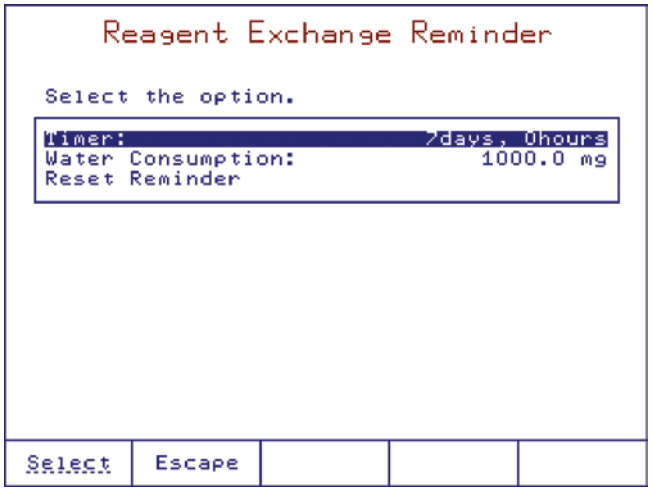
3.4. DURACIÓN DEL MODO DE ESPERA

Opción: De 10 minutos a 72 horas

El usuario puede introducir el tiempo que la celda se mantiene seca y lista para su posterior análisis una vez finalizada la titulación.



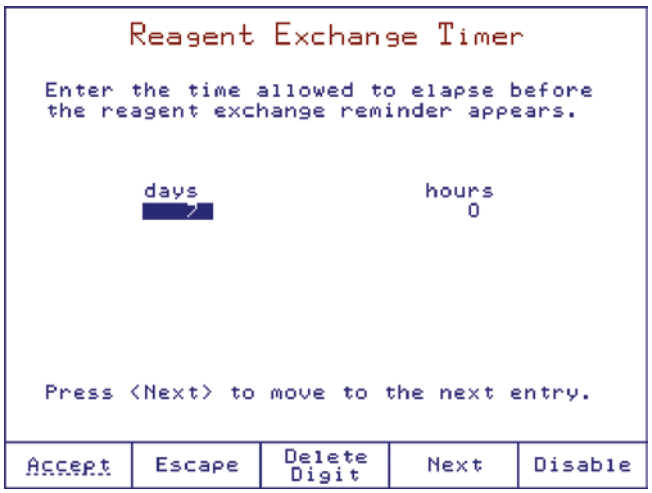
3.5. RECORDATORIO DE CAMBIO DE REACTIVOS



3.5.1. TEMPORIZADOR DE INTERCAMBIO DE REACTIVOS

Opción: Desactivado a 31 días y 23 horas

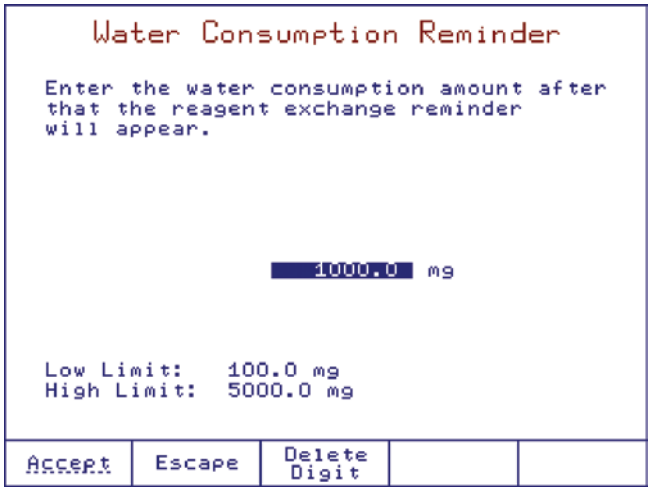
Una vez transcurrido el tiempo establecido, se mostrará un mensaje de advertencia en la pantalla.



3.5.2. CONSUMO DE AGUA

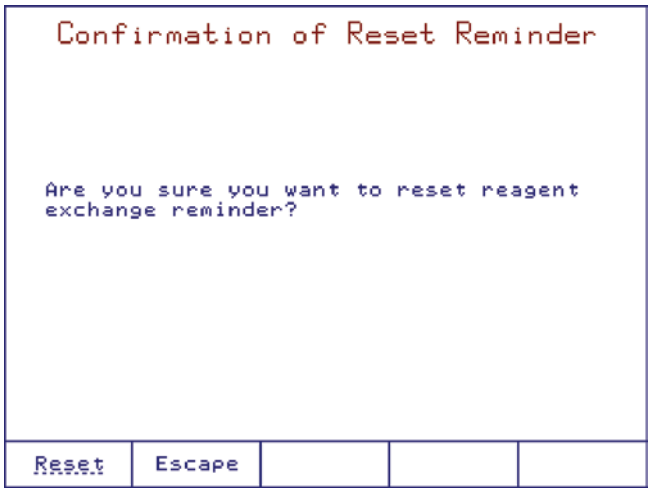
Opción: 100,0 a 5000,0 mg

Se mostrará un mensaje de advertencia en la pantalla cuando el reactivo haya consumido la cantidad de agua establecida.



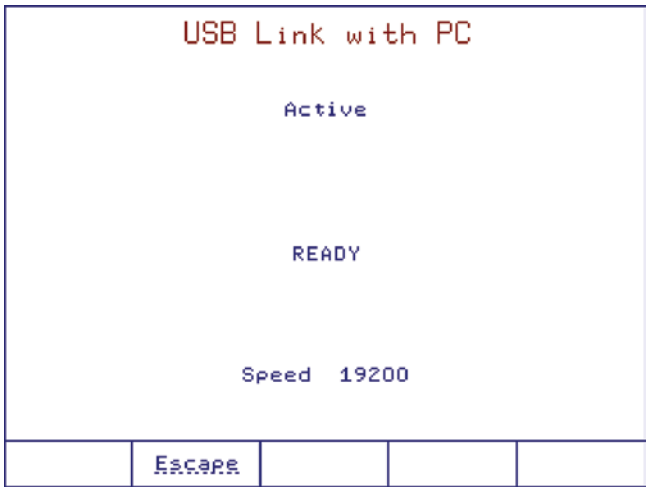
3.5.3. REINICIO DEL RECORDATORIO

Se reiniciará el recordatorio de cambio de reactivo.



3.6. CONEXIÓN USB CON PC

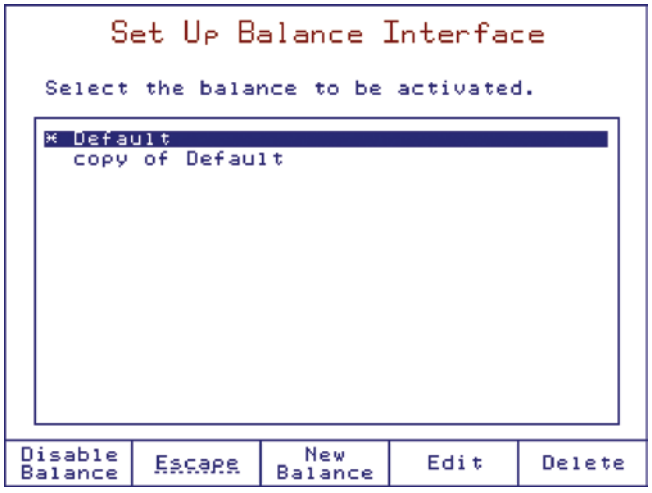
Para usar esta función, es necesario conectar el cable USB del titulador a la PC. Asegúrese de que la aplicación HI900 para PC esté ejecutándose en la PC.



"Activo/Inactivo" muestra el estado de la conexión USB con el PC.
"Activo" significa que el titulador utiliza la comunicación USB con el PC y no con otro dispositivo.
"Listo" indica que el titulador puede comunicarse con el PC.
"Transmitir" y el estado se muestran durante la transferencia de datos.

3.7. CONFIGURAR LA INTERFAZ DE LA BALANZA

Esta opción permite al usuario configurar una balanza analítica para la adquisición automática de la masa de la muestra antes de la titulación.



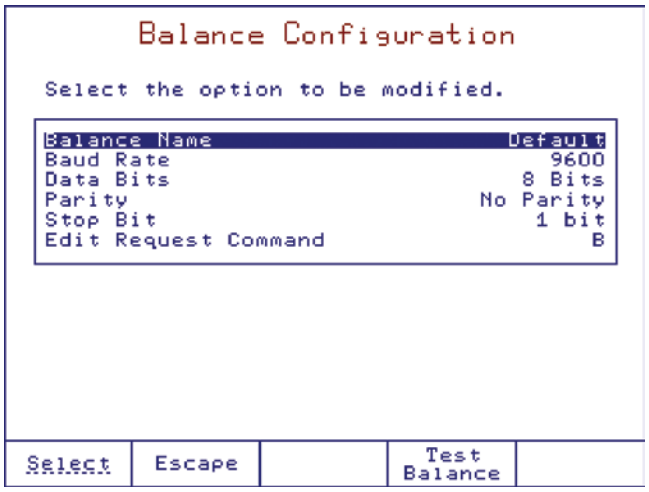
La balanza se conecta al titulador a través de la interfaz RS 232.

Enable Balance	Activa la balanza seleccionada.
Disable Balance	Desactiva la balanza seleccionada (la adquisición automática de peso no estará disponible).
Escape	Regresa a la pantalla de **Opciones Generales.**
New Balance	Añade una nueva balanza a la lista.
Edit	Personaliza los parámetros de comunicación serie de la balanza seleccionada. Se abrirá la pantalla de **Configuración de la Balanza.**
Delete	Elimina la balanza seleccionada.

Nota: *Debe haber al menos una balanza en la lista.*

La configuración de la balanza debe coincidir con la de su balanza; es posible que sea necesario cambiar la configuración del titulador o de la balanza. Los usuarios deben consultar el manual de instrucciones de su balanza.

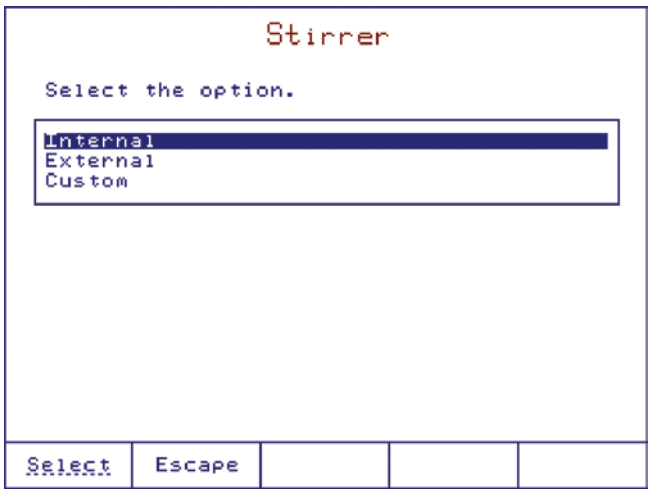
Para probar la conexión con la balanza, pulse [Test Balance] .



3.8. AGITADOR

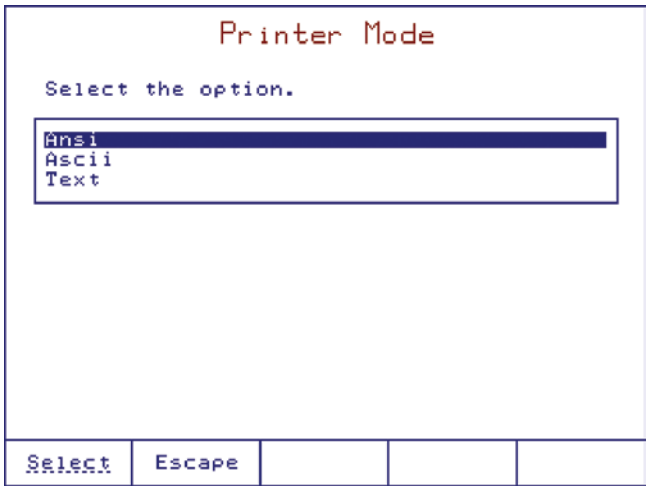
Opciones: Interno, Externo, Personalizado

Esta opción permite al usuario seleccionar un agitador interno, externo o personalizado (controlado por el usuario).



3.9. MODO DE IMPRESORA

Opciones: ANSI, ASCII, Texto



Ansi Utilice este modo cuando la impresora esté configurada como ANSI. Todos los caracteres acentuados y símbolos disponibles en el titulador se imprimirán en la impresora.

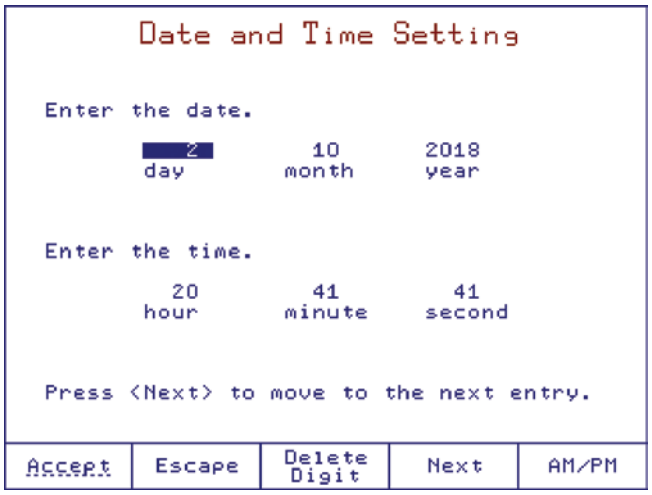
Ascii Utilice este modo cuando la impresora esté configurada como ASCII. En este caso, solo se imprimirán algunos de los caracteres acentuados y símbolos disponibles en el titulador.

Text Este modo se recomienda cuando el usuario no necesita imprimir caracteres acentuados.

3.10. AJUSTE DE FECHA Y HORA

Esta opción permite configurar la fecha y la hora.
Utilice las teclas ∧ y ∨ o las teclas numéricas para modificar la fecha y la hora.

Pulse [Next] para mover el cursor al siguiente campo.
Pulse [AM / PM] o [24-hour] para cambiar el formato de hora.



3.11. AJUSTES DE PANTALLA

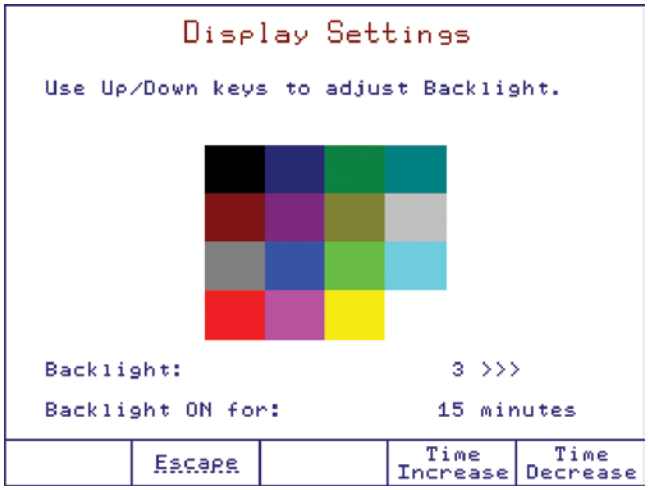
Esta opción permite personalizar la configuración de la pantalla.

Teclas de Opción

Time Increase	Aumenta el intervalo de tiempo del protector de pantalla
Time Decrease	Disminuye el intervalo de tiempo del protector de pantalla

La intensidad de la retroiluminación se puede ajustar con las teclas ∧ y ∨.

Hay 8 niveles de intensidad de la retroiluminación, de 0 a 7.

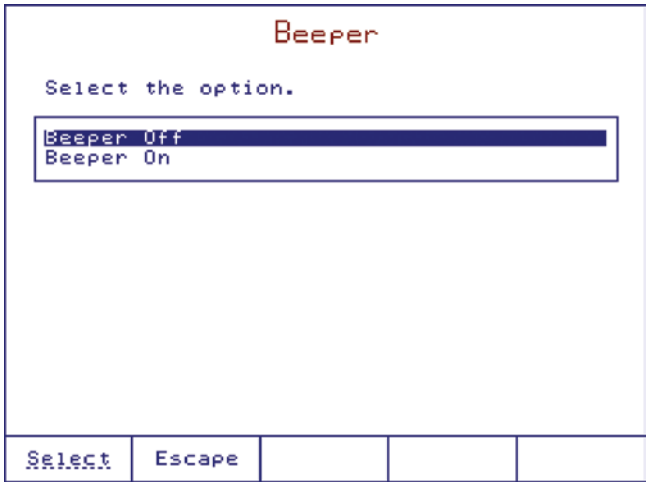


La paleta de colores mostrada permite seleccionar la intensidad de la retroiluminación adecuada.
La opción de protección de la retroiluminación protege la pantalla durante los periodos de espera.
Si no se pulsa ninguna tecla durante el tiempo establecido, la retroiluminación se apaga.
Si la retroiluminación está apagada, cualquier pulsación la reactivará sin necesidad de realizar ninguna acción.
El intervalo de protección de la retroiluminación varía entre 1 y 60 minutos.
Para desactivarla, aumente el tiempo al máximo permitido; aparecerá la indicación "DESACTIVADO".

3.12. BEEPER

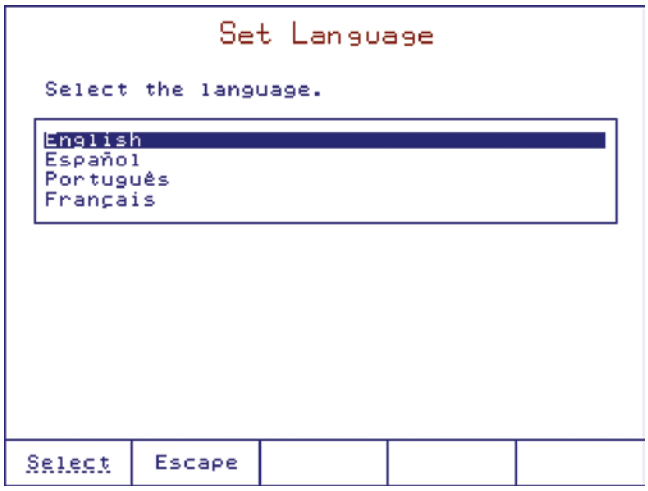
Opción: Activada o Desactivada

Si está activada, sonará una alerta sonora después de completar una titulación, cuando se presione una tecla no válida o cuando se produzca un error crítico durante la titulación.



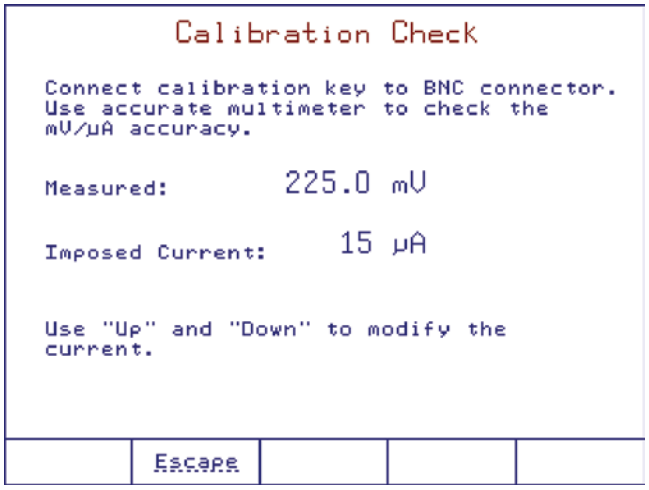
3.13. IDIOMA

Opción: English, Español, Português, Français



3.14. COMPROBACIÓN DE CALIBRACIÓN

Esta opción permite verificar la entrada de mV del electrodo y la corriente de polarización del electrodo.



La entrada de mV del electrodo y la corriente de polarización del electrodo se miden con la llave de calibración **HI900940** y un multímetro mV/µA (no incluido).
Desconecte el electrodo KF y luego conecte la llave de calibración **HI900940** a la entrada del electrodo (conector BNC).

Para comprobar la entrada de mV:

1) Configure el multímetro en modo mV.
2) Cambie la llave de calibración a modo mV pulsando el botón rojo.
3) Conecte los conectores banana de la llave de calibración a la entrada mV del multímetro.
4) Utilice las teclas ∧ y ∨ para cambiar la corriente impuesta (lista predefinida).
5) La lectura de milivoltios que se muestra en la pantalla del titulador debe estar dentro del 2 % de la lectura del multímetro.

Para comprobar la salida de µA:

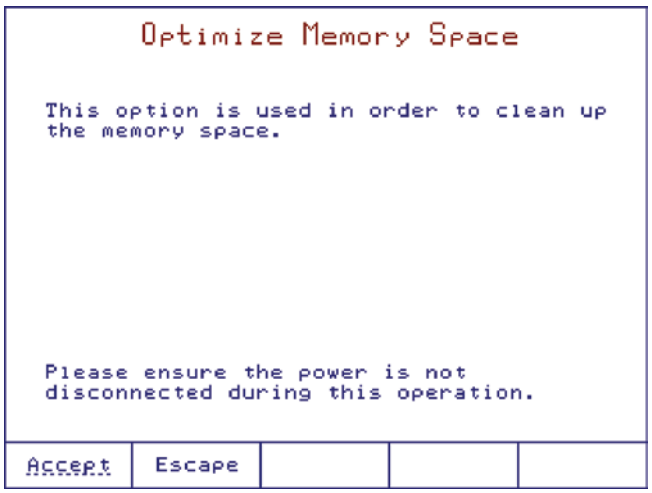
1) Configure el multímetro en modo µA.
2) Cambie la llave de calibración al modo µA pulsando el botón rojo.
3) Conecte los conectores banana de la llave de calibración a la entrada µA del multímetro.
4) La lectura del multímetro debe coincidir con el valor µA indicado en la pantalla del titulador.

3.15. RESTABLECER A LA CONFIGURACIÓN PREDETERMINADA

Esto eliminará todos los métodos de usuario y restaurará la configuración del fabricante, como la configuración del titulador, los parámetros del método estándar, etc.

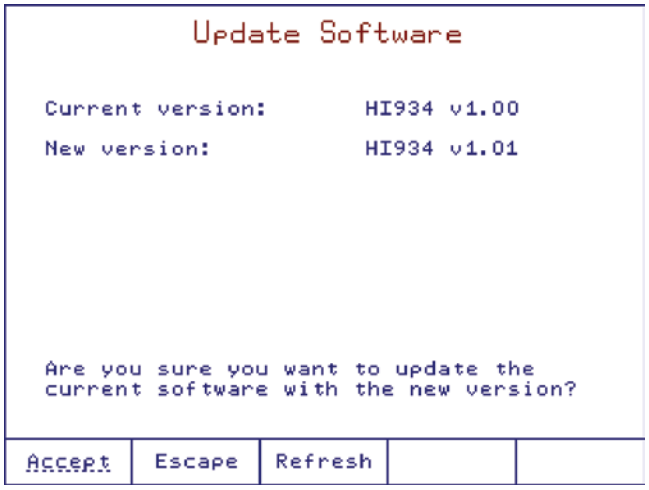
3.16. OPTIMIZAR ESPACIO DE MEMORIA

Esta opción permite ejecutar una utilidad de desfragmentación de memoria para optimizar el espacio. Presione Accept y reinicie el titulador. No desconecte la alimentación durante esta operación.



3.17. ACTUALIZAR SOFTWARE

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



Para actualizar el software:

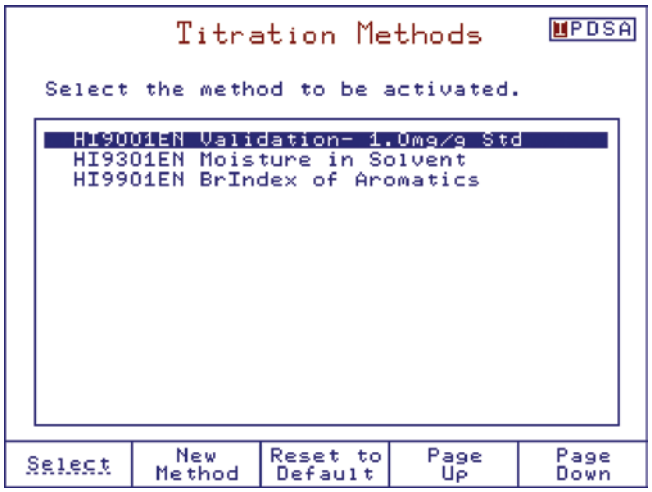
- Copie la carpeta "**Setup934**" a una memoria USB.
- Inserte la memoria USB en el titulador.
- Vaya a **Opciones Generales** y luego a **Actualizar Software**. El titulador mostrará la versión actual y la nueva del software.
- Presione Accept , cuando se le solicite, retire el dispositivo de almacenamiento USB y reinicie el titulador.

4. MÉTODOS DE TITULACIÓN

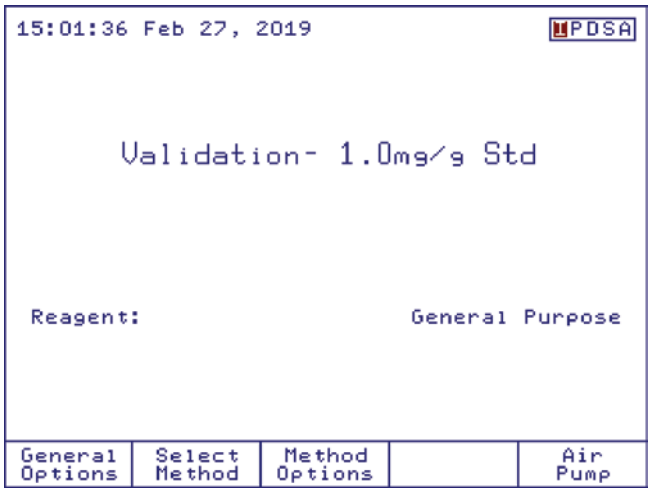
Todos los parámetros necesarios para completar un análisis se agrupan en un método.
El titulador se suministra con un paquete de métodos estándar, desarrollados por Hanna Instruments, que permiten crear métodos de usuario.
Los métodos estándar y de usuario se pueden actualizar, guardar o eliminar conectando el titulador a un PC mediante la aplicación HI900 o una memoria USB.

4.1. SELECCIÓN DE MÉTODOS

Para seleccionar un método, pulse Select Method en la pantalla principal. Se mostrará una lista de los métodos disponibles.



En la pantalla **Métodos de Titulación**, puede ver la lista de todos los métodos disponibles (métodos estándar y de usuario).
Para seleccionar un método, resáltelo y luego presione. El nombre del método seleccionado se mostrará al presionar Select en la pantalla principal.



4.2. MÉTODOS ESTÁNDAR

Los métodos estándar se desarrollan para los tipos de análisis más comunes.
El usuario solo puede modificar parámetros específicos del método (ver sección **4.5. OPCIONES DEL MÉTODO**).
Además, los métodos estándar pueden utilizarse como plantilla para crear nuevos métodos de usuario.

4.2.1. ACTUALIZACIÓN DE MÉTODOS ESTÁNDAR

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

Desde un dispositivo de almacenamiento USB

1) Inserte el dispositivo de almacenamiento USB en el puerto USB, ubicado en el lado derecho del titulador.
2) Presione [General Options] desde la pantalla principal.
3) Usando las teclas [∧] y [∨], resalte la opción *Restaurar Desde Dispositivo de Almacenamiento USB* y elija [Select].
4) Con las teclas [<] y [>], navegue por los tipos de archivo para encontrar "archivos de métodos estándar". Se mostrará la lista de métodos estándar disponibles.
5) Pulse [Copy File] o [Copy All] para actualizar el titulador con los métodos estándar.
6) Pulse [Escape] para volver a la pantalla de **Opciones Generales**.

Desde el PC

Utilice la aplicación HI900 para PC (consulte la sección **3. OPCIONES GENERALES**).

4.2.2. ELIMINACIÓN DE MÉTODOS ESTÁNDAR

Los métodos estándar innecesarios se pueden eliminar del titulador siguiendo el procedimiento que se indica a continuación:

Desde la pantalla de Opciones Generales

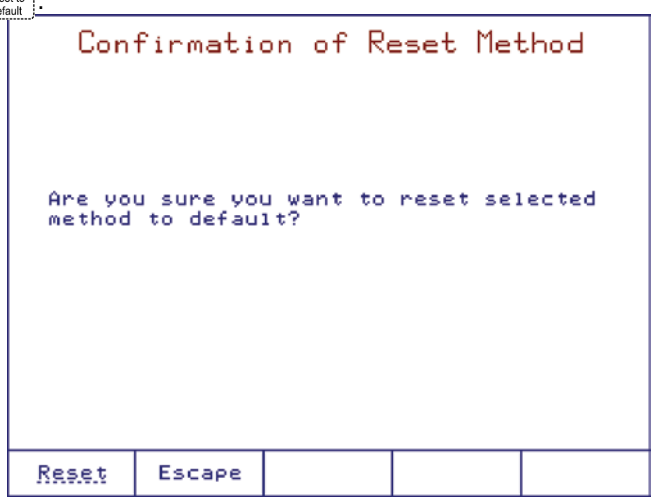
1) Usando las teclas [∧] y [∨], resalte la opción **Guardar en USB** y presione [Select].
2) Con las teclas [<] y [>], navegue por el menú de tipos de archivo para encontrar "archivos de métodos estándar". Se mostrarán los métodos estándar disponibles.
3) Pulse [Delete] o [Delete All] para eliminar los métodos estándar innecesarios.
4) Pulse [Escape] para volver a la pantalla de **Opciones Generales**.

Desde el PC

Utilice la aplicación **HI900** para PC (consulte la sección **3. OPCIONES GENERALES**).

4.2.3. RESTAURACIÓN DE LOS MÉTODOS ESTÁNDAR A LA CONFIGURACIÓN DEL FABRICANTE

Puede restaurar los métodos estándar a la configuración predeterminada seleccionando un método estándar y pulsando [Reset to Default].



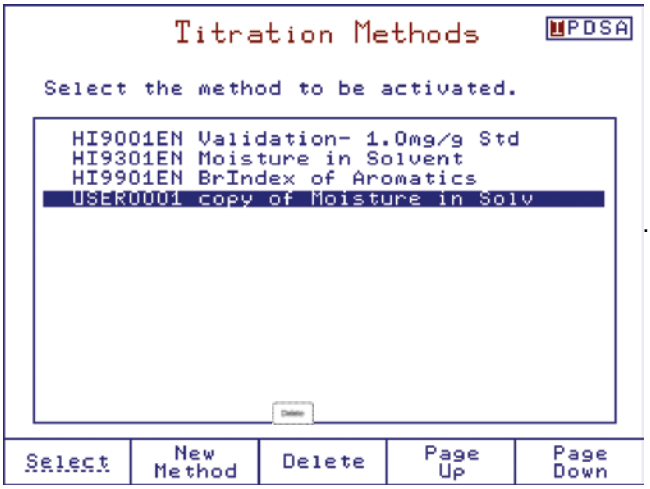
4.3. MÉTODOS DE USUARIO

Estos métodos son definidos por el usuario (normalmente modificando un método estándar).
Los métodos de usuario pueden desarrollarse según sus necesidades. Todos los parámetros del método pueden ser modificados por el usuario.

4.3.1. CREACIÓN DE MÉTODOS DE USUARIO

Para crear un nuevo método de usuario, comience con un método de usuario estándar o previamente generado y siga estos pasos:

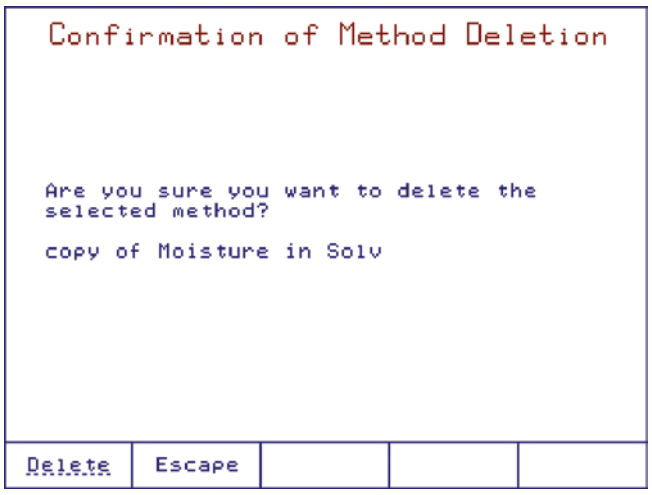
1) Presione [Select Method] desde la pantalla principal.
2) Con las teclas [∧] y [∨], resalte un método existente de la lista de métodos.
3) Pulse [New Method], se generará un nuevo método de usuario.
4) Pulse [Select] para activar el método de usuario generado recientemente.



Nota: *El titulador admite 100 métodos (estándar y definidos por el usuario). Al alcanzar el límite, se muestra un mensaje de advertencia.*

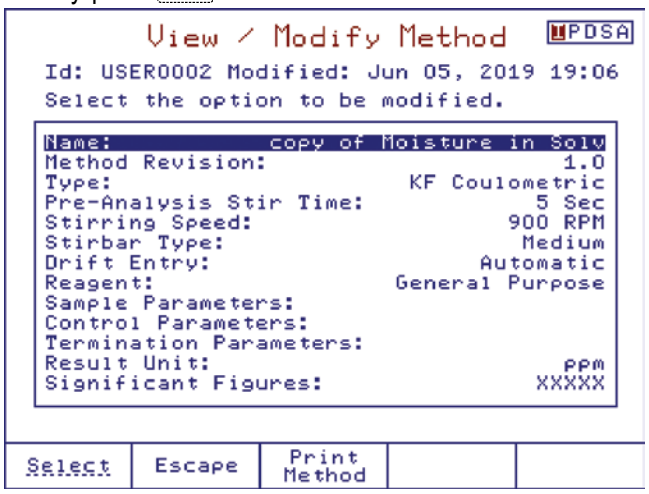
4.3.2. ELIMINACIÓN DE MÉTODOS DE USUARIO

Para eliminar un método de usuario, pulse [Select Method] en la pantalla principal. Resalte el método que desea eliminar y pulse [Delete]. Aparecerá una pantalla para confirmar la eliminación. Pulse [Delete] de nuevo para confirmar o pulse [Escape] para cancelar.

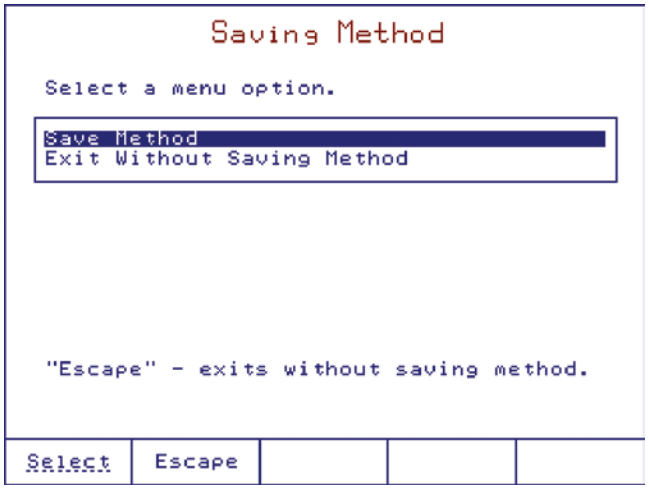


4.4. MÉTODO DE VISUALIZACIÓN/MODIFICACIÓN

Para modificar los parámetros del método, pulse [Method Options] en la pantalla principal. Se mostrará una lista de todos los parámetros del método seleccionado. Pulse las teclas ∧ y ∨ para resaltar la opción que desee modificar y pulse [Select].



Para salir de la pantalla ***Ver/Modificar Método***, pulse [Escape] y seleccione **Guardar Método**. Pulse [Select] para guardar las modificaciones.
Pulse [Escape] para descartar los cambios.

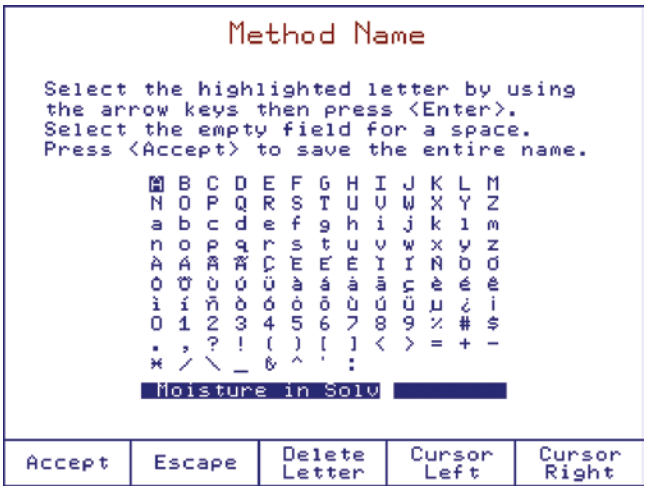


4.5. OPCIONES DEL MÉTODO

Nota: *Algunas opciones no se pueden modificar si se selecciona un método estándar.*

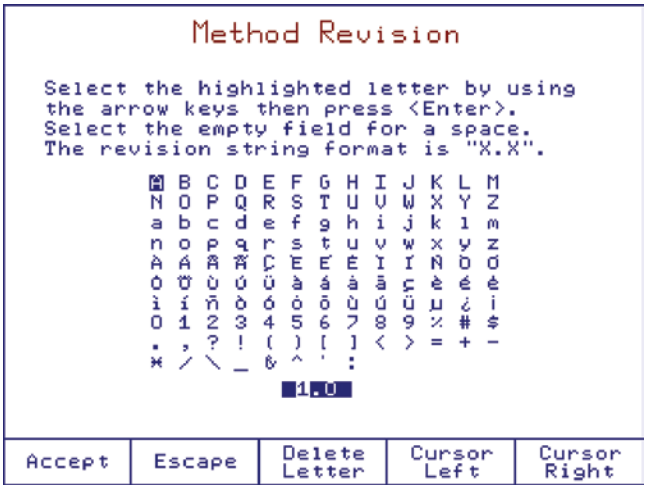
4.5.1. NOMBRE DEL MÉTODO

Opción: Hasta 24 caracteres



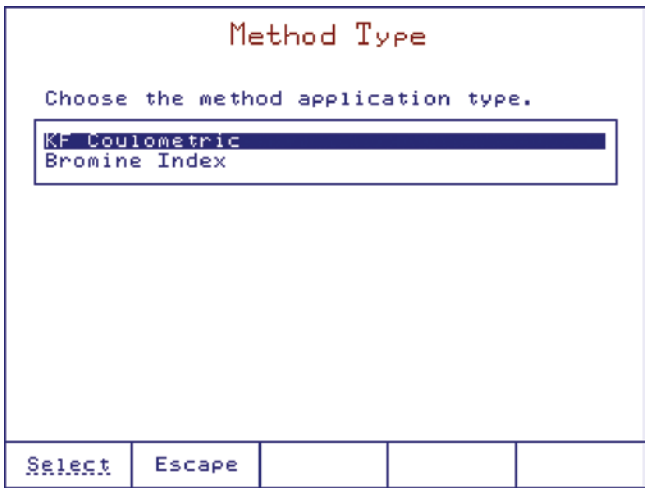
4.5.2. REVISIÓN DEL MÉTODO

Opción: Hasta 3 caracteres



4.5.3. TIPO DE MÉTODO

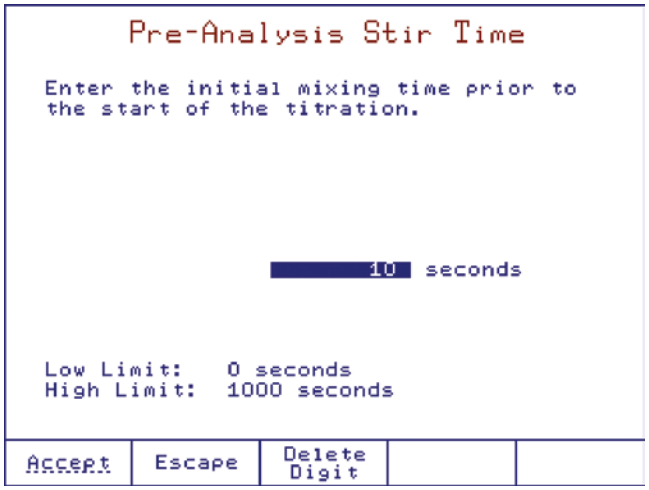
Opción: KF Coulométrico, Índice de Bromo



4.5.4. TIEMPO DE AGITACIÓN PREVIA AL ANÁLISIS

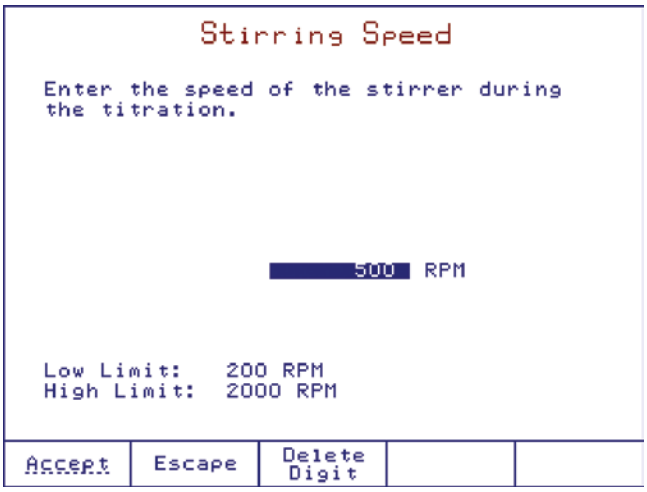
Opción: 0 a 1000 segundos

Para evitar resultados erróneos o puntos finales inalcanzables al analizar muestras con solubilidad limitada, la muestra debe disolverse completamente en el reactivo antes de iniciar la titulación. Después de añadir la muestra al vaso de titulación, el titulador se agitará durante el tiempo establecido antes de que se genere yodo o se consuma bromo.



4.5.5. VELOCIDAD DEL AGITADOR

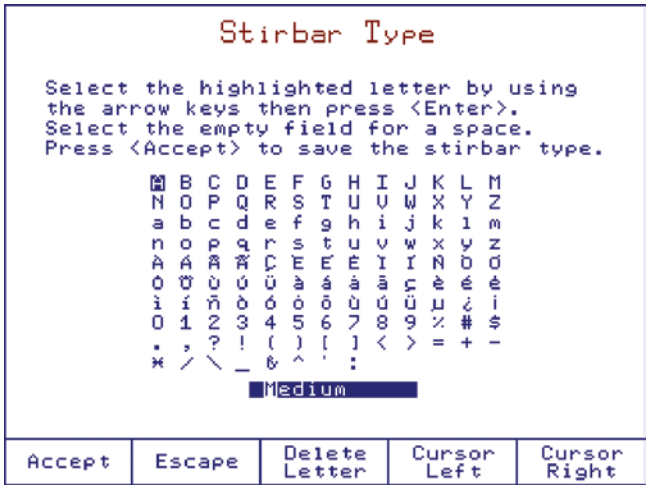
Opción: 200 a 2000 RPM



El agitador permanecerá encendido mientras el método esté activo. Cuando el agitador esté en funcionamiento, la velocidad se puede ajustar en cualquier momento con las teclas ^ y v.

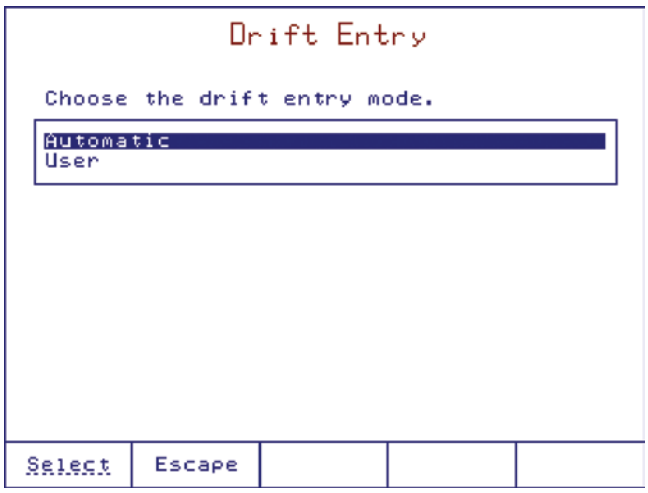
4.5.6. TIPO DE BARRA AGITADORA

Opción: Hasta 10 caracteres



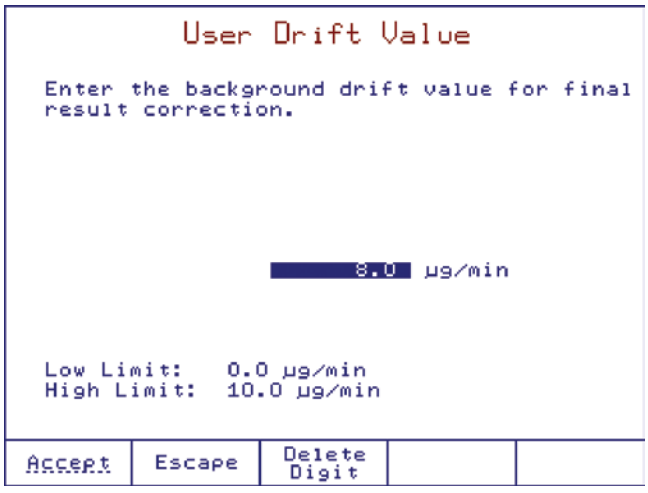
4.5.7. ENTRADA DE DERIVA

Opción: Automática o Usuario



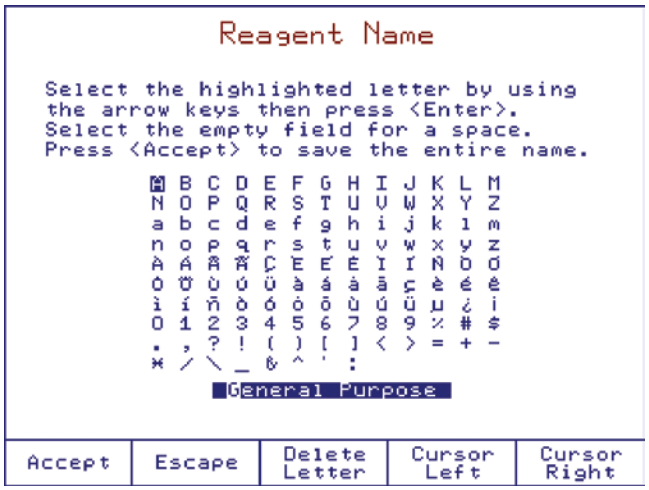
Automática La tasa de deriva se calculará automáticamente tras la pre titulación del reactivo.

Usuario La deriva se establece en un valor fijo (introducido por el usuario). El usuario introduce el valor estimado de la deriva. Se omitirá la etapa de análisis de la deriva.



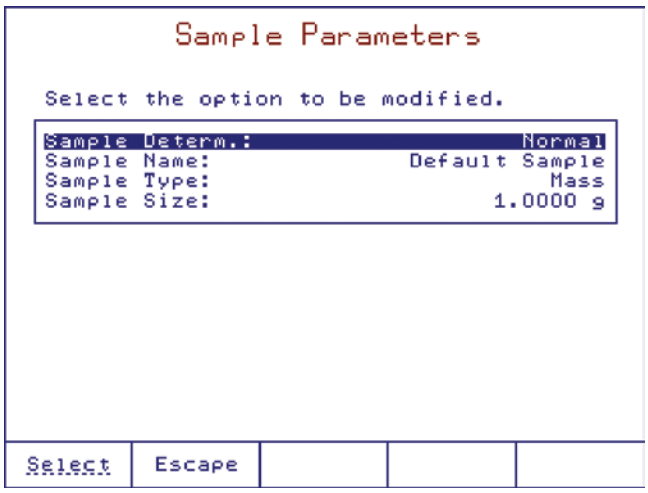
4.5.8. NOMBRE DEL REACTIVO

Opción: Hasta 15 caracteres



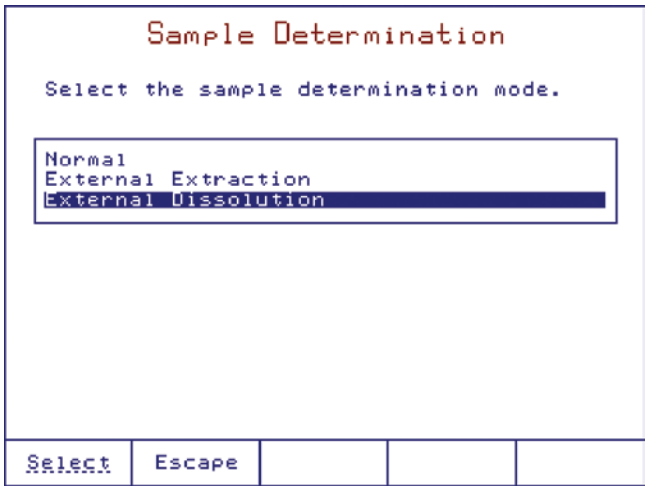
4.5.9. PARÁMETROS DE LA MUESTRA

Esta pantalla permite al usuario configurar los parámetros de la muestra a analizar.



4.5.9.1. DETERMINACIÓN DE LA MUESTRA

Opción: Normal, Extracción Externa, Disolución Externa



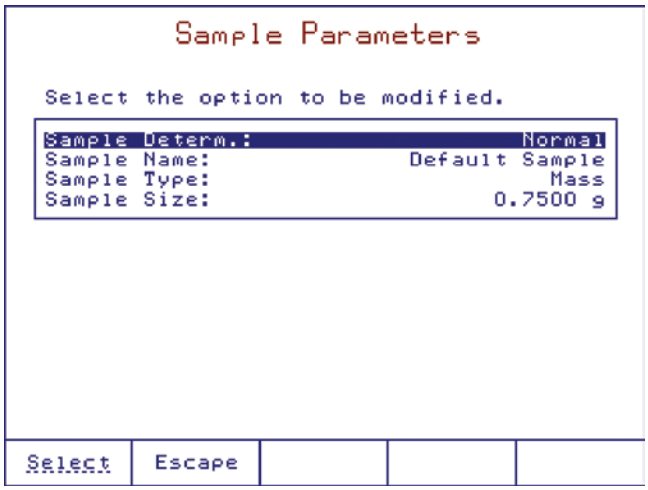
Normal El análisis se realiza mediante titulación directa de muestras líquidas solubles en el disolvente y con una distribución homogénea en agua.

Extracción Externa La muestra es insoluble en el reactivo y se requiere una extracción externa con agua.

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, a continuación, se titula una pequeña cantidad del reactivo.

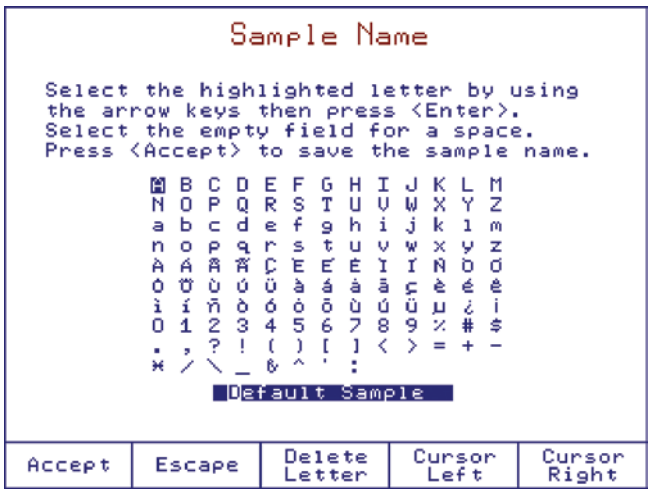
Consulte la sección **8. OPTIMIZACIÓN DEL MÉTODO** para obtener más información.

4.5.9.1.1. NORMAL



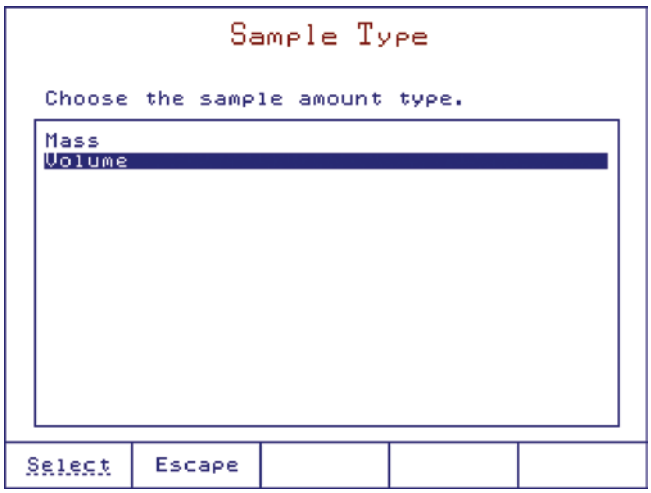
Nombre Muestra

Opción: Hasta 15 caracteres



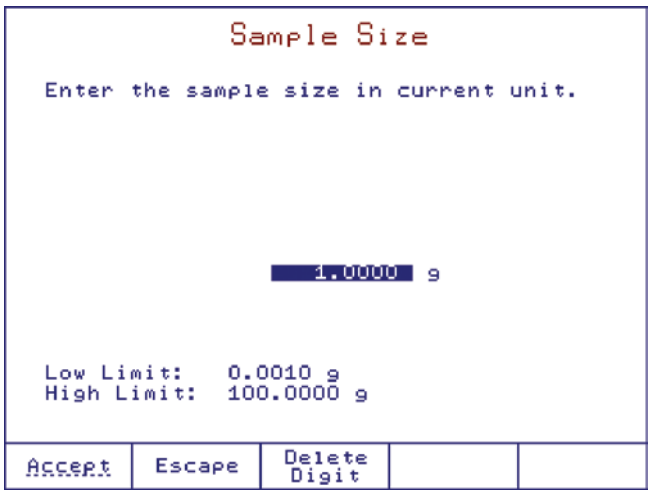
Tipo de Muestra

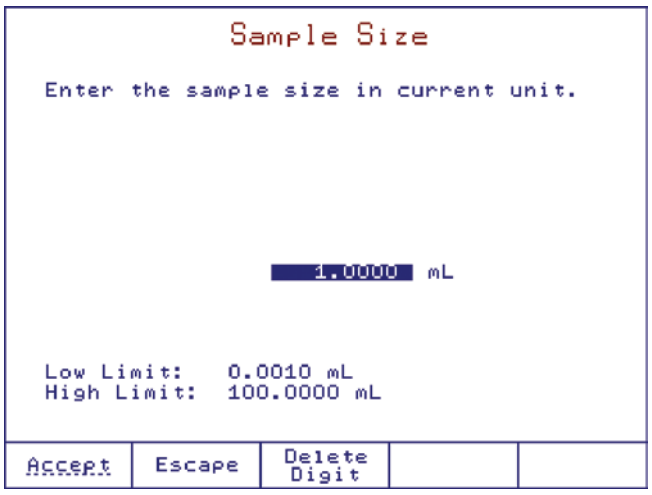
Opción: Masa o Volumen



Tamaño de la Muestra

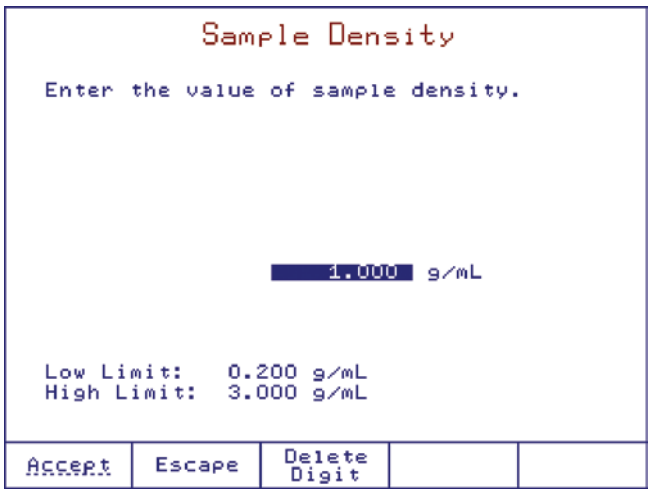
Opción: 0.0010 a 100.0000 g o 0.0010 a 100.0000 mL



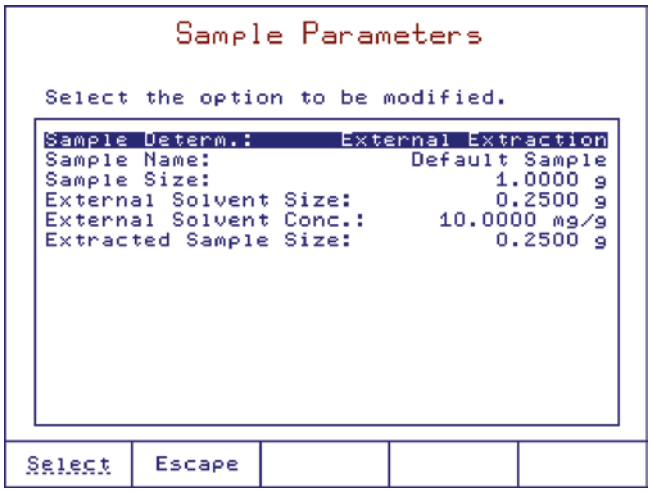


Densidad de la Muestra (solo por volumen)

Opción: 0.200 a 3.000 g/mL

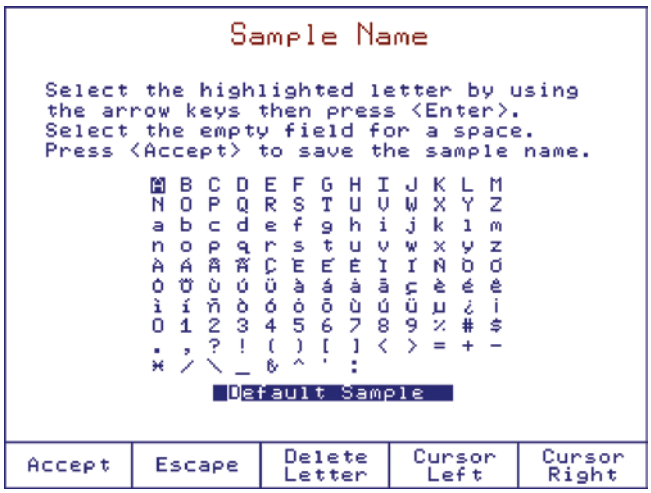


4.5.9.1.2. EXTRACCIÓN EXTERNA



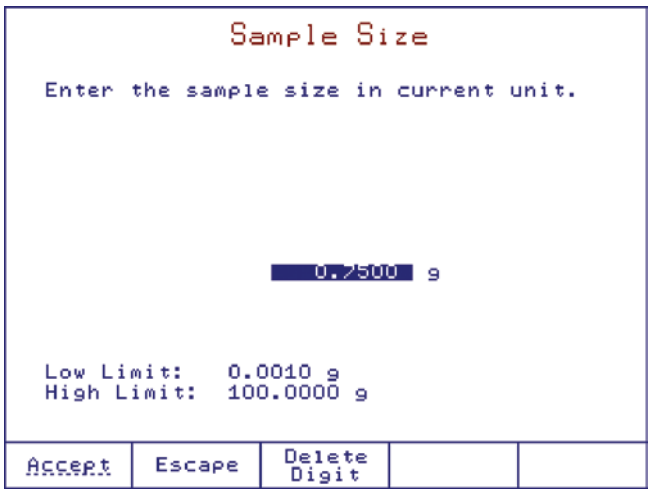
Nombre Muestra

Opción: Hasta 15 caracteres



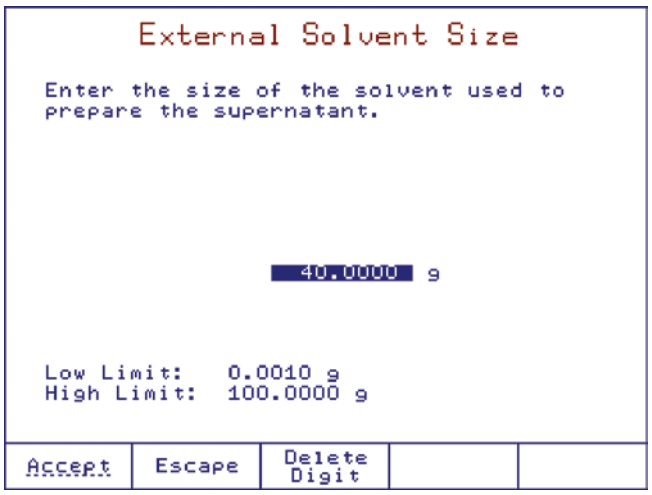
Tamaño de la Muestra

Opción: 0.0010 a 100.0000g



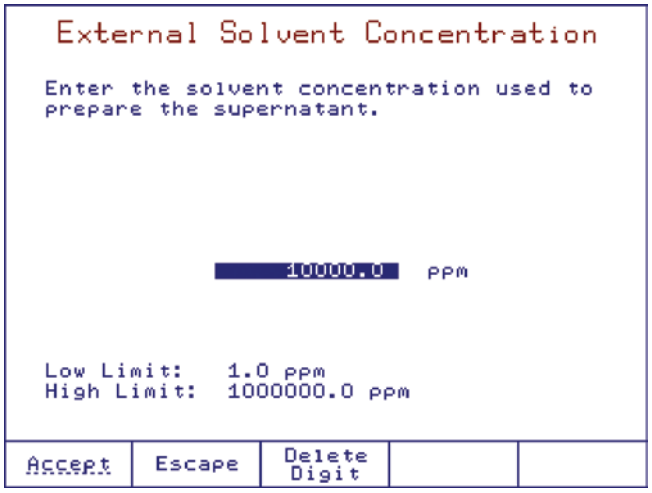
Tamaño del Disolvente Externo

Opción: 0.0010 a 100.0000g



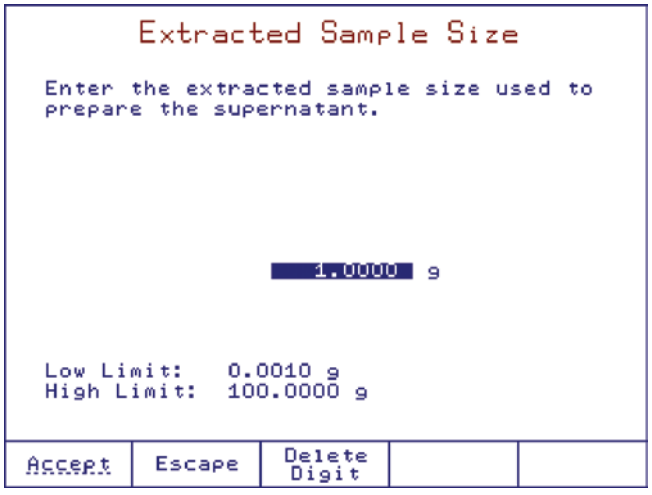
Concentración de Disolvente Externo

Opción: 1.0 a 1000000.0 ppm

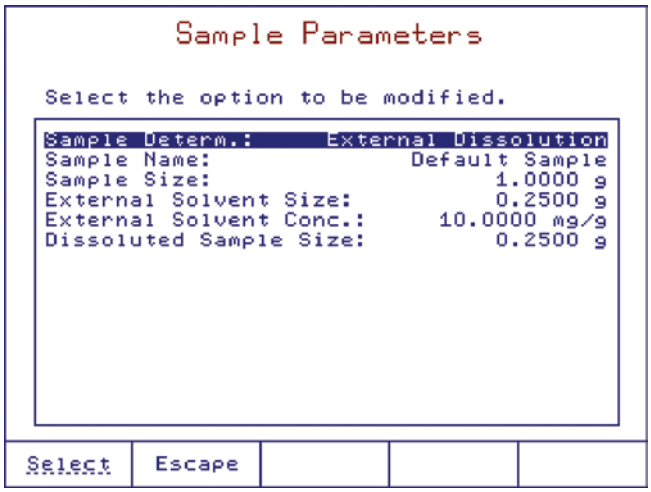


Tamaño de Muestra Extraída

Opción: 0.0010 a 100.0000 g

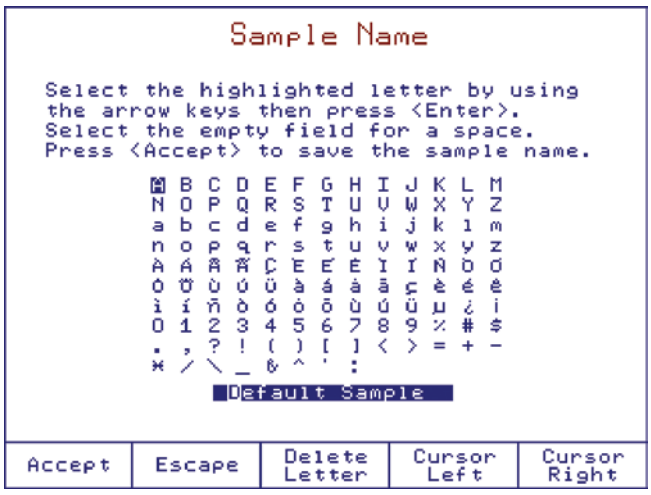


4.5.9.1.3. DISOLUCIÓN EXTERNA



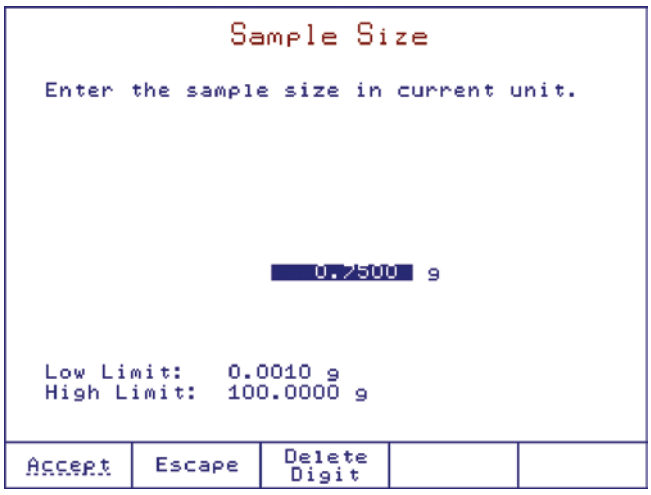
Nombre Muestra

Opción: Hasta 15 caracteres



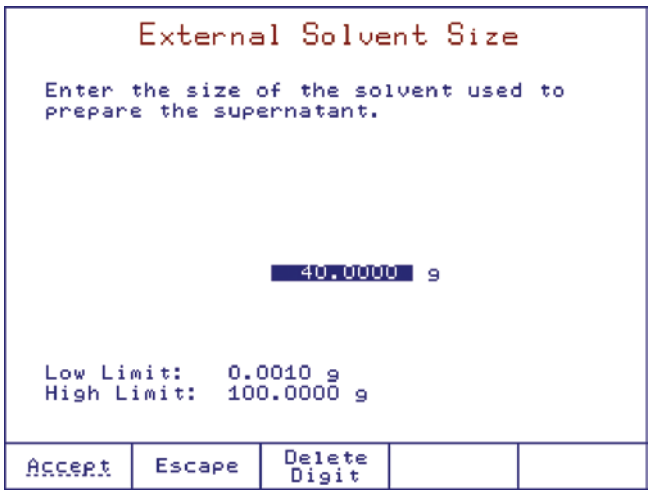
Tamaño Muestra

Opción: 0.0010 a 100.0000g



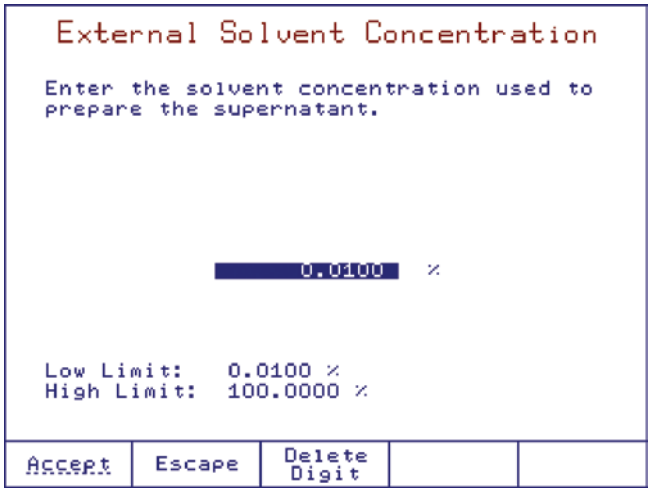
Tamaño del Disolvente Externo

Opción: 0.0010 a 100.0000g



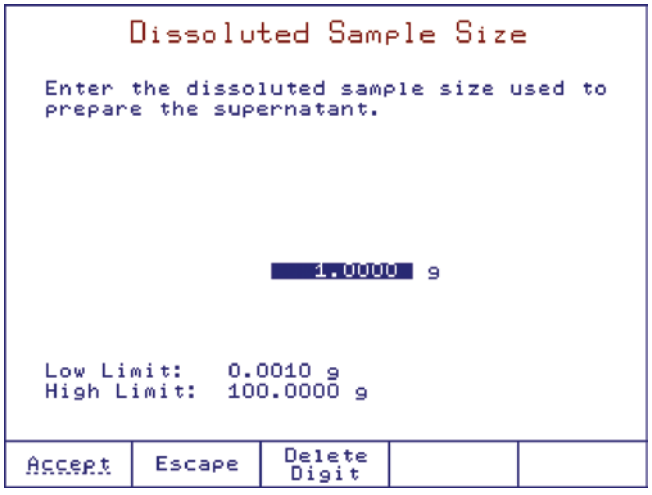
Concentración de Disolvente Externo

Opción: 0.0100 a 100.0000 %



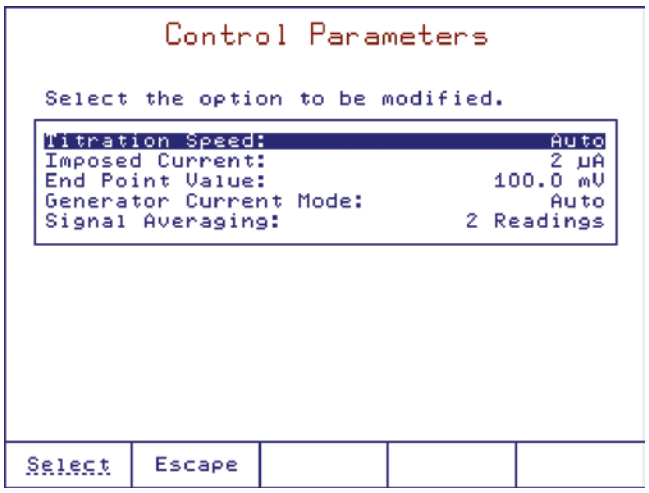
Tamaño de la Muestra Disuelta

Opción: 0.0010 a 100.0000g



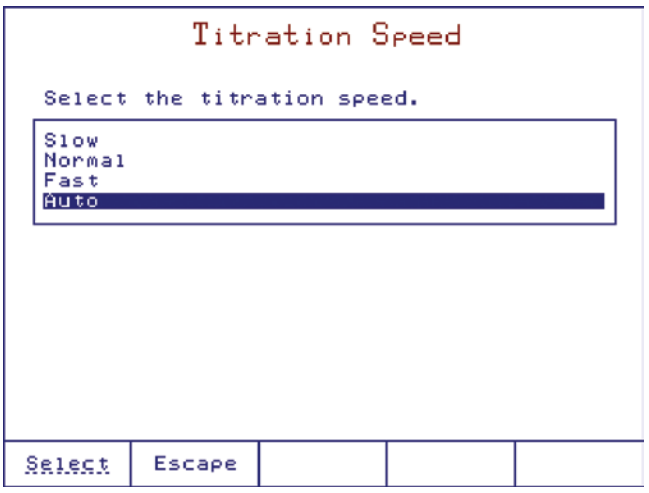
4.5.10. PARÁMETROS DE CONTROL

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



4.5.10.1. VELOCIDAD DE TITULACIÓN

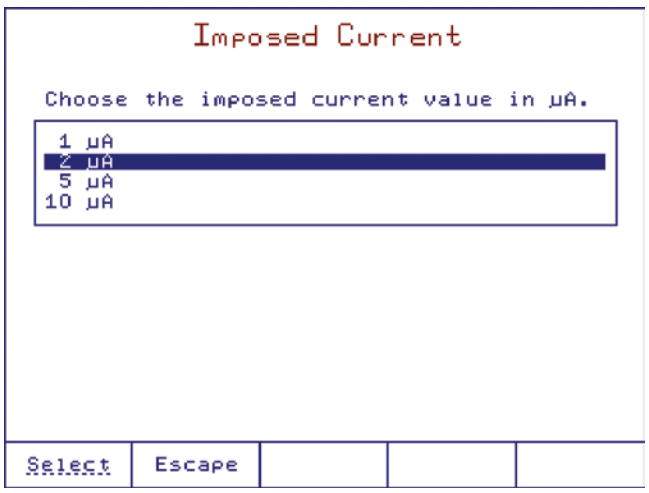
Opciones: Lenta, Normal, Rápida, Automática



4.5.10.2. CORRIENTE IMPUESTA

Opciones: 1 µA, 2 µA, 5 µA, 10 µA

Utilice las teclas ∧ y ∨ para seleccionar la corriente de polarización del electrodo de la lista predefinida.

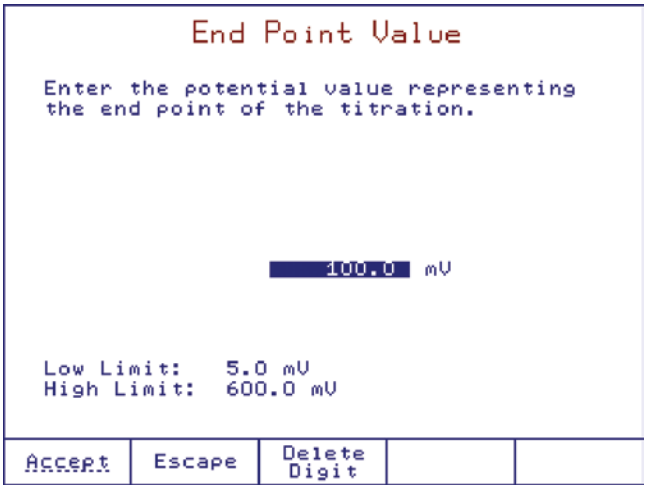


Nota: *Las corrientes de polarización más altas acelerarán la contaminación del electrodo y potencialmente degradarán las muestras.*

4.5.10.3. VALOR DEL PUNTO FINAL

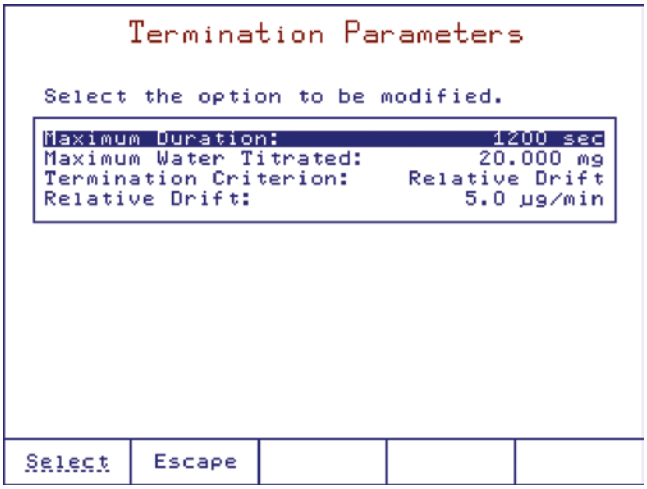
Opción: 5.0 a 600.0 mV

Utilice el teclado numérico para introducir el valor en mV en el que se alcanzó el punto final de la titulación. Este valor también se utiliza para determinar cuándo finaliza la pre titulación.



4.5.11. PARÁMETROS DE TERMINACIÓN

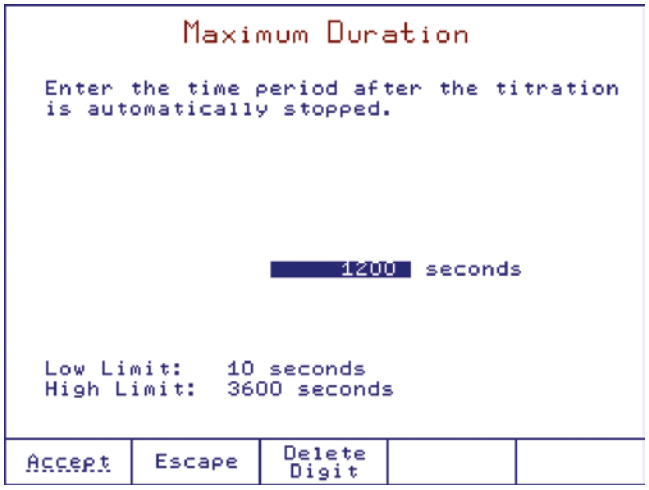
Esta pantalla permite al usuario configurar los parámetros de control relacionados con la terminación de la titulación.



4.5.11.1. DURACIÓN MÁXIMA

Opción: De 10 a 3600 segundos

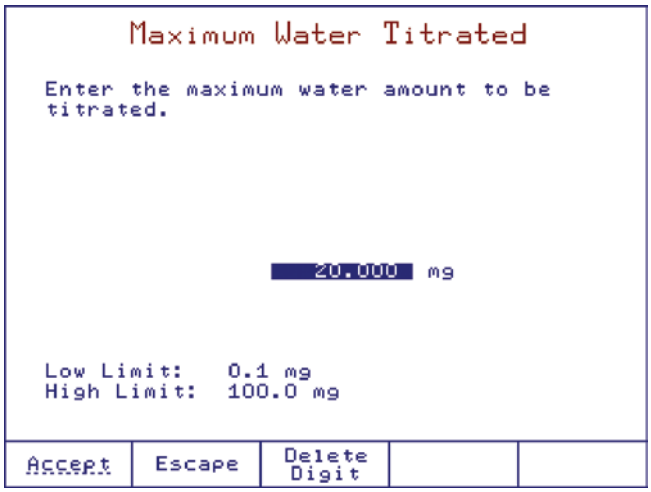
Si no se alcanza el punto final de la titulación, esta se detendrá una vez transcurrido el tiempo máximo. Aparecerá el mensaje de error «Valor Fuera de Rango» en la pantalla.



4.5.11.2. MÁXIMO DE AGUA TITULADA

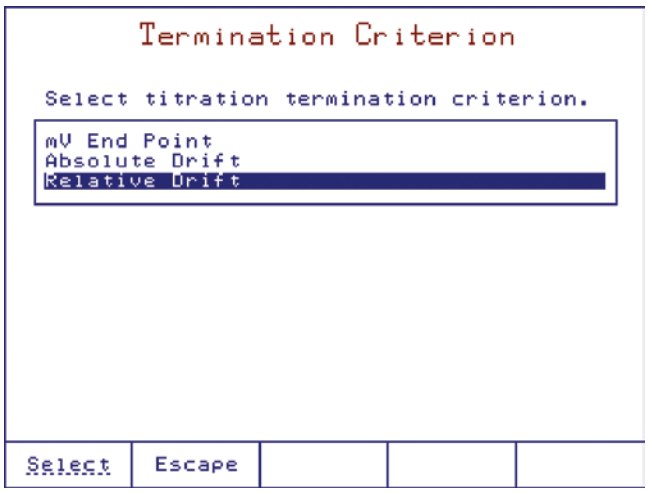
Opción: 0.1 a 100.0 mg

La cantidad máxima de agua que reacciona durante la titulación debe ajustarse según el análisis. Si no se alcanza el punto final de la titulación, esta se detendrá una vez que se haya alcanzado el máximo de agua titulada. Aparecerá el mensaje de error "Límites Excedidos" en la pantalla.



4.5.11.3. CRITERIO DE TERMINACIÓN

Opción: Punto Final en mV, Deriva Absoluta, Deriva Relativa



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

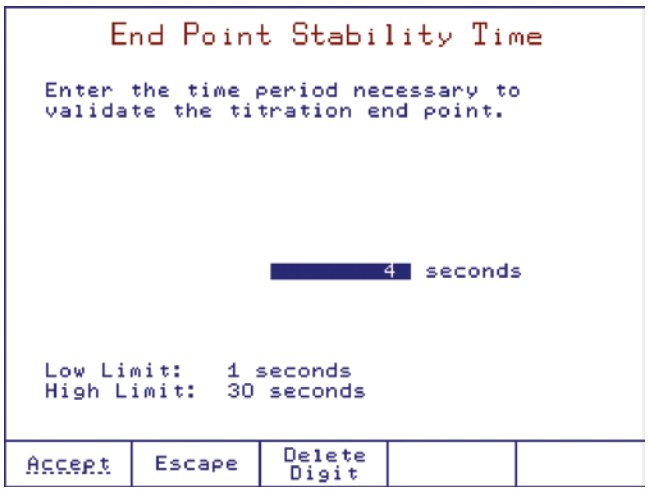
Deriva Absoluta La titulación finaliza cuando la deriva real es menor que el valor de deriva absoluta predefinido.

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

4.5.11.4. TIEMPO DE ESTABILIDAD DEL PUNTO FINAL

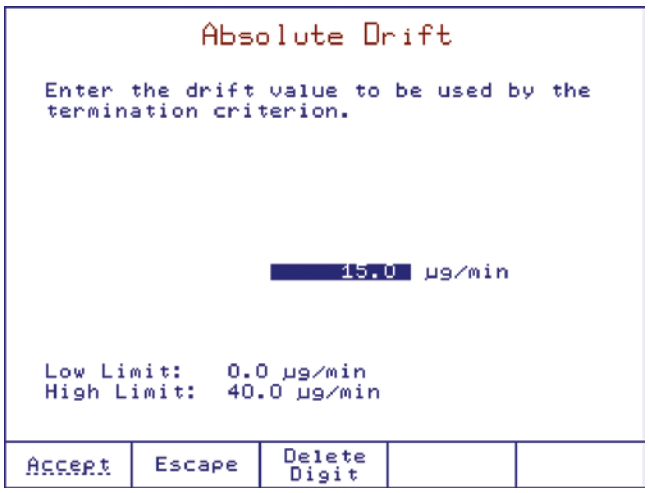
Opción: 1 a 30 segundos

El potencial debe permanecer por debajo del valor del punto final establecido durante el período especificado.



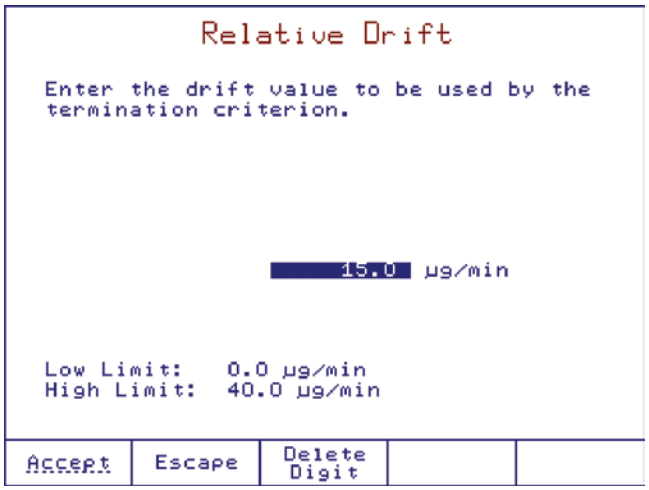
4.5.11.5. DERIVA ABSOLUTA

Opción: 0.0 a 40.0 µg/min



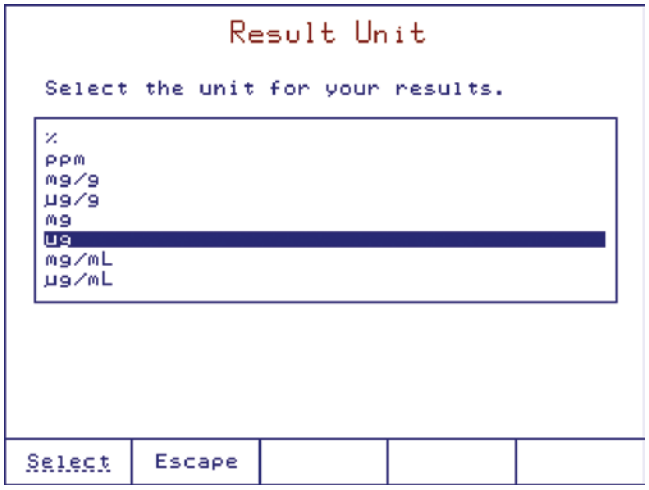
4.5.11.6. DERIVA RELATIVA

Opción: 0.0 a 40.0 µg/min



4.5.12. UNIDAD DE RESULTADOS

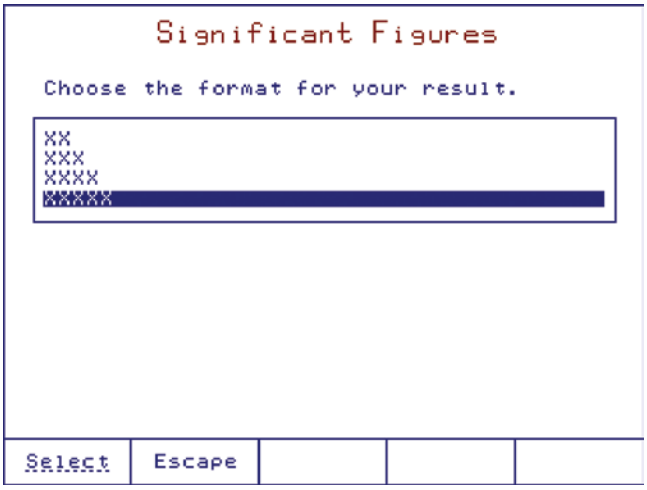
Opción: %, ppm, mg/g, µg/g, mg, µg, mg/mL, µg/mL



4.5.13. CIFRAS SIGNIFICATIVAS

Opción: Dos (XX), Tres (XXX), Cuatro (XXXX), Cinco (XXXXX)

Esta opción permite configurar el formato para mostrar el resultado final de la titulación.



4.6. IMPRESIÓN

Para imprimir los parámetros del método, pulse Method Options desde la pantalla principal.

Pulse Print Method y espere unos segundos hasta que la impresora complete el trabajo.

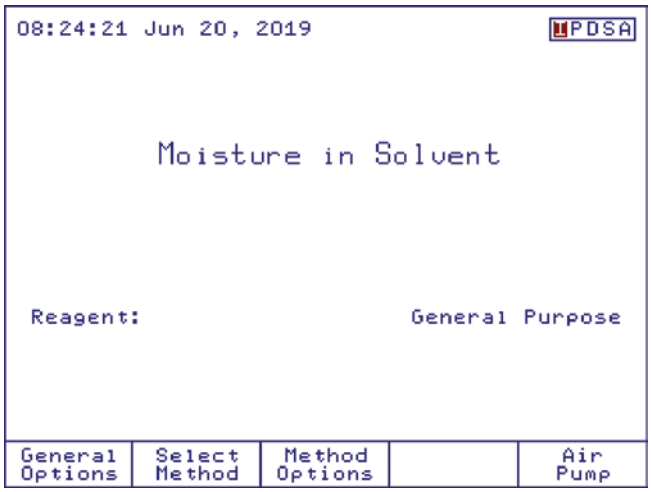
Si no hay ninguna impresora conectada a la toma dedicada, o si la impresora está desconectada, aparecerá un mensaje de error en la pantalla (consulte la sección **7.5. PERIFÉRICOS** para obtener más información sobre cómo conectar una impresora al titulador).

5. MODO DE TITULACIÓN

5.1. MODO INACTIVO

El titulador entra en modo inactivo al encenderse. Desde este modo, se puede acceder a todas las funciones y configuraciones del software del **HI934.** Esto incluye todos los parámetros del método ajustables por el usuario, el sistema de manejo de reactivos, la transferencia de archivos, las comprobaciones de calibración, las actualizaciones de software y las opciones de interfaz con PC y accesorios.

Pulse la tecla start stop para iniciar el modo de pre titulación.



La titulación se realiza con el método seleccionado. Asegúrese de que el método seleccionado se adapte a las especificaciones de la aplicación.

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

- Todos los sistemas conectados están correctamente ensamblados.
- La cantidad correcta de reactivo está presente en el vaso de precipitados (entre las marcas de mínimo y máximo) para una óptima reproducibilidad.

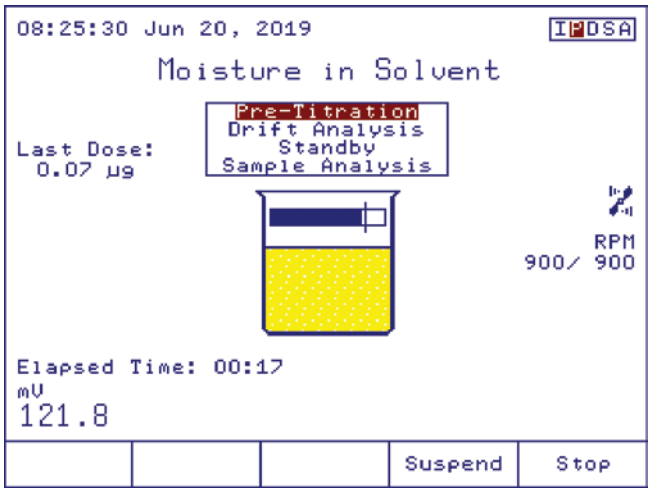
Las siguientes etapas intermedias se realizan automáticamente antes de iniciar la titulación:

- **Pre titulación de reactivos**
- **Análisis de deriva (**solo para entrada de determinación automática**)**

Una vez finalizado el análisis de deriva, el titulador entra en modo de espera y se puede iniciar la titulación.

5.2. PRE TITULACIÓN

En la pre titulación, se eliminan el agua residual en la superficie interior del recipiente de titulación, el agua contenida en el aire atrapado y la pequeña cantidad de agua del reactivo.
El **HI934** genera yodo electrolíticamente dentro del recipiente de titulación para que reaccione con el agua residual. Una vez estabilizado el potencial del electrodo, el titulador pasa al **Análisis de Deriva**.
Al iniciar la pre titulación, el agitador se activa automáticamente y el usuario no puede cambiar el método seleccionado ni acceder a sus parámetros.

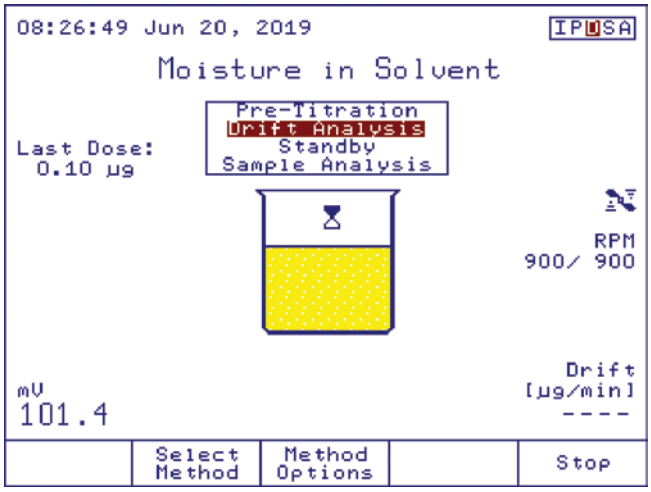


***Nota**: Si la pre titulación dura más de 30 minutos, el titulador cambia al modo de espera. Esto podría deberse a errores en el sistema de titulación (vaso mal sellado, reactivo incorrecto o faltante, electrodo desconectado o defectuoso, etc.). Revise el sistema y reinicie la pre titulación.*

5.3. ANÁLISIS DE DERIVA (SOLO PARA DETERMINACIÓN AUTOMÁTICA)

En el **Análisis de Deriva**, el **HI934** realiza un análisis de un minuto que determina la cantidad de humedad que se filtra a la celda desde la atmósfera. A pesar de que el recipiente de titulación esté herméticamente cerrado, el agua seguirá filtrándose a la celda. La cantidad de agua que migra a la celda por unidad de tiempo se conoce como tasa de deriva de fondo o tasa de deriva.
La tasa de deriva se determina registrando el número de dosis sucesivas muy pequeñas de titulante necesarias para mantener la sequedad del reactivo durante un minuto. El **HI934** calcula y reporta la tasa de fuga de agua a la celda en µg/min.

El **HI934** restará automáticamente la tasa de deriva de los resultados de la titulación. Esto es importante para la precisión de la titulación al analizar muestras con un contenido de agua muy bajo, donde la cantidad de agua filtrada en la celda representa una fracción considerable del agua total titulada durante el análisis.



Cuando la deriva se estabiliza, el titulador pasa al modo de **Espera**.
Durante el análisis de la deriva, si el titulador no puede mantener la sequedad de la celda, vuelve al modo de pre titulación.

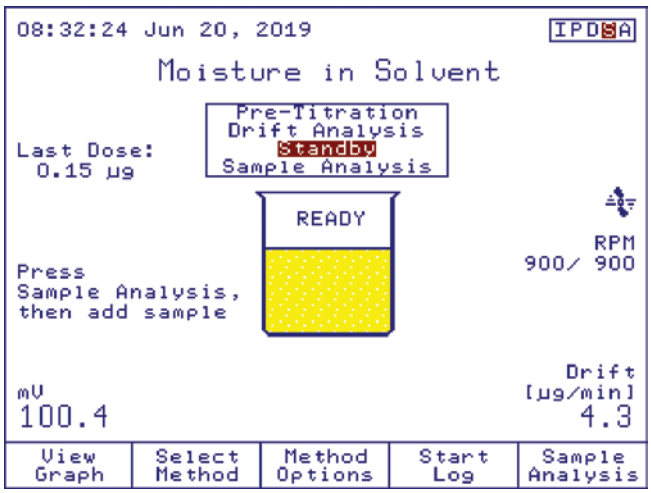
Nota: *Si el modo de entrada de la deriva se configura como Entrada Manual, se omite la etapa de análisis de la deriva.*

5.4. ESPERA

Una vez determinada la tasa de deriva, el **HI934** entra en **Espera**. En **Espera**, se mantiene la sequedad del recipiente de titulación y la tasa de deriva se monitoriza y actualiza continuamente. Desde **Espera**, se puede iniciar una sesión de análisis de muestras o de registro de la tasa de deriva, así como la selección del método, la personalización de los parámetros del método y las opciones generales (pulsando «Inicio» en un teclado externo).

Tras la configuración inicial del titulador y antes de la primera titulación, se debe dejar que la tasa de deriva se estabilice en **Espera** durante 45 minutos. Esto garantiza que la tasa de deriva sea estable y refleje la velocidad real a la que el vapor de agua entra en la celda, en lugar de representar un secado lento del aire entre el reactivo y la parte superior de la celda. La estabilización se puede verificar examinando la curva de tasa de deriva en función del tiempo.

Durante el modo de **Espera**, si la deriva se vuelve inestable, el titulador volverá al modo de **Análisis de Deriva.**

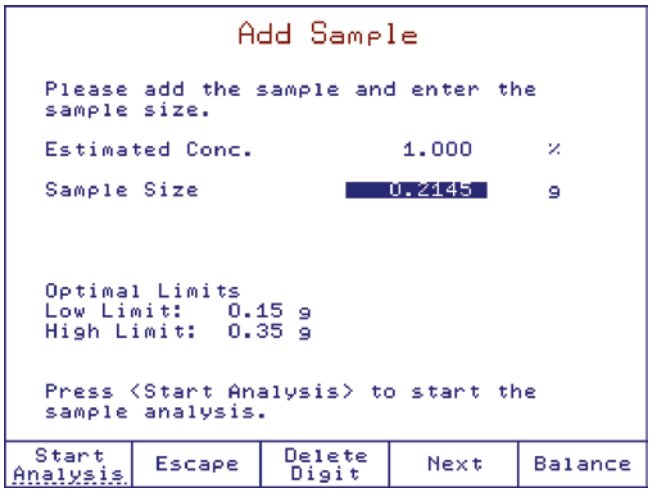


5.5. ANÁLISIS DE MUESTRAS

En el modo de **Espera**, pulse Sample Analysis para iniciar una titulación.

Nota: *Si el valor de deriva es cero, aparecerá un mensaje de advertencia que informa al usuario de que el reactivo podría estar sobretitulado.*

El usuario puede continuar la titulación pulsando Continue o volver al modo de **Espera** pulsando Escape para esperar a que la deriva se estabilice en un valor superior.



Si es necesario, actualice la concentración estimada. Este valor se utiliza para determinar el volumen previo a la titulación. Los límites óptimos se actualizarán en función de este valor.
Siga los pasos a continuación para agregar la muestra al recipiente de titulación y determinar el tamaño de la muestra.

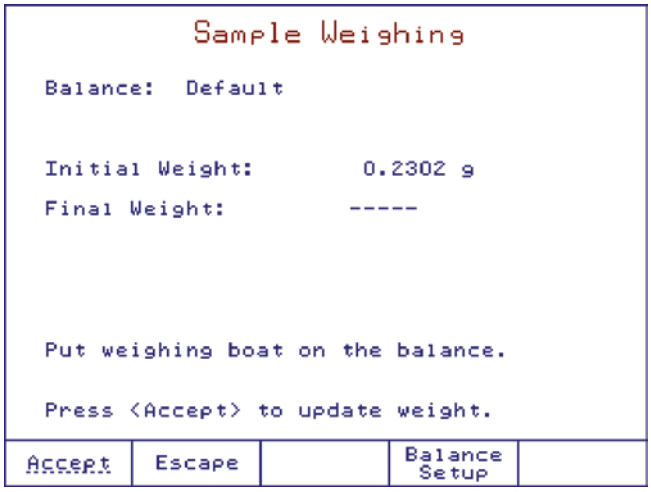
5.5.1. TAMAÑO DE LA MUESTRA

5.5.1.1. ENTRADA MANUAL

1) Conecte una aguja larga (de aproximadamente 15 cm para un mejor control) a una jeringa lo suficientemente grande como para contener al menos una muestra completa. Para la adición volumétrica, utilice una jeringa de precisión.
2) Enjuague la jeringa y la aguja con la muestra varias veces: extraiga una pequeña porción de muestra, extienda completamente el émbolo, agite para cubrir el interior de la jeringa y expulse la muestra en un recipiente para desechos. Para muestras con bajo contenido de agua (menos de 200 ppm), el enjuague final de la jeringa no debe incluir la aspiración de aire, ya que la humedad del aire podría contaminar significativamente la muestra.
3) Extraiga suficiente muestra en la jeringa para al menos una titulación.
4) Seque el exterior de la aguja con un paño o pañuelo de papel sin pelusa.
5) Para muestras por masa, coloque la jeringa llena con la aguja en una balanza analítica. Tare la balanza (técnica de pesaje inverso).
6) Inserte la aguja a través del septo en el puerto de muestra. Introduzca la jeringa a través del tabique hasta que el extremo de la aguja esté aproximadamente a 1 cm de la superficie del reactivo.
7) Dispense de forma uniforme la cantidad adecuada de muestra, asegurándose de que esta se introduzca directamente en el reactivo y no salpique las paredes del vaso de titulación ni los electrodos.
8) Aspire un poco de aire del interior de la celda con la jeringa para asegurarse de que no queden gotas de muestra en la punta de la aguja.
9) Retire la jeringa y la aguja del tabique, teniendo cuidado de que la aguja no toque el disolvente ni otros componentes internos de la celda.
10) Calcule la masa de la muestra añadida a la celda de titulación (reste la masa de la jeringa después de añadir la muestra a la masa de la jeringa antes de añadir la muestra).
11) Introduzca la masa calculada de la muestra en el **HI934**

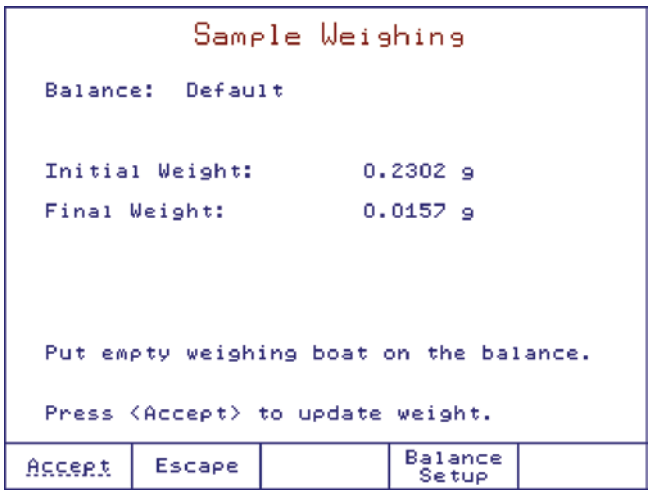
5.5.1.2. DETERMINACIÓN AUTOMÁTICA DE LA MASA DESDE LA BALANZA ANALÍTICA (TAMAÑO DE LA MUESTRA SOLO POR MASA)

El tamaño de la muestra se puede determinar automáticamente desde la balanza cuando se conecta al titulador mediante la interfaz RS 232.



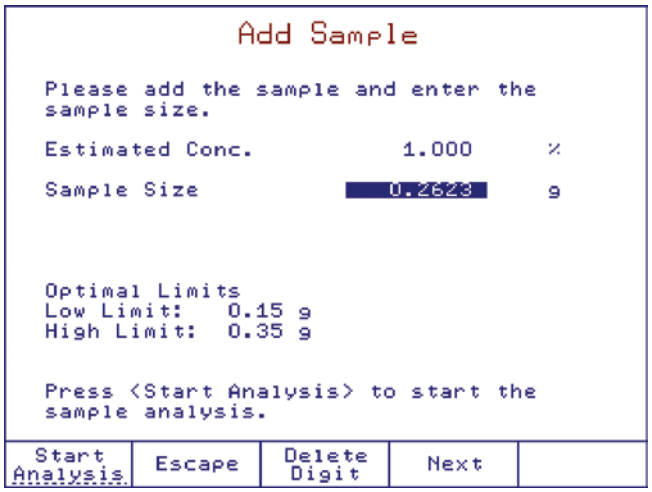
5.5.2. PROCEDIMIENTO

1) Coloque la jeringa que contiene la muestra en la balanza.
2) Espere hasta que la lectura se haya estabilizado y presione Accept.
3) Añada la muestra al recipiente del titulador.
4) Coloque la jeringa vacía en la balanza.



5) Espere a que la lectura se estabilice y presione Accept.

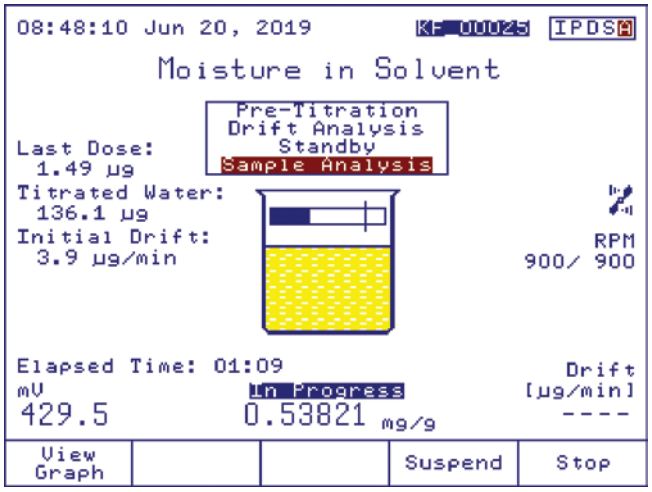
El titulador regresa a la pantalla anterior y el tamaño de la muestra se actualiza automáticamente.



Presione [Start Analysis] para comenzar el análisis.

Nota: *El usuario debe asegurarse de que la balanza y el titulador estén configurados correctamente y que la función de balanza esté habilitada (ver sección* **3.7. CONFIGURAR LA INTERFAZ DE LA BALANZA***).*

5.5.3. ANÁLISIS DE MUESTRAS



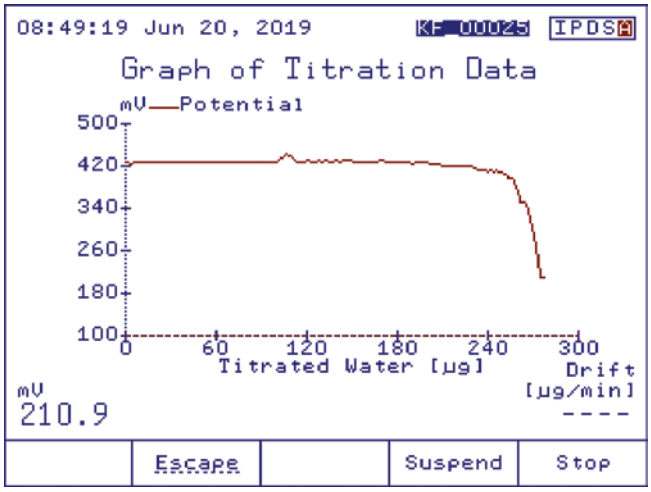
Pulse la tecla [start stop] para detener la titulación y volver al modo de **Inactivo**.
Pulse la tecla [Stop] para detener la titulación y volver al modo de **Espera**.

5.5.4. SUSPENDER LA TITULACIÓN

Mientras la titulación esté en curso, puede detenerla temporalmente pulsando [Suspend]. El generador dejará de producir yodo.
Para continuar la titulación, pulse [Resume] .

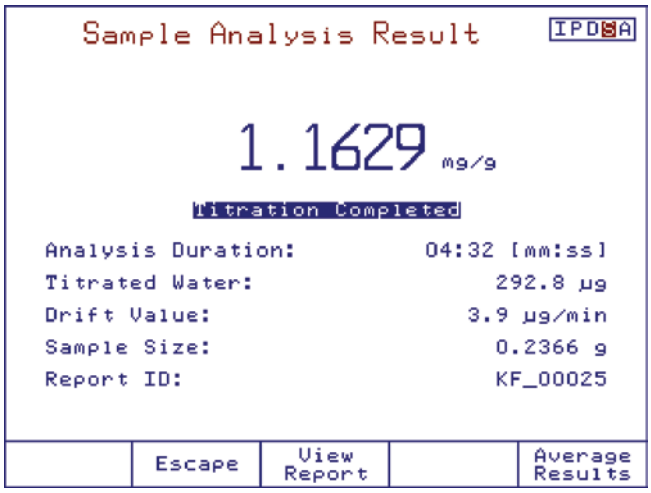
5.5.5. VIEWING THE TITRATION CURVE

Durante una titulación, la curva de titulación se puede visualizar en la pantalla **"Gráfico de Titulación"** pulsando View Graph. El informe de ID de Titulación también se muestra dentro de la ventana del gráfico.

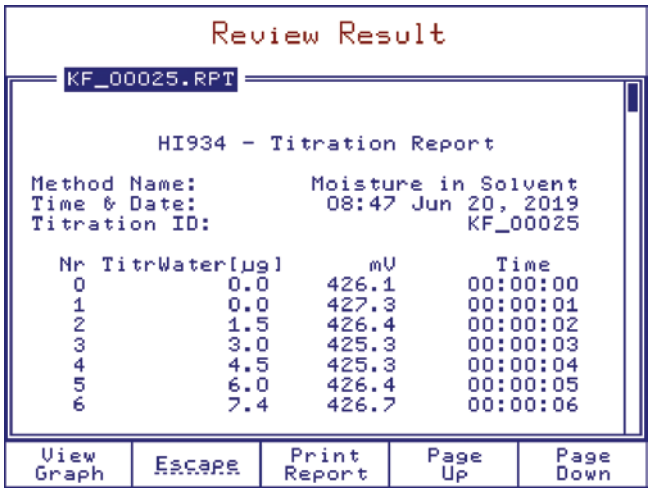


5.5.6. RESULTADOS

Al alcanzar el punto final, la titulación finaliza y se muestra la siguiente pantalla.



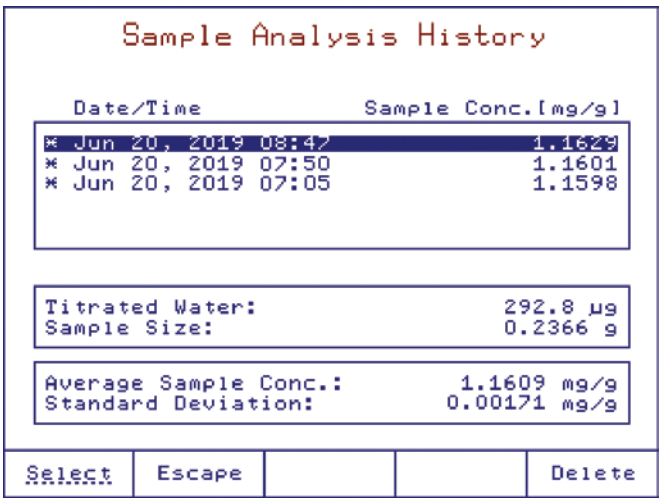
Esta pantalla muestra información sobre la titulación (duración, valor de deriva utilizado para la compensación, tamaño de la muestra e ID del informe de titulación).
Pulse View Report para ver el informe de titulación.



Pulse [View Graph] para ver el gráfico de titulación.
Pulse [Print Report] para imprimir el informe.

5.5.7. HISTORIAL DE ANÁLISIS DE MUESTRAS

Al pulsar [Average Results], los resultados se añadirán al Historial de Análisis de Muestras. Este historial permite obtener un promedio de los resultados de la titulación.
Utilice las teclas ∧ y ∨ para desplazarse por la lista de resultados.
Utilice [Select] para seleccionar las muestras que se utilizarán para el promedio.



Nota: *Cuando no hay resultados seleccionados, aparecerán guiones en los campos Concentración Promedio de Muestra y Desviación Estándar.*

6. FUNCIONES AUXILIARES

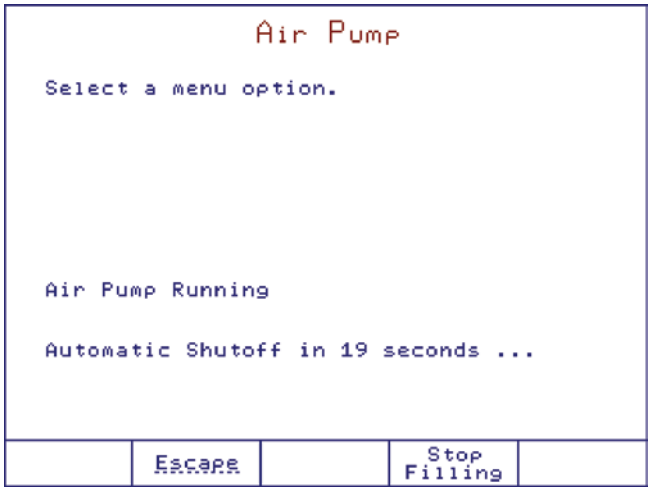
6.1. BOMBA DE AIRE

La bomba de aire se utiliza para añadir o extraer el disolvente del vaso de titulación sin exponerlo a la humedad atmosférica.
Para acceder a la pantalla **Bomba de Aire**, pulse [Air Pump] desde la pantalla **Inactiva**.

6.1.1. LLENADO DEL VASO DE PRECIPITADO

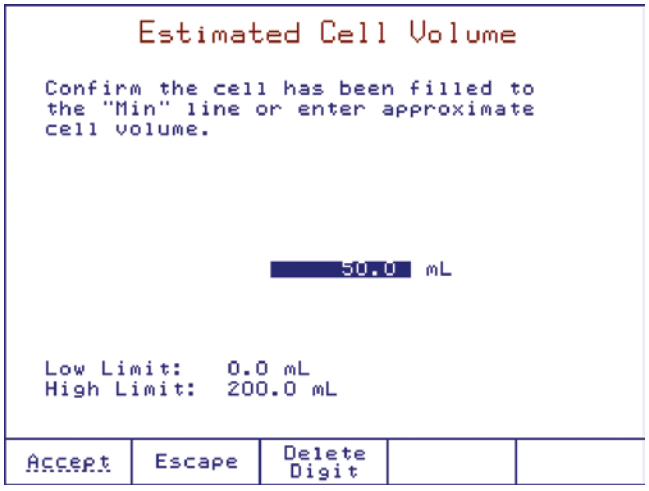
Para añadir disolvente al vaso de titulación:

1) Presione [Start Filling] desde la pantalla **Bomba de Aire**; la bomba se pondrá en marcha y se añadirá el disolvente al vaso de precipitados. Si el disolvente no fluye o fluye muy lentamente, verifique que las tapas de las botellas estén correctamente ensambladas y bien selladas, y que el tubo de manejo de líquidos llegue hasta el fondo de la botella de disolvente.



2) Cuando el nivel de disolvente en la celda de titulación alcance la línea indicadora "Mín.", presione [Stop Filling] para apagar la bomba de aire. Si no se presiona [Stop Filling], la bomba de aire se apagará automáticamente después de 20 segundos.

3) El **HI934** solicitará al usuario que verifique que la celda de titulación se haya llenado hasta la línea "Mín." (aproximadamente 75 ml).
Pulse [Accept] para volver a la pantalla **Inactiva**.



6.1.2. VACIADO DEL VASO DE TITULACIÓN

Para eliminar los residuos del vaso de titulación:

1) Afloje ligeramente el conector del tubo de desechos y deslícelo hacia abajo hasta que llegue al fondo del vaso de precipitados.
2) En la pantalla **Bomba de Aire**, presione Start Emptying y deje que la bomba funcione hasta que se hayan eliminado todos los residuos.
3) Presione Stop Emptying para apagar la bomba de aire. Si no se presiona Stop Emptying, la bomba se apagará automáticamente después de 60 segundos.
4) Devuelva el tubo de desechos a su posición original y vuelva a colocar el tapón de vidrio.

6.2. AGITADOR

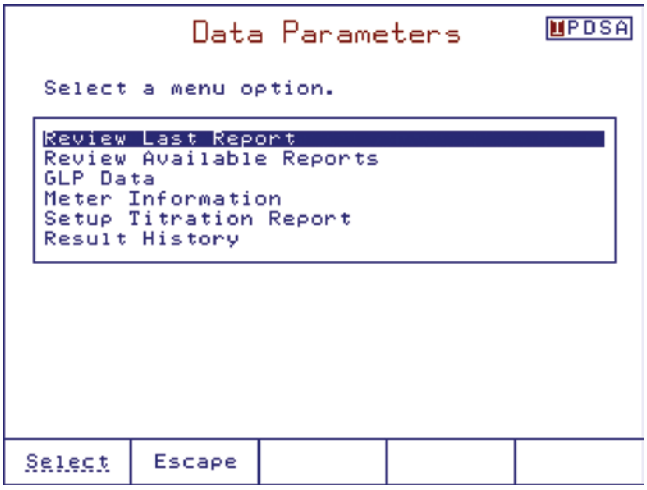
Nota: *Al seleccionar un agitador personalizado (ver la sección* ***3. OPCIONES GENERALES****), los comandos relacionados con el agitador no están disponibles.*

En modo **Inactivo**, el agitador se puede encender y apagar pulsando la tecla stir .
Durante el proceso de titulación, la velocidad de agitación se puede ajustar manualmente con las tecla ^ y v.
Nota: *El agitador no se puede apagar durante el proceso de titulación.*

6.3. RESULTADOS

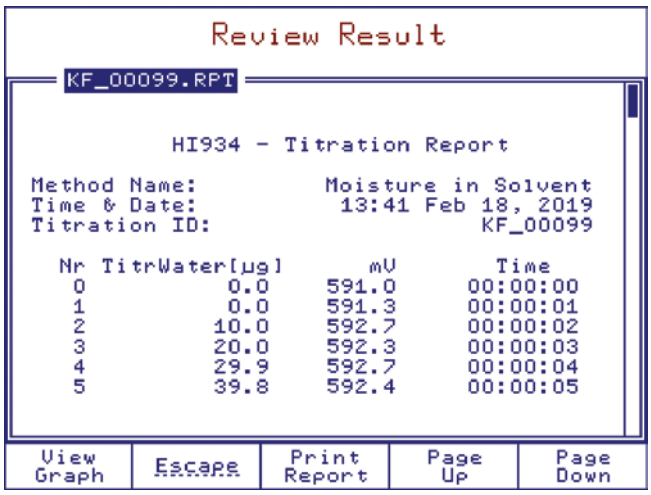
Para acceder a la pantalla de **Parámetros de Datos**, pulse la tecla results .

Desde la pantalla de **Parámetros de Datos**, puede acceder a las siguientes opciones:



6.3.1. REVISIÓN DEL ÚLTIMO INFORME

Se puede revisar el último informe de titulación.

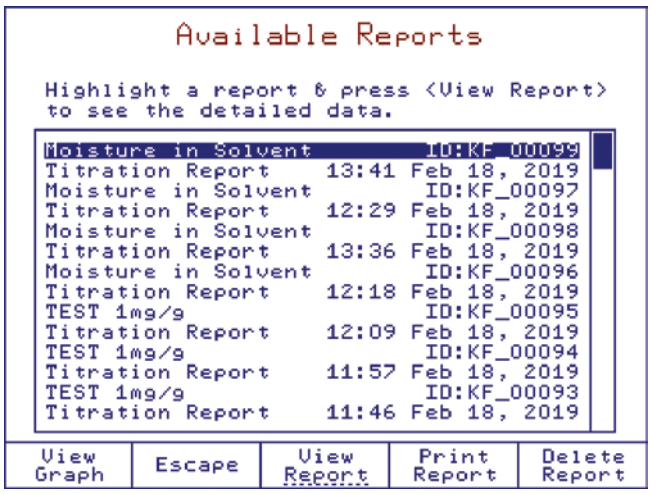


La información del informe se basa en las selecciones realizadas en la pantalla **Configurar Informe de Titulación**. Están disponibles las siguientes teclas de opción:

View Graph	Revise el gráfico de titulación.
Print Report	Imprima el informe de titulación.
Escape	Regrese a la pantalla anterior.
Page Up / Page Down	Puede usarse para desplazarse por las páginas.

6.3.2. REVISIÓN DE INFORMES DISPONIBLES

Se pueden guardar hasta 100 informes en el titulador. Para ver uno de los informes guardados, selecciónelo y presione View Report .

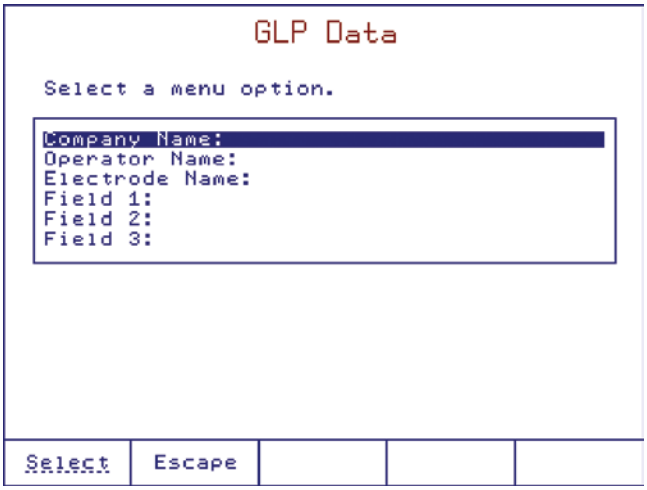


El informe contiene únicamente la información seleccionada en las pantallas de **Configuración del Informe de Titulación** durante su generación. Están disponibles las siguientes teclas de opción:

View Graph	Revisar el gráfico seleccionado.
View Report	Revisar el informe seleccionado.
Print Report	Imprimir el informe seleccionado.
Delete Report	Eliminar el informe seleccionado.
Escape	Volver a la pantalla anterior.

6.3.3. DATOS GLP

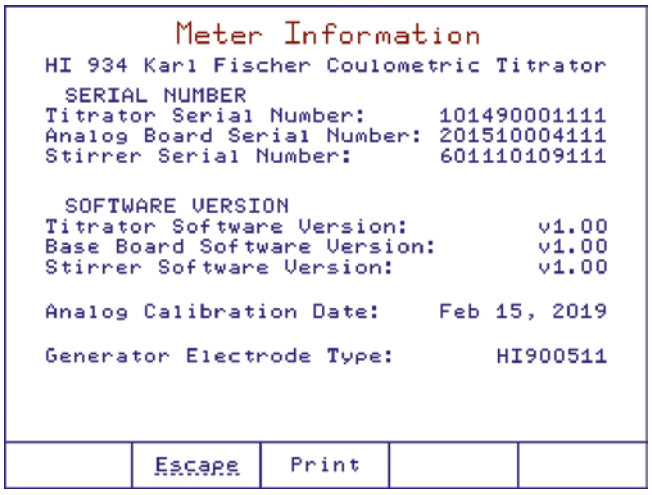
Opción: Hasta 20 caracteres



Nombre Empresa Permite registrar el nombre de la empresa en cada informe.
Nombre Operador Permite registrar el nombre del operador en cada informe.
Nombre Electrodo Permite registrar el nombre del electrodo en cada informe.
Campos 1, 2 y 3 Permiten registrar cualquier información adicional en cada informe.
Estos campos deben seleccionarse en la pantalla **Configurar Informe de Titulación** (ver la sección **6.3. RESULTADOS**) para que se muestren en el informe de titulación.

6.3.4. INFORMACIÓN DEL MEDIDOR

Muestra los datos de configuración del titulador.

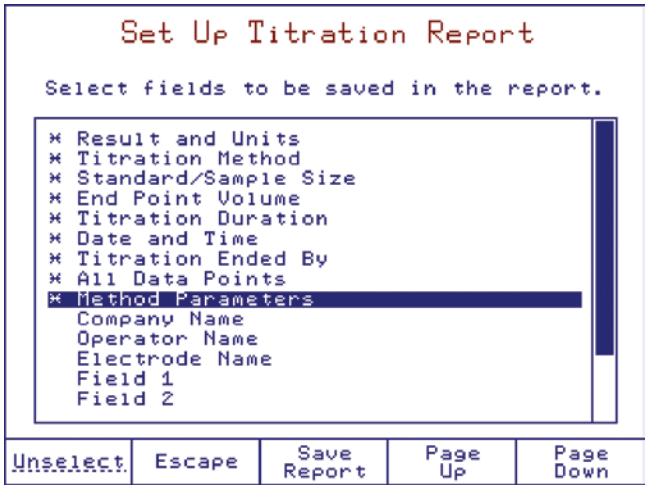


Número Serie Titulador Número de serie de la placa base del titulador.
Número Serie Placa Analógica Número de serie de la placa analógica del titulador.
Número Serie Agitador Número de serie del agitador.
Versión Software Agitador Versión actual del software del agitador.
Titulador Versión Software Versión actual del software instalado en el titulador.
Versión Software Placa Base Versión actual del software de la placa base del titulador.
Fecha Calibración Analógica Fecha de calibración del fabricante de la placa analógica.

Nota: *Si ha transcurrido más de un año desde la fecha de calibración de la placa analógica, aparecerá el mensaje* ***Calibración Analógica Pendiente*** *en la pantalla principal y deberá recalibrarse.*

6.3.5. CONFIGURAR INFORME DE TITULACIÓN

Personalice un informe único para registrar los resultados de la titulación. Un asterisco indica que se incluirá en el informe de titulación.



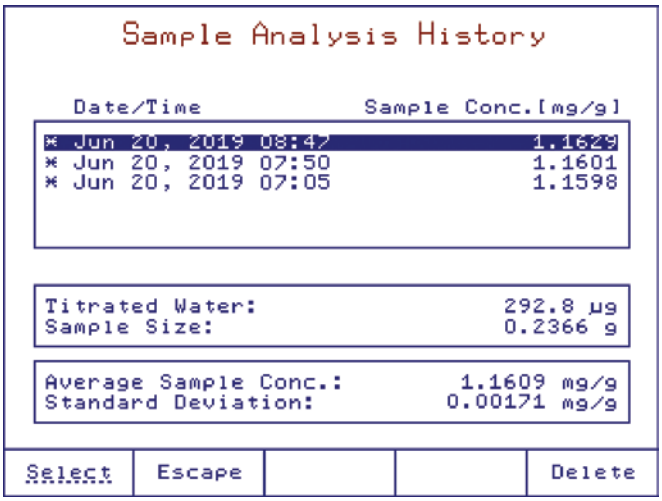
Select	Añade la información resaltada al informe.
Unselect	Elimina la información resaltada del informe.
Escape	Regresa a la pantalla de parámetros de datos. El informe no se actualiza.
Save Report	Actualice el informe con los elementos seleccionados. El informe previamente guardado no se actualizará.
Page Up / Page Down	Desplácese por las opciones.

6.3.6. HISTORIAL DE ANÁLISIS DE MUESTRAS

Esta opción permite al usuario acceder al historial de análisis de muestras y promediar los resultados de la titulación.

Utilice las teclas ^ y v para desplazarse por la lista de resultados.

Use Select para seleccionar las muestras que se utilizarán para promediar.



Nota: *Cuando no hay resultados seleccionados, aparecerán guiones en los campos Concentración Promedio de Muestra y Desviación Estándar.*

7. MANTENIMIENTO Y PERIFÉRICOS

7.1. MANTENIMIENTO DE LOS ELECTRODOS DEL GENERADOR

¡Precaución! *Nunca caliente los electrodos del generador a más de 50 °C durante el secado. Esto podría causar daños permanentes al conector.*

Los electrodos del generador deben limpiarse cada 1 o 2 semanas, o con mayor frecuencia si se trabaja con muestras sucias o aceitosas.

1) Retire el cartucho desecante de la parte superior del generador y desconecte el cable. En generadores con diafragma, utilice el tubo de residuos para retirar el catolito del compartimento interior.
2) Retire el generador del recipiente de titulación.
3) Enjuague las superficies internas y externas con metanol seco. ¡NO permita que ningún líquido/ disolvente se acerque al conector del electrodo!
4) En generadores con diafragma, coloque el generador en un recipiente de titulación vacío y llene el compartimento interior con aproximadamente 15 a 20 ml de metanol seco. Deje que el metanol se disperse a través del diafragma para eliminar los contaminantes. Para una limpieza más profunda, repita este procedimiento una o dos veces más.
5) Limpie la grasa de las juntas esmeriladas con un paño o pañuelo de papel limpio y seco.
6) Deje secar el generador. Colóquelo en una estufa de secado (máximo 50 °C) durante 1 hora o hasta que no se observe líquido ni condensación. Si no dispone de un horno, utilice el generador inmediatamente para evitar la adsorción de humedad en el metanol residual.
7) Si persiste contaminación visible, utilice un disolvente adecuado para disolverla. Puede usar agua y jabón si es necesario; enjuague con metanol seco y seque antes de usar.

7.2. MANTENIMIENTO DEL ELECTRODO DEL DETECTOR

El mantenimiento adecuado del detector es crucial para obtener mediciones fiables y prolongar su vida útil. La frecuencia del mantenimiento dependerá en gran medida del tipo de muestra analizada. Puede ser necesario si el electrodo responde lentamente o no responde, si se observan lecturas de mV con ruido, si hay residuos visibles o revestimiento en o entre las clavijas del electrodo.

1) Retire el electrodo detector del recipiente de titulación.
2) Enjuague el electrodo con un disolvente adecuado para el tipo de muestra utilizada; el metanol suele ser suficiente.
3) Elimine los residuos frotando suavemente con un paño o pañuelo de papel limpio. Deje que la sonda se seque por completo.
4) Si se requiere una limpieza más exhaustiva, sumerja el electrodo en la Solución de Limpieza de Electrodos de Uso General **HI7061** durante varias horas. Luego, enjuáguelo con agua y luego con metanol.
5) Deje que el electrodo se seque antes de usarlo.
6) Inspeccione el vidrio para detectar grietas, especialmente cerca de las patillas del electrodo. Reemplace el electrodo si encuentra alguna grieta.

Nota: *Limpiar el electrodo detector con agentes de limpieza eliminará los complejos de platino-yodo formados en su superficie. Esto reducirá la resistencia del detector y, por lo tanto, sus lecturas de mV. Para contrarrestar este cambio, reduzca el valor de mV del punto final o aumente la corriente impuesta en las Opciones del Método. El complejo de platino-yodo se reformará después de varias titulaciones.*

¡Advertencia! *Proteja las clavijas de los electrodos contra daños. Evite usar cepillos o abrasivos para limpiarlas.*
Las clavijas se doblan fácilmente, lo que puede causar errores permanentes en las lecturas de mV.

7.3. MANTENIMIENTO DEL SOPORTE DEL ADAPTADOR DE REACTIVOS

El tubo de vidrio del soporte del adaptador de reactivos se puede retirar para su limpieza si se ha derramado reactivo o residuos en él.
Para limpiar el tubo de vidrio:

1) Retire el adaptador de intercambio de reactivos de la parte superior del soporte.
2) Retire lentamente el tubo de vidrio. Tenga cuidado, ya que podrían haberse acumulado reactivos o residuos peligrosos en el interior del tubo.
3) Enjuague el tubo con metanol seco. Si es necesario, use agua y jabón y luego enjuague con metanol.
4) Limpie la grasa de las juntas de vidrio esmerilado con un paño o pañuelo limpio y seco.
5) Seque el tubo en una estufa de secado o séquelo completamente.

7.4. MANTENIMIENTO DEL ADAPTADOR DE INTERCAMBIO DE REACTIVOS

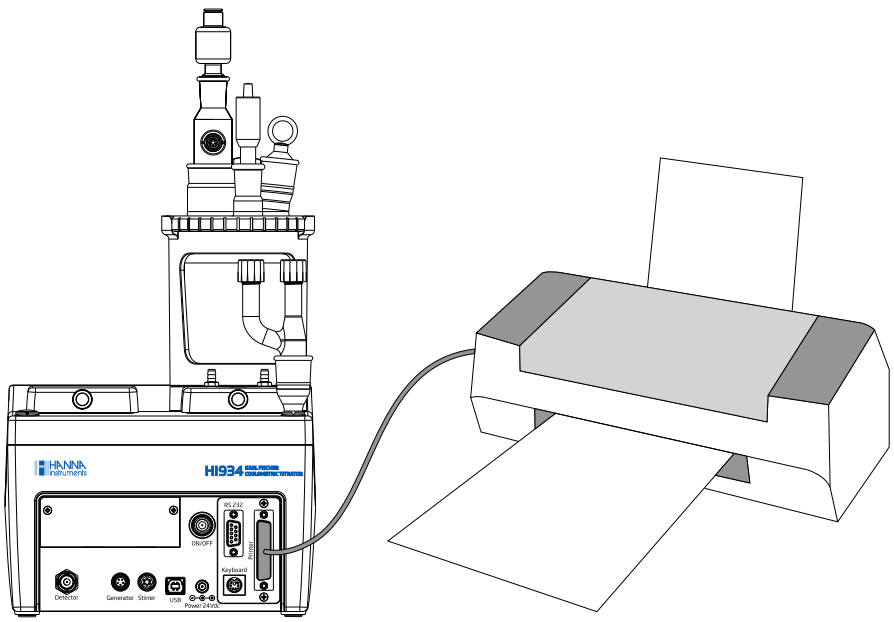
El adaptador de intercambio de reactivos debe limpiarse si se ha acumulado un exceso de líquido o sales en las superficies. Limpie el adaptador y el soporte si observa sales en la junta de vidrio esmerilado o cerca de ella. Para limpiar el adaptador:

1) Afloje las tapas y retire los tubos del adaptador. Asegúrese de que el extremo de los tubos no esté sumergido en líquido para evitar derrames.
2) Retire el adaptador de intercambio de reactivos de la parte superior del soporte.
3) Desconecte las tapas de sus roscas.
4) Enjuague el adaptador, los o-rings y las tapas (si es necesario) con metanol seco. Si es necesario, use agua y jabón y luego enjuague con metanol.
5) Limpie la grasa de las juntas de vidrio esmerilado con un paño o pañuelo de papel limpio y seco.
6) Seque el adaptador de vidrio en una estufa de secado o séquelo completamente. Deje que las tapas y los o-rings se sequen al aire.
7) Asegúrese de que todas las piezas estén completamente secas antes de volver a ensamblar.

7.5. PERIFÉRICOS

7.5.1. CONEXIÓN A UNA IMPRESORA

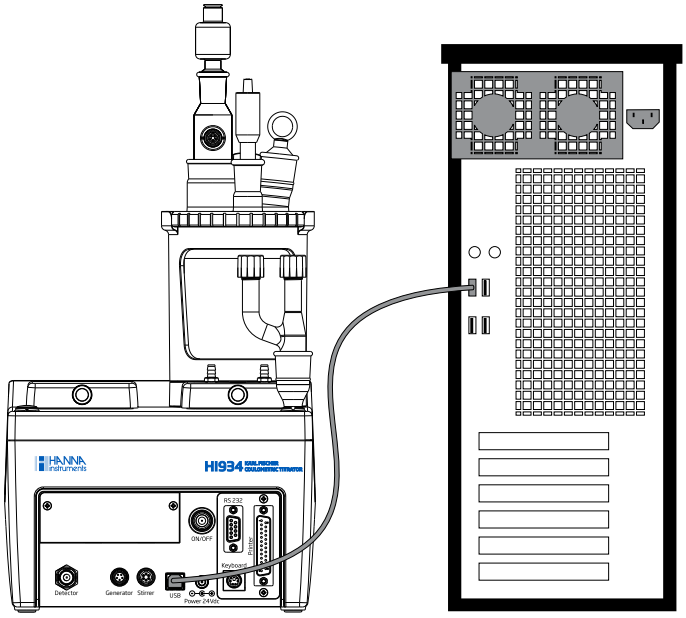
Se pueden conectar diversas impresoras paralelas al puerto paralelo del titulador mediante un cable DB25.



¡Advertencia! *La conexión/desconexión del Cable de Alimentación, la Bomba de Aire/Agitador, la Impresora o la Balanza solo debe realizarse cuando el titulador y los dispositivos externos estén apagados.*

7.5.2. CONEXIÓN A UNA COMPUTADORA

El titulador se puede conectar a una computadora mediante un cable USB. Es necesario instalar la aplicación **HI900** para PC en la computadora.



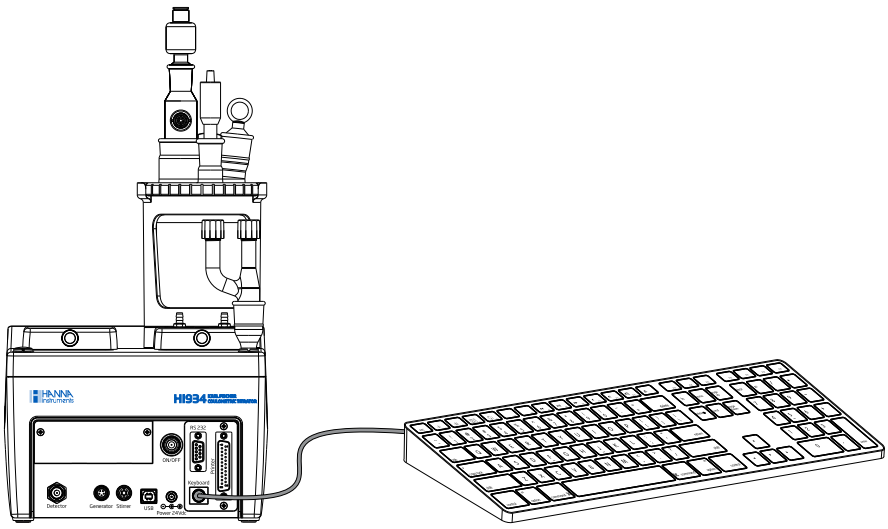
Conecte el cable al puerto USB del panel trasero del titulador.
Conecte el cable al puerto USB del PC.
Abra la pantalla **Conexión USB con el PC** en el titulador (consulte la sección **3. OPCIONES GENERALES**).
Abra la aplicación **HI900** para PC y seleccione el puerto USB correspondiente en el PC.

La aplicación para PC **HI900** permite la transferencia de métodos e informes entre el titulador y el PC.

¡Advertencia! *La conexión/desconexión del Cable de Alimentación, la Bomba de Aire/Agitador, la Impresora o la Balanza solo debe realizarse cuando el titulador y los dispositivos externos estén apagados.*

7.5.3. CONEXIÓN DE UN TECLADO DE PC EXTERNO

Esta conexión permite utilizar un teclado de PC PS/2 externo además del teclado del titulador.



La correspondencia entre el teclado del titulador y el teclado externo tipo Estados Unidos 101 se puede encontrar a continuación:

Teclado Externo para PC (Estados Unidos 101)	**Teclado del Titulador**
Tecla de Función **F-1**	?
Tecla de Función **F-2**	stir
Tecla de Función **F-3**	results
Tecla de Función **F-4**	device
Tecla de Función **F-5**	Tecla de opción **1** (de izquierda a derecha)
Tecla de Función **F-6**	Tecla de opción **2** (de izquierda a derecha)
Tecla de Función **F-7**	Tecla de opción **3** (de izquierda a derecha)
Tecla de Función **F-8**	Tecla de opción **4** (de izquierda a derecha)
Tecla de Función **F-9**	Tecla de opción **5** (de izquierda a derecha)
Tecla de Función **F-10**	start stop
Tecla de Flecha hacia **Arriba**	^
Tecla de Flecha hacia **Abajo**	v
Tecla de Flecha **Izquierda**	<
Tecla de Flecha **Derecha**	>
Pág. hacia Arriba	Page Up
Pág. hacia Abajo	Page Down
Teclas Numéricas: de **0** a **9**	0 a 9
Ingresar	enter
Teclas Alfanuméricas	Permitir entradas alfanuméricas

8. OPTIMIZACIÓN DE MÉTODOS

8.1. AJUSTES DE TITULACIÓN

Los ajustes predeterminados incluidos en los métodos estándar han sido desarrollados por Hanna Instruments para proporcionar resultados precisos en la mayoría de las muestras sin necesidad de intervención adicional del analista ni ajustes del método. Sin embargo, para adaptarse a una mayor variedad de tipos de muestras y matrices, todos los parámetros de titulación del **HI934** son personalizables. Esta sección describe los parámetros de titulación críticos necesarios para que un analista modifique un método estándar o desarrolle uno desde cero.

Los métodos **HI934** se pueden modificar y personalizar según los requisitos de la muestra, la matriz de la muestra y la formulación del reactivo. Los ajustes modificables por el usuario se dividen en dos categorías: Parámetros de Control, que configuran funciones críticas que determinan el curso de una titulación y cómo se finalizan las titulaciones, y Opciones de Método, que controlan funciones menores que no afectan directamente a las mediciones y que permiten principalmente a los usuarios avanzados acortar los tiempos de titulación.

8.1.1. PARÁMETROS DE CONTROL

8.1.1.1. POTENCIAL DE PUNTO FINAL Y CORRIENTE DE POLARIZACIÓN

El **HI934** utiliza un sistema de electrodos polarizados conocido como indicación bivoltamétrica. El titulador monitorea el voltaje necesario para mantener una corriente de polarización constante (Ipol) entre el electrodo Karl Fischer de doble punta de platino durante la titulación.
Durante la titulación, no hay exceso de yodo. Para mantener la corriente de polarización establecida, el **HI934** debe aplicar un voltaje relativamente alto a través de las puntas del electrodo.
Al final de la titulación, la cantidad de yodo añadida es igual a la cantidad de agua de la muestra.
Cuando se genera un exceso de yodo, este se encuentra presente en la solución. El exceso de yodo se reduce fácilmente y el yoduro resultante se oxida fácilmente en las reacciones de los electrodos en el cátodo y el ánodo, respectivamente. La facilidad de estas reacciones permite mantener la corriente de polarización constante a un potencial de electrodo mucho menor.
En teoría, un desplazamiento significativo del potencial de electrodo indica el punto final. En la práctica, el punto final de la titulación se alcanza cuando el potencial de electrodo desciende por debajo de un valor predefinido y se cumplen los criterios de terminación elegidos.
La elección del potencial de punto final debe basarse, principalmente, en la corriente de polarización y, en menor medida, en la composición del disolvente Karl Fischer y la matriz de la muestra. Si se modifica la corriente de polarización, también debe modificarse el potencial de punto final. Además, existen riesgos que deben evitarse al elegir un potencial de punto final. Seleccionar puntos finales demasiado altos o demasiado bajos resultará en tiempos de titulación prolongados y una reproducibilidad deficiente. Los puntos finales demasiado altos son aquellos que preceden o coinciden con el punto de equivalencia, de modo que la concentración de exceso de yodo no se detecta con fiabilidad. Los potenciales de punto final se consideran “demasiado bajos” cuando corresponden a un gran exceso de yodo en la celda de titulación.

Nota: *Limpiar el electrodo detector con agentes de limpieza eliminará los complejos de platino-yodo formados en su superficie. Esto reducirá la resistencia del detector y, por lo tanto, sus lecturas de mV. Para contrarrestar este cambio, reduzca el valor de mV del punto final o aumente la corriente impuesta en las Opciones del Método. El complejo de platino-yodo se reformará después de varias titulaciones.*

8.1.1.2. VELOCIDAD DE TITULACIÓN

El **HI934** predice la proximidad del punto final y reduce el volumen de titulante añadido hasta alcanzarlo. Este proceso, controlado por software y conocido como dosificación dinámica, evita la adición de titulante más allá del punto final y proporciona una mayor densidad de datos en las proximidades del punto final, lo que resulta en una determinación precisa del punto final y titulaciones más rápidas. El usuario debe configurar correctamente el volumen de dosis mínimo y máximo para que la dosificación dinámica sea eficaz.
El ajuste de velocidad de titulación controla la velocidad de generación de yodo. Una velocidad de titulación más rápida reducirá el tiempo de titulación, pero aumentará la probabilidad de sobretitulación. Una velocidad de titulación más lenta permitirá una mayor precisión del punto final, pero prolongará el tiempo de titulación. La velocidad de titulación recomendada para cada muestra depende de la cantidad de agua introducida en la muestra:

Velocidad Titulación	Lenta	Normal	Rápida
Humedad Muestra	< 300 µg	300 - 1000 µg	1000 µg

Si se selecciona Automático, el **HI934** determinará la velocidad de titulación adecuada según el contenido de agua estimado y la cantidad de muestra añadida al recipiente para cada titulación. Si la sobretitulación se produce con frecuencia, seleccione una velocidad de titulación más lenta. Si se desea una duración de titulación más corta, seleccione una velocidad de titulación más rápida.

8.1.1.3. PROMEDIO DE LA SEÑAL

El valor seleccionado para el ajuste del promedio de la señal determina cuántas lecturas promediará el sistema electrónico para generar un único punto de datos en la curva de titulación. Si bien valores altos de 3, 4 o hasta 10 lecturas reducen el tiempo de respuesta del electrodo, también resultan en una curva de titulación más suave, lo que puede resultar en una titulación más rápida (lecturas individuales inestables pueden reducir la dosis).

8.1.2. PARÁMETROS DE TERMINACIÓN

El **HI934** ofrece tres criterios para considerar que una titulación ha alcanzado un punto final.

8.1.2.1. TIEMPO DE ESTABILIDAD

Al seleccionar este criterio de terminación, se considera que una titulación ha alcanzado el punto final cuando el potencial del electrodo se mantiene por debajo del potencial de punto final especificado durante un período denominado tiempo de estabilidad. Los tiempos típicos de estabilidad del punto final oscilan entre 5 y 15 segundos.

8.1.2.2. CRITERIOS DE TERMINACIÓN POR DETENCIÓN POR DERIVA

El criterio de terminación por deriva, o Detención por Deriva, finaliza las titulaciones basándose en el concepto de que, al final de una titulación, cuando toda el agua de la muestra ha reaccionado, el titulador solo debe titular el agua que se filtra en la celda debido a la tasa de deriva de fondo (véer la sección **5. MODO DE TITULACIÓN** para una explicación detallada de la deriva de fondo). Idealmente, el criterio de terminación por Detención por Deriva finaliza una titulación cuando se observa una tasa de deriva idéntica a la que precedió al inicio de la titulación. Sin embargo, desde un punto de vista práctico, lograr una tasa de deriva idéntica resulta en tiempos de titulación muy largos.
Para acortar los tiempos de titulación y, al mismo tiempo, aprovechar las ventajas de la terminación basada en la deriva, el **HI934** incorpora dos criterios de terminación de la deriva: la deriva relativa y la deriva absoluta.

8.1.2.2.1. PARADA DE DERIVA RELATIVA

El parámetro de parada de deriva relativa debe ser el criterio de terminación de primera elección. Es el de aplicación más universal, el más fácil de usar y permite titulaciones rápidas y repetibles.
Este parámetro tiene la ventaja sobre otros criterios de terminación de que el valor de la tasa de deriva relativa puede ajustarse independientemente de la concentración del titulante y de la tasa de deriva inicial.
Con este criterio, una titulación alcanza un punto final con éxito cuando el **HI934** titula toda el agua introducida con la muestra y mantiene una tasa de deriva igual a la suma de la deriva inicial (tasa de deriva al iniciarse la titulación) y el valor de parada de deriva relativa establecido (es decir, una deriva ligeramente superior a la tasa de deriva inicial).
La elección del valor de parada de deriva relativa influye en la duración y la reproducibilidad de la titulación. Elegir valores bajos de parada de deriva relativa (3 a 5 µg/min) dará como resultado titulaciones con alta reproducibilidad y larga duración. Establecer valores altos de parada de deriva relativa (8 a 15 µg/min) resultará en titulaciones rápidas con una reproducibilidad potencialmente reducida.
Se requieren valores más bajos de parada de deriva relativa para muestras de baja concentración. Los últimos microgramos de agua de una muestra reaccionan lentamente con el yodo. Por lo tanto, es fundamental dejar que los últimos microgramos reaccionen, ya que pueden representar una porción significativa del agua total titulada. Para titulaciones de menos de 200 µg de agua, se recomienda establecer la parada de deriva relativa entre 3 y 4 µg/min. Las titulaciones de más de 200 µg de agua pueden tener una parada de deriva relativa de 8 a 15 µg/min.

8.1.2.2.2. PARADA DE DERIVA ABSOLUTA

Según este criterio, una titulación alcanza un punto final con éxito cuando la deriva cae por debajo de un umbral predefinido denominado valor de parada de deriva absoluta. Al establecer el umbral de deriva absoluta, se debe lograr un equilibrio entre la velocidad de titulación y la precisión. Elegir un umbral ligeramente superior a la tasa de deriva inicial resultará en una alta reproducibilidad y titulaciones relativamente lentas. Establecer un umbral superior (>30 mg/min) resultará en titulaciones muy rápidas y una menor reproducibilidad.
Se debe considerar la tasa de deriva actual antes de seleccionar un valor de parada de deriva absoluta. Un valor demasiado bajo en relación con la tasa de deriva inicial puede provocar que la titulación continúe indefinidamente sin alcanzar un punto final válido.

8.1.3. OPCIONES DEL MÉTODO

8.1.3.1. TIEMPO DE AGITACIÓN PRE ANÁLISIS

Al analizar muestras con solubilidad limitada o que liberan agua ligada lentamente, es necesario agitar la muestra en el disolvente seleccionado antes de iniciar la titulación para evitar resultados de titulación erróneamente bajos o puntos finales inalcanzables. La opción de tiempo de agitación pre análisis garantiza que, tras añadir la muestra, la mezcla de titulación se agite durante un tiempo antes de que se genere yodo en la celda. El tiempo de agitación pre-análisis se puede configurar entre 0 y 1000 segundos.

8.1.3.2. VELOCIDAD DE AGITACIÓN

La velocidad de agitación del **HI934** se puede configurar entre 200 y 2000 RPM con una resolución de 100 RPM. El sistema de agitación está equipado con un mecanismo de retroalimentación óptica para garantizar que el motor de agitación gire a la velocidad configurada por el usuario. La velocidad óptima de agitación se obtiene cuando se observa un pequeño vórtice. Si la velocidad de agitación es demasiado baja, el titulante no reaccionará con la muestra antes de llegar al electrodo, lo que provocará una sobre-titulación y una baja reproducibilidad de la titulación. Si la velocidad de agitación es demasiado alta, se formarán burbujas en la solución. Las burbujas pueden desestabilizar o falsear el potencial medido del electrodo.
La velocidad de agitación predeterminada para los reactivos Karl Fischer estándar disponibles comercialmente, utilizados dentro del rango de volumen operativo de la celda estándar de Hanna Instruments 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 pueden requerir un ajuste de la velocidad de agitación.

8.1.3.3. ENTRADA DE LA TASA DE DERRIVA DE FONDO

Esta opción permite elegir entre la determinación automática de la tasa de deriva del **HI934** o la asignación de un valor fijo para que el titulador lo utilice como tasa de deriva.
La principal ventaja de omitir la función de tasa de deriva automática es el ahorro de tiempo. Esto resulta adecuado al titular muestras con alto contenido de agua, donde la tasa de deriva es demasiado baja como para afectar los resultados de la titulación, o en situaciones de diagnóstico donde no resulta ventajoso esperar a que el **HI934** realice un análisis de la tasa de deriva.

8.2. LA MUESTRA

8.2.1. PROCEDIMIENTO DE MUESTREO ADECUADO

Un muestreo adecuado es esencial para determinar con precisión el contenido de agua de materiales a granel, especialmente con muestras no homogéneas. Muchos métodos estándar detallan instrucciones para garantizar un muestreo adecuado.
Como regla general, se deben seguir las siguientes pautas:

- La muestra debe ser representativa. El contenido de agua de la muestra tomada es igual al contenido de agua promedio del material a granel.
- Evite exponer las muestras a los efectos contaminantes de la humedad atmosférica. Tome las muestras lo antes posible y protéjalas durante el transporte o almacenamiento.
- Tome muestras del interior de los materiales a granel. Las superficies de los materiales higroscópicos pueden contener niveles de humedad más altos que el resto del material. Las superficies de los materiales que liberan agua pueden contener menos agua que el resto del material.
- Tomar muestras grandes de materiales a granel resultará en una muestra más representativa.

8.2.2. DETERMINACIÓN DEL TAMAÑO ÓPTIMO DE MUESTRA

El **HI934** titula de forma óptima en un rango de 0.5 a 2.0 mg de agua por muestra. Idealmente, el tamaño de la muestra se ajustaría para que siempre se mantuviera dentro de este rango, pero resulta impráctico añadir muestras de gran tamaño, como se requeriría para concentraciones de 500 ppm o inferiores. Intentar añadir más de 10 g de muestra aumenta la probabilidad de obtener resultados erróneos, ya que la muestra altera significativamente la composición del reactivo. Además, el recipiente de titulación se llenará rápidamente después de un par de titulaciones si el tamaño de la muestra es de 10 g. Para muestras inferiores a 500 ppm, el tamaño de la muestra debe ser un equilibrio entre la precisión de la titulación (mayor tamaño de muestra) y la economía (menor desperdicio de reactivo). La siguiente tabla muestra el tamaño de muestra recomendado según el contenido de humedad:

Contenido Agua	1 ppm	20 ppm	100 ppm	250 ppm	1000 ppm	1%	5%
Tamaño Muestra	10 g	5 g	3 g	2 g	1 g	0.1 g	0.02 g

8.2.3. MUESTRAS SÓLIDAS

Las muestras sólidas nunca deben analizarse directamente en el recipiente de titulación. Los sólidos aumentan considerablemente el riesgo de obstruir el diafragma del generador, lo que podría causar daños permanentes. Además, abrir el recipiente de titulación para añadir una muestra sólida introduciría una cantidad significativa de humedad, lo que causaría lecturas falsamente altas y aumentaría la deriva entre titulaciones. Estas muestras deben analizarse mediante extracción o disolución externa.

8.2.4. MUESTRAS LÍQUIDAS

El agua contenida en las muestras líquidas debe estar disponible para reaccionar con el yodo generado. Es importante seleccionar un sistema o mezcla de disolventes con el que la muestra sea miscible.
Los líquidos se añaden típicamente a través del septo del puerto de muestra mediante una jeringa y una aguja, siguiendo estos pasos:

1) Conecte una aguja larga (de aproximadamente 15 cm de largo y calibre 21) a una jeringa lo suficientemente grande como para contener al menos una muestra completa.
2) Enjuague la jeringa y la aguja con la muestra varias veces: extraiga una pequeña porción, extienda completamente el émbolo, agite para cubrir el interior de la jeringa y vacíe la muestra en un recipiente para desechos.
3) Extraiga suficiente muestra con la jeringa para al menos una titulación.
4) Seque el exterior de la aguja con un paño o pañuelo de papel sin pelusa.
5) Determine la masa de la jeringa y la muestra.
6) Inicie una titulación desde el modo de espera presionando el botón Start Analysis.
7) Inserte la aguja a través del tabique del puerto de muestra. Empuje la jeringa a través del tabique hasta que el extremo de la aguja esté aproximadamente a 1 cm de la superficie del disolvente.
8) Dispense el contenido de la jeringa de forma uniforme, asegurándose de que la muestra se introduzca directamente en el disolvente y no salpique la pared del electrodo ni la punta dispensadora del vaso de titulación.
9) Aspire una pequeña cantidad de aire del interior de la celda con la jeringa para asegurarse de que no queden gotas de muestra en la punta de la aguja.
10) Retire la jeringa y la aguja del tabique, teniendo cuidado de que la aguja no toque el disolvente ni otros componentes internos de la celda.
11) Calcule la masa de la muestra añadida a la celda de titulación (reste la masa de la jeringa después de añadir la muestra de la masa de la jeringa antes de añadir la muestra).
12) Introduzca la masa calculada de la muestra en el **HI934**.

Al añadir una muestra líquida con aguja y jeringa, es importante que se introduzca directamente en el disolvente. La muestra que se deposita en las paredes del recipiente o en otros componentes internos de la celda podría no titularse con el resto de la muestra. Es igualmente importante que no queden gotas en la punta de la aguja. Las gotas colgantes terminarán en el fondo del septo. Esto dará lugar a resultados falsos bajos en la determinación.
Las muestras líquidas con alta viscosidad, como la miel, pueden calentarse cuidadosamente para mejorar el flujo a través de la aguja.
En algunos casos, las muestras líquidas pueden requerir pasos preparativos adicionales que se detallan en las secciones siguientes. Se incluyen instrucciones específicas de preparación de muestras con cada método estándar.

8.2.5. TÉCNICAS DE PREPARACIÓN DE MUESTRAS

Si bien muchas muestras pueden introducirse directamente en el recipiente de titulación (ver la sección **5.5. ANÁLISIS DE MUESTRAS**), otras requieren pasos preparativos. Es fundamental que las muestras no se contaminen con agua adicional ni la pierdan durante la fase de preparación. A continuación, se describen los pasos necesarios para las técnicas de preparación de muestras más comunes. Para obtener instrucciones detalladas específicas de cada aplicación, consulte las instrucciones incluidas con los métodos estándar aplicables.
El **HI934** ofrece opciones para el cálculo automático de muestras preparadas de forma normal, mediante extracción y disolución externas.

8.2.5.1 DILUCIONES

Es muy difícil añadir con precisión cantidades muy pequeñas de muestra al recipiente de titulación. Para obtener resultados precisos y reproducibles, las muestras con un contenido de agua superior al 50 % deben diluirse con un disolvente seco antes de introducirlas en el recipiente de titulación. Las diluciones se realizan utilizando la opción de tipo de muestra «disolución externa». El metanol anhidro es el disolvente de elección para las diluciones de muestras. Si la muestra contiene grasas o aceites, se puede utilizar una mezcla de metanol y cloroformo para favorecer su solubilidad.
A continuación, se describe un procedimiento de dilución genérico:

1) Determine la masa de un matraz seco con tapón de septum.
2) Transfiera aproximadamente 1 g de muestra al matraz y mida la masa del matraz y la de la muestra conjuntamente.
3) Añada 30 gramos de disolvente de dilución al matraz. Vuelva a sellar y mezcle el contenido del matraz.
4) Determine el contenido de humedad del disolvente seco utilizado como diluyente en una titulación por separado.
5) Utilice la dilución preparada para el análisis.

8.2.5.2. DISOLUCIÓN EXTERNA

Las disoluciones externas se utilizan para todas las muestras sólidas o de fase mixta que se disuelven en una mezcla de disolventes. La preparación de la muestra y la elección del disolvente o la mezcla de disolventes dependen de cada muestra. Consulte el método estándar aplicable para obtener detalles del procedimiento.
El **HI934** realizará los cálculos necesarios automáticamente al seleccionar "disolución externa" en el menú de tipo de muestra.

8.2.5.3. EXTRACCIÓN EXTERNA

La extracción externa se utiliza para todas las muestras sólidas insolubles.
El **HI934** realizará los cálculos necesarios automáticamente al seleccionar "extracción externa" en el menú de tipo de muestra.
A continuación, se presenta un esquema del procedimiento general:

1) Determine la masa de una botella o matraz de extracción con septum.
2) Añada el disolvente de extracción a la botella y determine la masa de la botella y del disolvente. Para maximizar la eficacia de la extracción, el contenido de agua del disolvente debe ser lo más bajo posible. Al elegir un disolvente de extracción, se debe considerar cuidadosamente el límite de saturación de agua del posible disolvente.
3) Determine el contenido de agua del disolvente.
4) Determine la masa del disolvente restante en la botella de extracción.
5) Añada una muestra finamente triturada al disolvente en la botella de extracción. La cantidad de muestra añadida debe ser lo suficientemente grande como para que la cantidad de agua en la muestra sea mucho mayor que la del disolvente antes de la extracción.
6) Facilite la extracción agitando la solución o colocándola en una placa de agitación o en un sonicador.
7) Deje que la parte insoluble de la muestra se asiente en el fondo de la botella de extracción.
8) Titule una muestra de tamaño apropiado del sobrenadante (solvente por encima de la muestra sólida sedimentada).

8.2.5.4. HOMOGENIZACIÓN

Se recomienda la homogeneización para muestras líquidas no acuosas o de fase mixta, así como para sólidos con distribuciones de agua no homogéneas. El agua se puede distribuir uniformemente en la muestra recolectada mediante el uso de mezcladores de alta velocidad y alto cizallamiento, llamados homogeneizadores.
En muestras no acuosas de fase mixta (aceite y agua), el agua tiende a migrar a la superficie de la solución de muestra, adherirse a las paredes internas o depositarse en el fondo del frasco de muestra. Esto es particularmente problemático cuando el muestreo se realiza a altas temperaturas y la muestra se deja enfriar posteriormente a temperatura ambiente antes del análisis.

Las muestras sólidas suelen presentar distribuciones de agua no homogéneas y, por lo tanto, deben reducirse completamente a polvo u homogeneizarse. El procedimiento de homogeneización depende de las características de cada muestra. La homogeneización es especialmente adecuada para muestras semisólidas y suspensiones, y es el único método que puede alterar las células vegetales y tisulares para liberar el agua presente en su interior. La homogeneización se realiza generalmente externamente en un matraz seco con la adición de un disolvente adecuado, preferiblemente metanol.

8.2.5.5. CALENTAMIENTO

El calentamiento de muestras se utiliza para el análisis de muestras sólidas o líquidas que no se pueden extraer o que interfieren con la reacción de Karl Fischer. Entre ellas se incluyen plásticos, minerales, productos petroquímicos que contienen aditivos y materias primas para productos farmacéuticos.
Las muestras se calientan en un horno especial mientras una corriente seca de gas portador pasa a través de la cámara de muestra o, en el caso de muestras líquidas, de la propia muestra. El gas portador se introduce en el recipiente de titulación.
La temperatura de calentamiento es específica para cada muestra y se puede consultar en los métodos estándar aplicables. Las temperaturas se seleccionan para que sean lo más altas posible sin descomponer la muestra, lo cual puede provocar la contaminación del recipiente de titulación.

8.3. SISTEMA DE REACTIVOS KARL FISCHER

Actualmente existe una amplia variedad de reactivos Karl Fischer en el mercado, cada uno diseñado y formulado para matrices de muestra y condiciones de titulación específicas.
Los sistemas de reactivos coulométricos Karl Fischer constan de un anolito y un catolito. Los reactivos para generadores sin diafragma son sistemas de un solo reactivo. El fabricante del reactivo especificará si un reactivo específico es adecuado para celdas con o sin diafragma (o ambas). Para los reactivos que requieren diafragma, el fabricante también suministrará un catolito adecuado.
Los reactivos comerciales suelen estar formulados para una de las siguientes aplicaciones:

- Uso General
- A base de Etanol
- Cetonas/Aldehídos
- Aceites/Hidrocarburos

Consulte con un fabricante de Métodos Estándar o reactivos para obtener los reactivos adecuados para su aplicación.

8.3.1. ESTÁNDARES DE AGUA

Los estándares de agua se utilizan para verificar el rendimiento del titulador y la técnica del analista. Los estándares de agua son parte integral de las normas ISO 9000, GMP, GLP y las directrices de la FDA para la determinación del agua.
Los estándares de agua están disponibles comercialmente en ampollas selladas de un solo uso. Los valores de concentración suelen ser de 0.1, 1.0 y 10.0 mg/g y están certificados por el fabricante. La coulometría es un método absoluto que no requiere calibración ni determinación del título, pero resulta útil titular ocasionalmente los estándares de agua como comprobación del sistema. Esto confirmará que no existen problemas con la configuración del método, los reactivos, la técnica de adición de la muestra ni la electrónica del titulador.
Procedimiento general con un estándar de agua líquida (ampolla):

1) Configure el titulador según el manual de instrucciones. Asegúrese de que el titulador esté configurado con el mismo reactivo, las mismas condiciones de trabajo, la misma temperatura y la misma configuración que se utilizará en los análisis de muestras posteriores.
2) Seleccione un estándar adecuado que se ajuste al contenido de agua de la muestra.
3) Abra una ampolla de estándar. Enjuague una jeringa con una pequeña porción de estándar.
4) Extraiga el resto del estándar en la jeringa, pese y titule aproximadamente un tercio del estándar en la jeringa.
5) Realice dos titulaciones más con el estándar restante en la jeringa.
6) Revise los resultados en la pantalla de estadísticas de "resultados promedio". La concentración promedio del estándar debe estar dentro del rango especificado en el Certificado de Análisis proporcionado por el fabricante. No debe haber una variabilidad excesiva entre cada resultado.

9. ACCESORIOS

9.1. ANOLITO PARA CÉLULAS CON Y SIN DIAFRAGMA

Honeywell®	HYDRANAL™ - Coulomat AG (Número Catálogo 34836)
	HYDRANAL™ - Coulomat E (Número Catálogo 34726)
GFS Chemicals®	Watermark® - Solución Vessel, Libre de Piridina (Número Catálogo 1612)

9.2. ANOLITO PARA CÉLULAS CON DIAFRAGMA

Honeywell®	HYDRANAL™ - Coulomat A (Número Catálogo 34807)
	HYDRANAL™ - Coulomat AG-H (Número Catálogo 34843)
	HYDRANAL™ - Coulomat AK (Número Catálogo 34820)
	HYDRANAL™ - Coulomat Oil (Número Catálogo 34868)
GFS Chemicals®	Watermark® - Solución Vessel, sin CFC (Número Catálogo 1607)
	Watermark® - Solución Vessel, para Cetonas y Aldehídos (Número Catálogo 1619)
	Watermark® - Solución Vessel, para Aceites (Número Catálogo 5202)
	Watermark® - Solución Vessel, a Base de Piridina (Número Catálogo 1622)
JT Baker®	HYDRA-POINT® - Solución Vessel, Libre de Piridina (Número Catálogo 6280)
	HYDRA-POINT® - Solución Vessel, sin CFC (Número Catálogo 6284)
	HYDRA-POINT® - Solución Vessel, para Cetonas y Aldehídos (Número Catálogo 6283)

9.3. ANOLYTE FOR CELLS WITHOUT DIAPHRAGM

Honeywell®	HYDRANAL™ - Coulomat AD (Número Catálogo 34810)
GFS Chemicals®	Watermark® - Solución Vessel, Sin Cloroformo (Número Catálogo 1671)
JT Baker®	HYDRA-POINT® - Solución Vessel, Libre Cloroformo y Piridina (N. Catálogo 6285)

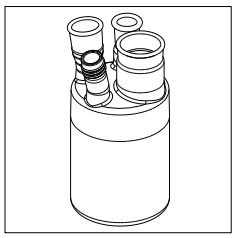
9.4. CATOLITO PARA CÉLULAS CON DIAFRAGMA

Honeywell	HYDRANAL™ - Coulomat CG (Número Catálogo 34840)
	HYDRANAL™ - Coulomat CG-K (Número Catálogo 34821)
GFS Chemicals®	Watermark® - Solución Generadora, Base Piridina (Número Catálogo 1623)
	Watermark® - Solución Generadora, Libre de Piridina (Número Catálogo 1613)
	Watermark® - Solución Generadora, Universal (Número Catálogo 2321)
JT Baker®	HYDRA-POINT® - Solución Generadora, Libre de Piridina (Número Catálogo 6281)
	HYDRA-POINT® - Solución Generadora, Universal (Número Catálogo 6286)

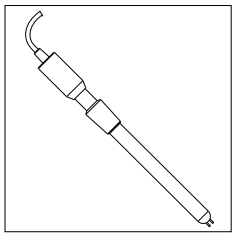
9.5. ESTÁNDARES DEL AGUA

Honeywell®	HYDRANAL™ - Estándar del Agua 1.0 (úmero Catálogo 1 34828)
	HYDRANAL™ - Estándar del Agua 0.1 (úmero Catálogo 1 34847)

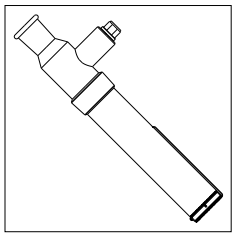
9.6. COMPONENTES DEL TITULADOR



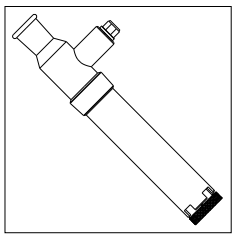
Recipiente de Titulación (Solo Vidrio)
HI900561



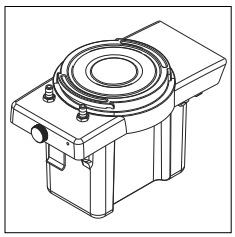
Electrodo Detector
HI76330



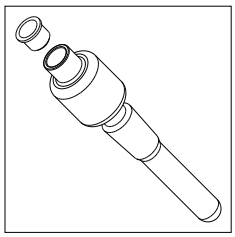
Electrodo Generador con Diafragma
HI900511



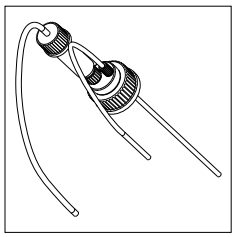
Electrodo Generador sin Diafragma
HI900512



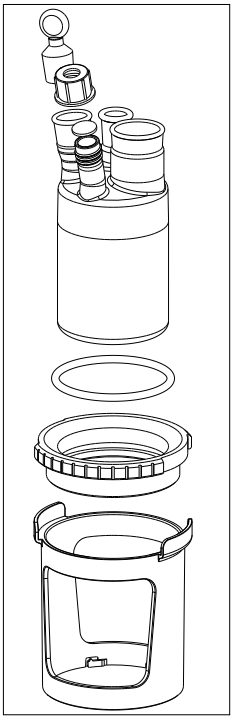
Bomba de Aire y Agitador Magnético para HI933/ HI934
HI930180



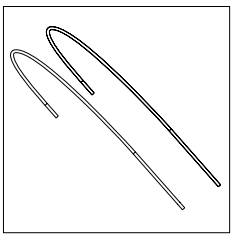
Cartucho Desecante para Electrodos de Generador
HI900564



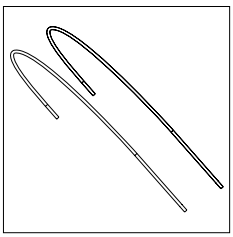
Conjunto de Tapa de Botella (con Tamices Moleculares)
HI900537



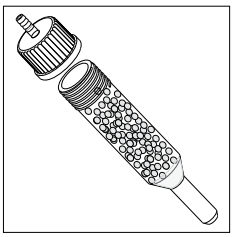
Conjunto del Recipiente del Titulador
HI930560



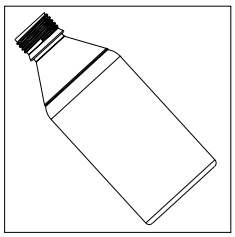
Tubos para Manipulación de Disolventes/Residuos (2 Uds.) **HI900535**



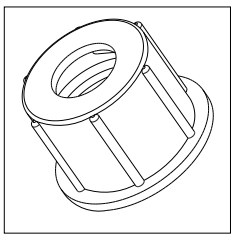
Tubo para Bomba de Aire (2 Uds.) **HI900536**



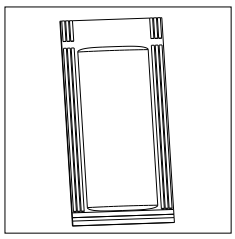
Cartucho Desecante para Botellas de Reactivos/ Desechos
HI900538



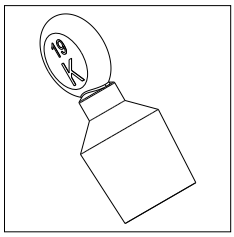
Botella de Desechos
HI900534



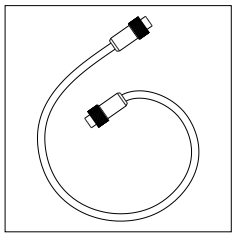
Tapón GL18 de Apertura Superior
HI900566



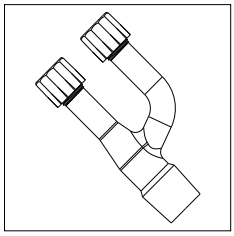
Grasa para Juntas de Vidrio
HI900543



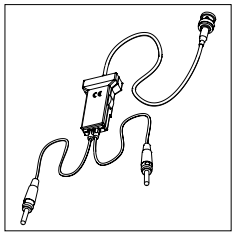
Tapón de Vidrio, Cono Estándar 19
HI900563



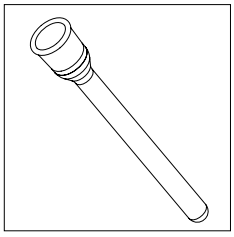
Cable del Generador
HI900931



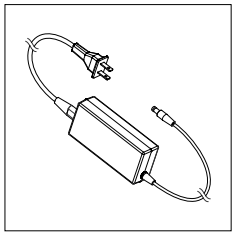
Adaptador de Intercambio de Reactivos
HI900568



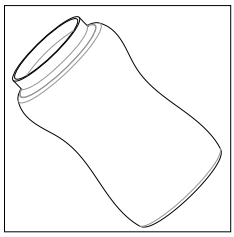
Tecla Calibración
HI900940



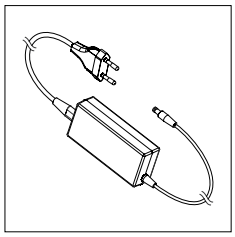
Soporte del Adaptador de Reactivos
HI930182



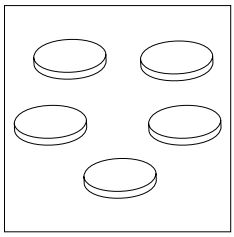
Adaptador de Corriente (Enchufe de EE. UU.)
HI900946



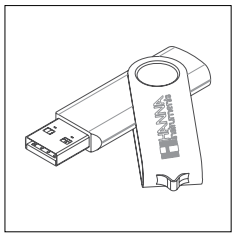
Tamices Moleculares, 150 g
HI900551



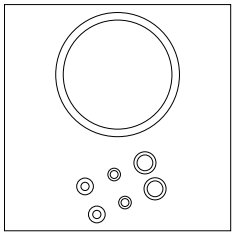
Adaptador de Corriente (Enchufe Europeo)
HI900947



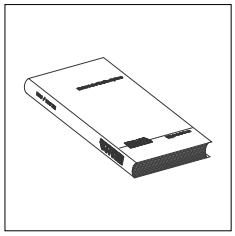
Septo (5 Uds.)
HI900567



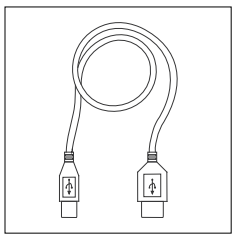
Unidad Flash USB
HI930900U



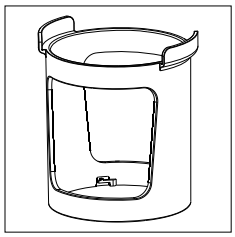
Set O-Rings
HI900542



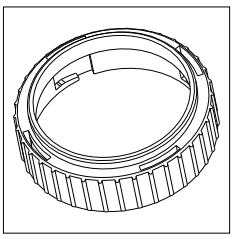
Manual de Instrucciones Binder
HI930804



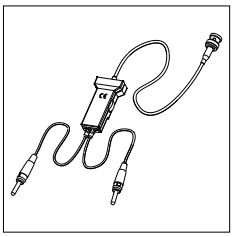
Cable USB
HI920013



Porta Vasos para HI933 **HI930525**



Anillo de Bloqueo para Vaso de Precipitados del HI933 **HI930521**



Cable de Calibración del Generador del HI934
HI930939

PARTE 3:

APLICACIONES

VALIDACIÓN DEL TITULADOR HI9001EN CON ESTÁNDAR DE AGUA DE 1.0 mg/g

DESCRIPCIÓN

Método para la validación de la precisión del titulador. Los resultados deben estar dentro de los límites de incertidumbre especificados por el fabricante del estándar. Los resultados se expresan en **mg/g**.

ELECTRODO

- HI76330 Electrodo de Doble Pin de Platino
- HI900517 Generador con Diafragma

-o-

- HI900512 Generador sin Diafragma

REACTIVOS

- Reactivo Coulométrico Karl Fischer de Uso General
- Estándar de Agua Líquida de 1.0 mg/g

ACCESORIOS

- Jeringa de 3 ml (limpia y seca)
- Aguja de penetración con septum de calibre 22 y 6" (limpia y seca)
- Botella de disolvente, rosca GL45

PREPARACIÓN DEL DISPOSITIVO

- Conecte el conjunto de la tapa de la botella de reactivo a la botella de reactivo según las instrucciones.
- Monte el vaso de titulación según las instrucciones.
- Presione Select Method desde la pantalla principal. Use las teclas de flecha para resaltar *HI9001EN Validación - 1.0 mg/g Std* y presione Select.
- Dispense suficiente reactivo del frasco para llenar el recipiente hasta la línea "mín." (aproximadamente 75 ml).
- Presione la tecla start stop para pre titular el reactivo y la humedad del recipiente de titulación. Deje que la velocidad de deriva de fondo se estabilice antes de continuar con el siguiente paso.

ANÁLISIS

- Llene la jeringa y la aguja con el estándar. El estándar sobrante que quede en la ampolla debe desecharse para evitar la contaminación por agua atmosférica.
- Pese la jeringa, la aguja y el estándar.
- Presione Start Analysis. Se le pedirá que ingrese el tamaño de la muestra.
- Dispensar 1.00 g (aproximadamente 1 mL) de estándar en el vaso de titulación a través del septo usando la aguja.
- Procurar que no caiga nada de estándar en el electrodo ni en las paredes del vaso. Si es necesario, agitar suavemente el vaso de titulación con la mano para retirar cualquier resto de estándar del electrodo o de la pared del vaso.
- Limpiar la aguja del estándar residual aspirando un poco de aire del vaso de titulación. Si se observa una gota de estándar en el extremo de la aguja, sumergirla brevemente en el reactivo.
- Retirar la aguja del vaso de titulación y pesar la jeringa de nuevo para determinar la masa del estándar añadido (por diferencia de las dos mediciones).
- Utilizar el teclado numérico para introducir el peso exacto y pulsar la tecla enter para iniciar el análisis.
- Al finalizar la titulación, se muestra la pantalla **Resultado del Análisis de la Muestra**. Los resultados se expresan en **mg/g**.

PARÁMETROS DEL MÉTODO

Nombre: Validación: 1.0 mg/g Est.
Revisión Método: 1.0
Tipo: Coulométrico KF
Tiempo Agitación Pre Análisis: 5 Seg.
Velocidad Agitación: 900 RPM
Tipo Barra Agitadora: Medio
Entrada de Deriva: Automático
Reactivo: Propósito General
Parámetros de Muestra:
  Determin. Muestra: Normal
  Nombre Muestra: Muestra Predeterminada
  Tipo Muestra: Masa
  Tamaño Muestra: 1.0000 g
Parámetros de Control:
  Velocidad Titulación: Auto
  Corriente Impuesta: 2 uA
  Valor Punto Final: 100.0 mV
  Modo Corriente Generador: Auto
  Promedio de Señal: 2 Lecturas
Parámetros de Terminación:
  Duración Máxima: 1200 seg.
  Máxima Titulación de Agua: 20.000 mg
  Criterio Término: Deriva Relativa
  Deriva Relativa: 5.0 µg/min
Unidad Resultados: mg/g
Cifras Significativas XXXXX

CÁLCULOS

Agua Titulada: H_2O (ug)
Unidades Resultados Finales: mg/g
Masa Muestra: 1.0000 g

$$mg/g = \frac{water\ (\mu g)}{1.0000\ g} \times \left(\frac{1\ mg}{1000\ \mu g}\right)$$

RESULTADOS

Nombre Método: Validación- 1.0mg/g Est.
Fecha y Hora: Abr 03, 2019 12:00
Tamaño Muestra: 0.9412 g
Valor Deriva: 0.8 ug/min
Agua Titulada: 950.02 ug
Resultado: 1.0078 mg/g
Duración Titulación: 1:53 [mm:ss]
Tipo Electrodo Generador: HI900512
Titulación Completada
Nombre del Operador:
Firma Analista:_____

HI9301EN DETERMINACIÓN DE HUMEDAD EN DISOLVENTES

para disolución o extracción externa

DESCRIPCIÓN

Método para la determinación de la humedad en disolventes de extracción/disolución. Los disolventes deben tener una concentración inferior a 1.00 mg/g; las sustancias con un contenido de agua muy bajo pueden requerir disolventes con una concentración inferior a 0.100 mg/g. Los resultados se expresan en **ppm**.

ELECTRODO

- HI76330 Electrodo de Doble Pin de Platino
- HI900517 Generador con Diafragma

-o-

- HI900512 Generador sin Diafragma

REACTIVOS

- Reactivo Coulométrico Karl Fischer de Uso General

ACCESORIOS

- Jeringa de 1 ml (limpia y seca)
- Aguja de penetración con septum de 6" y calibre 22 (limpia y seca)
- Botella de disolvente, rosca GL45

PREPARACIÓN DEL DISPOSITIVO

- Conecte el conjunto de tapa de la botella de reactivo a la botella de reactivo según el manual.
- Ensamble el recipiente de titulación según el manual de instrucciones.
- Pulse Select Method en la pantalla principal. Use las flechas para resaltar *HI9301EN Humedad en el Disolvente* y pulse Select.
- Dispensar suficiente metanol de la botella de reactivo para llenar el recipiente hasta la línea “mín.” (aproximadamente 75 ml).
- Pulse la tecla start stop para pre titular el disolvente y la humedad del recipiente de titulación. Deje que la velocidad de deriva de fondo se estabilice antes de continuar con el siguiente paso.

ANÁLISIS

- Prepare un recipiente de extracción/disolución con disolvente y agite (consulte el método correspondiente para conocer la cantidad adecuada de disolvente y el tiempo de agitación).
- Deje de agitar el disolvente en el recipiente de extracción/disolución.
- Llene la jeringa y la aguja con el disolvente de extracción/disolución.
- Pese la jeringa, la aguja y el disolvente.
- Presione Start Analysis. Se le pedirá que ingrese el tamaño de la muestra.
- Dispensar 1.00 g de disolvente en el vaso de titulación a través del septo usando la aguja.
- Procurar que la muestra no entre en contacto con el electrodo ni con las paredes del vaso. Si es necesario, agitar manualmente el vaso de titulación para eliminar cualquier resto de disolvente del electrodo o de la pared del vaso.
- Limpiar la muestra residual de la aguja tomando una pequeña cantidad de aire del vaso de titulación. Si se observa una gota de disolvente en el extremo de la aguja, sumergirla brevemente en el disolvente.
- Retirar la aguja del vaso de titulación y pesar de nuevo la jeringa para determinar la masa de muestra añadida (por diferencia de las dos mediciones).
- Utilizar el teclado numérico para introducir el peso exacto y pulsar la tecla enter para iniciar el análisis.
- Al finalizar la titulación, se muestra la pantalla **Resultado del Análisis de la Muestra**. Los resultados se expresan en **ppm** de agua.

PARÁMETROS DEL MÉTODO

Nombre:	Humedad en Disolvente
Revisión Método:	1.0
Tipo:	KF Coulométrico
Tiempo Agitación Pre Análisis:	5 Seg.
Velocidad de Agitación:	900 RPM
Tipo de Barra Agitadora:	Media
Entrada de Deriva:	Automática
Reactivo:	Uso General
Parámetros de Muestra:	
Determin. Muestra:	Normal
Nombre Muestra:	Muestra predeterminada
Tipo Muestra:	Masa
Tamaño Muestra:	0.3055 g
Parámetros de Control:	
Velocidad de Titulación:	Auto
Corriente Impuesta:	2 uA
Valor Punto Final:	100.0 mV
Modo Corriente Generador:	Auto
Promedio de Señal:	2 Lecturas
Parámetros de Terminación:	
Duración Máxima:	1200 seg.
Máxima Titulación de Agua:	10.000 mg
Criterio del Término:	Deriva Relativa
Deriva Relativa:	3.0 ug/min
Unidad del Resultado:	ppm
Cifras Significativas	XXXXX

CÁLCULOS

Agua Titulada:	H_2O (ug)
Unidades Resultados Finales:	ppm
Masa Muestra:	1.0000 g

$$ppm = \frac{water\ (\mu g)}{1.0000\ g}$$

RESULTADOS

Nombre Método:	Humedad en Disolvente
Fecha y Hora:	Abr 03, 2019 12:00
Tamaño Muestra:	0.9165 g
Valor Deriva:	5.2 µg/min
Agua Titulada:	213.45 µg
Resultado:	598.31 ppm
Duración Titulación:	3:55 [mm:ss]
Tipo Electrodo Generador:	HI900512

La titulación se Completó.
Nombre del Operador:
Firma del Analista:_____

HI9901EN ÍNDICE DE BROMO DE HIDROCARBUROS AROMÁTICOS

Adaptación de la Norma ASTM D1492-08

DESCRIPCIÓN

Método para la determinación del índice de bromo en sustancias reactivas al bromo. Este método se aplica generalmente a hidrocarburos aromáticos con trazas de olefinas (alquenos) y con índices de bromo inferiores a 1000. Para muestras con un índice de bromo superior a 1000, se recomienda diluir la muestra con un disolvente adecuado. Los resultados se expresan en **mg (Br)/100g.**

ELECTRODO

- HI76330 Electrodo de Doble Pin de Platino
- HI900517 Generador con Diafragma

-o-

- HI900512 Generador sin Diafragma

REACTIVOS

- Reactivo de Índice de Bromo Coulométrico sin Mercurio

ACCESORIOS

- Jeringa de 1 ml (limpia y seca)
- Aguja de penetración de calibre 22, 6" con septum sin núcleo (limpia y seca)
- Botella de disolvente, rosca GL45

PREPARACIÓN DE REACTIVOS

- Prepare 200 ml de solución de bromuro de potasio de 119 g/l, añada 23.8 g de bromuro de potasio a un matraz aforado de 200 ml, añada aproximadamente 125 ml de agua, agite hasta su disolución y complete el volumen con agua desionizada o destilada.
- Para preparar 1 L del reactivo, añada 600 mL de ácido acético glacial, 260 mL de metanol y 140 mL de solución de bromuro de potasio de 119 g/L a un matraz aforado de 1 L. Lleve a volumen con agua desionizada o destilada. Transfiera la solución a una botella de reactivo.

PREPARACIÓN DEL DISPOSITIVO

- Conecte el conjunto superior de la botella de reactivo a la botella de reactivo preparado.
- Monte el recipiente de titulación según el manual de instrucciones.
- Pulse Select Method desde la pantalla principal. Use las flechas para resaltar *HI9901EN BrIndex of Aromatics* y pulse Select .
- Dispense suficiente reactivo del frasco para llenar el recipiente hasta la línea "mín." (aproximadamente 100 ml).
- Presione la tecla start stop para pre titular el disolvente y la humedad del recipiente de titulación. Deje que la velocidad de deriva de fondo se estabilice antes de continuar con el siguiente paso.

ANÁLISIS

- Llene y pese la jeringa y la aguja con la muestra.
- Presione Start Analysis. Se le pedirá que ingrese el tamaño de la muestra.
- Introduzca el índice de bromo estimado. El titulador recomendará el tamaño de muestra óptimo para añadir al vaso de titulación. Dispense la cantidad obtenida del tamaño de muestra óptimo en el vaso de titulación a través del septo con la aguja. Tenga cuidado de no dejar ninguna muestra en contacto con el electrodo ni con las paredes del vaso. Si es necesario, agite el vaso de titulación para eliminar cualquier residuo de estándar en el electrodo o la pared del vaso.
- Limpie la muestra residual de la aguja tomando una pequeña cantidad de aire del vaso de titulación. Si observa una gota de muestra en el extremo de la aguja, sumérjala brevemente en el disolvente.
- Retire la aguja del vaso de titulación y pese de nuevo la jeringa para determinar la masa de muestra añadida (por diferencia de las dos mediciones).
- Utilice el teclado numérico para introducir el peso exacto y pulse la tecla enter para iniciar el análisis.
- Al finalizar la titulación, se mostrará la pantalla **Resultado del Análisis de la Muestra**. Los resultados se expresan en **mg (Br)/100 g.**

PARÁMETROS DEL MÉTODO

Nombre:	Índice Br de Aromáticos
Revisión del Método:	1.0
Tipo:	Índice de Bromo
Tiempo Agitación Pre Análisis:	30 Seg.
Velocidad de Agitación:	1600 RPM
Tipo de Barra Agitadora:	Medio
Entrada de Deriva:	Automática
Reactivo:	Reactivo Índice Br
Parámetros de Muestra:	
Determinación Muestra:	Normal
Nombre Muestra:	Muestra predeterminada
Tipo Muestra:	Masa
Tamaño Muestra:	0.5000 g
Parámetros de Control:	
Velocidad Titulación:	Lenta
Corriente Impuesta:	10 uA
Valor Punto Final:	300.0 mV
Modo Corriente Generador:	Auto
Promedio de Señal:	2 Lecturas
Parámetros de Terminación:	
Duración Máxima:	2400 sec
Máximo Consumo de Bromo:	25.0 mg
Criterio de Terminación:	Punto Final mV
Tiempo Estabilidad Punto Final:	40 seg.
Unidad de Resultado:	mg/100g
Cifras Significativas	XXXXX

CÁLCULOS

Bromo Consumido:	Br(mg)
Unidades Resultados Finales:	mg/100g
Masa de la Muestra:	1.0000 g

$$mg/100\ g = \frac{bromine\ (mg)}{1.0000\ g} \times 100$$

RESULTADOS

Nombre Método:	Índice Br de Aromáticos
Fecha y Hora:	Abr. 03, 2019 12:00
Tamaño Muestra:	0.4978 g
Bromo Consumido:	1.609 mg
Resultado:	323.33 mg/100g
Duración Titulación:	4:36 [mm:ss]
Tipo de Electrodo Generador:	HI900512

La Titulación llegó a su Finalización

Nombre del Operador:

Firma del Analista:_____

PARTE 4:

TEORÍA DE LA TITULACIÓN

1. TEORÍA DE LA TITULACIÓN

1.1. INTRODUCCIÓN A LAS TITULACIONES

Una titulación es un procedimiento cuantitativo y volumétrico utilizado en química analítica para determinar la concentración de un analito (la especie que se mide) en solución. La concentración del analito se determina añadiendo lentamente un titulante (reactivo) a la solución. A medida que se añade el titulante, se produce una reacción química entre este y el analito. Las reacciones de titulación son relativamente rápidas y sencillas, y pueden expresarse mediante una ecuación química. La reacción de titulación continúa a medida que se añade el titulante hasta que se consume todo el analito y este reacciona completa y cuantitativamente con él.

El punto en el que todo el analito ha reaccionado se denomina punto de equivalencia, también conocido como punto final teórico o estequiométrico. Este punto se acompaña de un cambio físico abrupto en la solución, que define claramente el punto final de la reacción. El cambio físico asociado con el punto final de la titulación puede ser producido por el titulante o un indicador y puede detectarse visualmente o mediante otra medición física.

Las titulaciones no pueden utilizarse para determinar la cantidad de todos los analitos.

La reacción química entre el titulante y el analito debe cumplir cuatro requisitos:

- La reacción debe ser rápida y ocurrir aproximadamente un segundo después de añadir el titulante.
- La reacción debe completarse.
- La reacción debe tener una estequiometría (relaciones de reacción) bien conocida.
- Un punto final o punto de inflexión conveniente.

Las titulaciones son muy precisas y ofrecen numerosas ventajas sobre los métodos alternativos. Se realizan rápidamente y requieren aparatos e instrumentación relativamente sencillos.

1.2. USOS DE LAS TITULACIONES

Las titulaciones se pueden utilizar en numerosas aplicaciones, entre ellas:

- Contenido de acidez en efluentes vegetales, alimentos (p. ej., queso y vino), baños de galvanoplastia y grabado, productos petrolíferos e industria farmacéutica.
- Contenido de bases en fertilizantes (que contienen amoníaco), lejía y minerales.
- Dureza del agua.
- Contenido metálico en aleaciones, minerales, menas, arcillas, aguas, baños de galvanoplastia, pinturas, papel, materiales vegetales, fluidos biológicos y productos petrolíferos.
- Contenido de humedad en alimentos, petroquímicos, productos farmacéuticos y plásticos.
- Concentraciones de reactivos redox como cloro disponible en agua potable, peróxido, trazas de oxidantes y reductores en alimentos, reductores en agua de calderas a alta temperatura o presión, análisis de vitaminas.

1.3. VENTAJAS Y DESVENTAJAS DE LAS TITULACIONES

Algunas ventajas de las titulaciones como técnica analítica son:

- Resultados más precisos que muchos métodos instrumentales, como la medición por electrodo, con una precisión de hasta el 0.1 %.
- Métodos sencillos, costes de inversión razonables y fácil formación.
- Adecuación para medir los componentes principales de una mezcla o producto.
- La automatización puede reducir el tiempo y la mano de obra dedicados a cada análisis.

Algunas desventajas de las titulaciones son:

- El tiempo que lleva preparar estándares y titulantes.
- Se requiere una buena técnica para obtener resultados precisos (se requiere capacitación y práctica).
- No es adecuado para determinar trazas o componentes menores de una mezcla o producto.
- Rango dinámico limitado; puede requerir preparaciones adicionales de la muestra (dilución) y análisis repetidos.

2. TIPOS DE TITULACIONES

2.1. TITULACIONES SEGÚN EL MÉTODO DE MEDICIÓN

2.1.1. TITULACIONES AMPEROMÉTRICAS

Una titulación amperométrica se realiza colocando dos electrodos (a menudo un electrodo selectivo de iones metálicos y un electrodo de referencia) en la solución de muestra, manteniendo el potencial del electrodo metálico a un voltaje seleccionado. La corriente que fluye, debido a la oxidación o reducción de un reactivo o producto, se grafica en función del volumen de titulante para obtener la curva de titulación y localizar el punto de equivalencia. Los cambios en la corriente se deben a cambios en la concentración de una especie específica (que se oxida o reduce en el electrodo).

Generalmente, la reacción entre el analito y el titulante forma una nueva especie. Dependiendo de la titulación, los reactivos son electroactivos y los productos no, o viceversa. Las curvas de titulación amperométrica se ven como dos líneas rectas que se intersecan en el punto de equivalencia; esto se debe al cambio en la electroactividad de la solución. Muchos iones metálicos pueden titularse amperométricamente mediante una reacción de precipitación, complexación o redox. Algunos iones metálicos y especies que pueden determinarse 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 amperométricas y sus puntos finales. En la gráfica **A**, el analito es electroactivo y genera corriente, pero la especie reaccionada no. En la gráfica **B**, el reactivo no es activo, pero el titulante sí. En la gráfica **C**, tanto el analito como el titulante son activos y ambos generan corriente. La gráfica **D** muestra la misma situación que en la gráfica **B**; sin embargo, la corriente tiene un signo opuesto (el titulante se reduce).

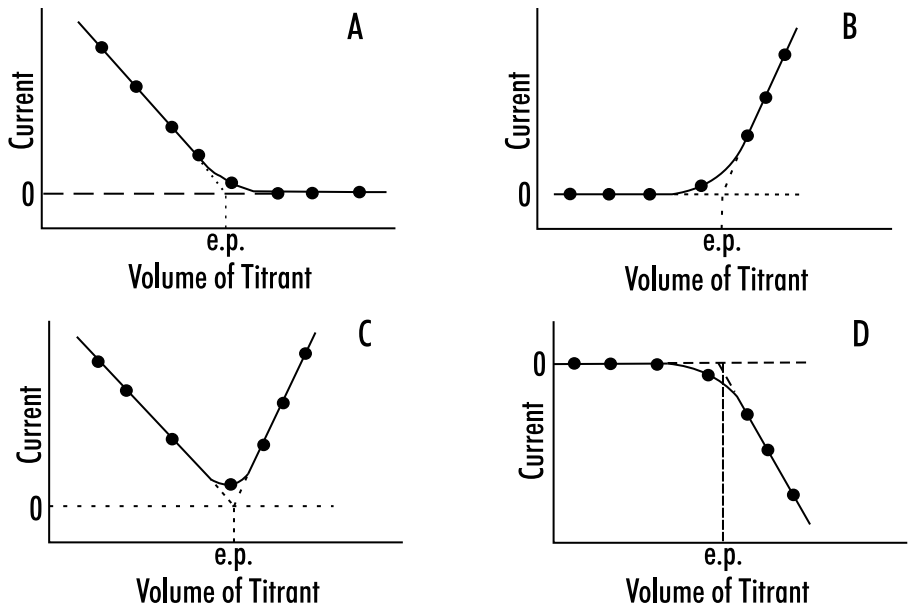


Figura 1

2.1.2. TITULACIONES POTENCIOMÉTRICAS

Las titulaciones potenciométricas se realizan midiendo el voltaje en la solución mediante un sistema de electrodos. Un sistema de electrodos consta de un electrodo indicador y un electrodo de referencia. A medida que se añade el titulante, se monitorizan las variaciones de potencial del electrodo indicador con respecto al electrodo de referencia para mostrar el progreso de la titulación. La potenciometría es la medición de un potencial en condiciones de flujo de corriente cero. El potencial medido puede utilizarse para determinar la magnitud analítica de interés, generalmente la concentración de un componente de la solución de analito.

El potencial que se desarrolla en la celda electroquímica es el resultado del cambio de energía libre que ocurriría si los fenómenos químicos continuaran hasta alcanzar el equilibrio.

Existen muchos tipos de titulaciones en las que se puede utilizar la potenciometría, por ejemplo, electrodos de pH para titulaciones ácido-base, electrodos de ORP de platino para titulaciones redox, electrodos selectivos de iones, como los de cloruro o fluoruro para una titulación iónica específica, y electrodos de plata para titulaciones argentométricas (basadas en plata).

2.1.3. TITULACIONES ESPECTROFOTOMÉTRICAS

El nombre proviene del método utilizado para detectar el punto final de la titulación, no su composición química. Para muchas titulaciones se dispone de indicadores de color intenso que cambian de color durante el transcurso de la titulación. Se pueden obtener datos más precisos sobre la curva de titulación si se monitoriza la absorción de luz instrumentalmente mediante una fuente de luz, un monocromador simple y un fotodetector, en lugar de determinar visualmente el cambio de color o de absorción de luz. La absorción de luz por un indicador o por uno de los reactivos o productos puede utilizarse para monitorizar la titulación.

La **Figura 2** muestra dos curvas de titulación. En la gráfica **A**, se monitoriza la absorción de un complejo metal-indicador. La absorción es constante mientras el metal forma complejo con el titulante EDTA. El complejo metal-indicador se desprendió, lo que provocó una ruptura brusca en la curva de titulación. El punto donde todo el metal forma complejo y se desprendió del indicador es el punto de equivalencia. Este punto está marcado con "e.p." en la gráfica.

En la segunda curva de titulación, la gráfica **B**, se mide el complejo metálico mientras se titula con EDTA. El nuevo complejo que se forma no está coloreado ni absorbe la luz. La intersección extrapolada de las dos líneas determina el punto de equivalencia.

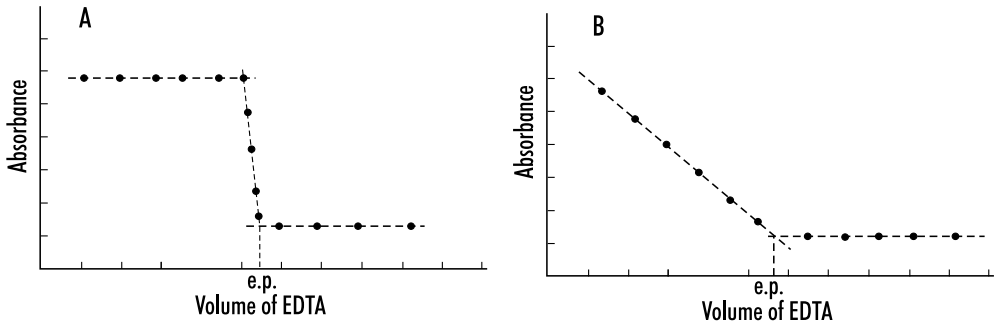


Figura 2

2.2. TITULACIONES SEGÚN EL TIPO DE REACCIÓN

2.2.1. TITULACIONES DE KARL FISCHER

Este método se basa en una reacción química bien definida entre el agua y el reactivo de Karl Fischer. Su composición química proporciona una excelente especificidad para la determinación de agua. El método puede utilizarse para determinar agua libre y ligada en una matriz de muestra. El método de Karl Fischer se considera ampliamente el que produce los resultados más rápidos, precisos y reproducibles, y tiene el mayor rango de concentración detectable, desde 1 ppm hasta el 100 %. La determinación del contenido de agua es uno de los métodos más utilizados en laboratorios de todo el mundo. Conocer el contenido de agua es fundamental para comprender las propiedades químicas y físicas de los materiales y garantizar la calidad del producto. La determinación del contenido de agua se realiza en diversos tipos de muestras, incluyendo productos farmacéuticos y cosméticos, alimentos y productos naturales, compuestos orgánicos e inorgánicos, sustancias químicas, disolventes y gases, productos derivados del petróleo y plásticos, así como pinturas y adhesivos. El método KF es verificable y puede documentarse en su totalidad. Como resultado, la titulación Karl Fischer es el método estándar para el análisis de agua en una multitud de muestras, según lo especificado por numerosas organizaciones, incluidas la Asociación de Químicos Analíticos Oficiales, las Farmacopeas de los Estados Unidos y Europa, ASTM, el Instituto Americano del Petróleo, las Normas Británicas y DIN.

2.2.1.1. HISTORIA DE LAS TITULACIONES DE KARL FISCHER

La determinación de agua mediante la titulación de Karl Fischer se basa en la reacción descrita por Bunsen en 1853, en la que el dióxido de azufre se oxida con yodo en presencia de agua.

$$I_2 + SO_2 + 2\,H_2O \rightarrow 2\,HI + H_2SO_4$$

En su artículo de 1935, "Un nuevo procedimiento para la titulación del agua", Karl Fischer presentó una versión modificada de la reacción de Bunsen, adaptada para determinar el contenido de agua en soluciones no acuosas. Sus titulaciones se realizaron en metanol en presencia de un exceso de dióxido de azufre y piridina para neutralizar los productos ácidos de la reacción y acelerar su finalización.

$$2\,H_2O + SO_2 \bullet (C_5H_5N)_2 + I_2 + 2\,C_5H_5N \rightarrow (C_5H_5N)_2 \bullet H_2SO_4 + 2\,C_5H_5N \bullet HI$$

Dos desarrollos clave han conducido desde entonces a la descripción actualmente aceptada de la reacción de Karl Fischer. En primer lugar, la piridina actúa como un tampón de pH y no participa directamente en la reacción. Esto ha permitido a los formuladores de reactivos sustituir la piridina por bases menos tóxicas que, además, ofrecen rangos de pH que facilitan titulaciones más rápidas y precisas. En segundo lugar, la especie que reacciona con el agua no es el dióxido de azufre, sino el ion monometilsulfito resultante de la reacción entre el dióxido de azufre y el metanol. Posteriormente, los investigadores demostraron que se pueden utilizar alcoholes superiores en lugar del metanol. Por lo tanto, la reacción de Karl Fischer puede describirse mediante la siguiente secuencia de reacción generalizada, en la que las especies H_2O, I_2, SO_2 y RN reaccionan con una estequiometría de 1:1:1:3.

$$ROH + SO_2 + RN \rightarrow (RNH) \bullet SO_3R$$

$$(RNH) \bullet SO_3R + I_2 + H_2O \rightarrow (RNH) \bullet SO_4R + 2(RNH)I$$

La velocidad máxima de la reacción de Karl Fischer se alcanza en un rango de pH de 5.5 a 8, donde todo el dióxido de azufre está disponible como metilsulfito. Si el pH desciende por debajo de 5, la velocidad de reacción disminuye y el punto final de la titulación se vuelve cada vez más difícil de alcanzar. Si el pH supera 8, comienzan a producirse reacciones secundarias entre el yodo y los iones hidróxido o metilato, modificando la estequiometría de la titulación.

Si bien se pueden utilizar disolventes sin alcoholes para el análisis de Karl Fischer, estos también influyen en la estequiometría de la reacción. En ausencia de alcoholes, la reacción se asemeja a la estequiometría de la reacción de Bunsen, donde la relación de consumo de agua a yodo es de 2:1. En disolventes que contienen alcoholes superiores, se pueden observar relaciones desiguales debido a la capacidad relativa de estos para formar el éster de sulfito que reacciona con el agua. Los problemas derivados de la variación de la estequiometría inducida por el disolvente no suelen presentarse durante los análisis de rutina por dos razones. En primer lugar, la estandarización del titulante y el análisis de la muestra se realizan en el mismo medio de titulación y en las mismas condiciones, lo que compensa eficazmente cualquier variación en el comportamiento de la reacción. En segundo lugar, la mayoría de los sistemas de reactivos Karl Fischer están formulados para soportar la estequiometría de la reacción KF estándar.

2.2.1.2. TITULACIONES VOLUMÉTRICAS DE KARL FISCHER

En las titulaciones volumétricas de Karl Fischer, el yodo para la reacción de Karl Fischer se introduce a través del titulante. Este método es adecuado para contenidos de agua elevados, de 100 ppm al 100 %. Los demás componentes de la reacción (dióxido de azufre, base, alcohol) pueden introducirse mediante el titulante (sistema de un componente) o mediante el disolvente (sistema de dos componentes). Los sistemas de reactivos de un componente pueden utilizar un disolvente o una mezcla de disolventes personalizados, ya que todos los componentes de la reacción de Karl Fischer se encuentran en el titulante. Sin embargo, los reactivos de un componente no son muy estables, tienen una vida útil corta y velocidades de titulación más lentas. Los sistemas de reactivos de dos componentes son estables, tienen una vida útil prolongada y velocidades de titulación más rápidas.

2.2.1.3. TITULACIONES COULOMÉTRICAS DE KARL FISCHER

En las titulaciones coulométricas de Karl Fischer, el yodo para la reacción de Karl Fischer se genera electrolíticamente dentro del recipiente de titulación. Este método es adecuado para contenidos de agua bajos, de 1 ppm a 5 %. El generador consta de dos electrodos: un ánodo y un cátodo. La reacción que ocurre en cada uno se puede resumir de la siguiente manera:

Ánodo: $2\ I^- \rightarrow I2 + 2\ e^-$

Cátodo: $2\ RN\text{-}H^+ + 2e^- \rightarrow H_2 + 2\ RN$

El yodo generado en el ánodo reacciona con el agua de la muestra según la reacción de Karl Fischer. La cantidad de agua que reacciona durante una titulación se puede calcular a partir de la carga total que ha pasado por el generador. Según la reacción de Karl Fischer (en disolventes próticos), 1 mol de agua se titula con 1 mol de yodo. Según la reacción anódica anterior, 1 mol de yodo se genera con 2 moles de electrones. La constante de Faraday establece que 1 mol de electrones equivale a 96485 culombios (C) de electricidad. Por lo tanto, 96485 culombios harán que se titule 0.5 moles de agua, o 1 culombio equivale a 93.36 µg de agua.

$$1\ C \times \frac{1\ mol\ e^-}{96485\ C} \times \frac{1\ mol\ I_2}{2\ mol\ e} \times \frac{1\ mol\ H_2O}{1\ mol\ I_2} \times \frac{18.015\ g\ H_2O}{1\ mol\ H_2O} \times \frac{1000000\ \mu g}{1\ g} = 93.36\ \mu g\ H_2O$$

La cantidad de corriente que pasa a través del generador se puede medir con facilidad y precisión mediante la electrónica del titulador. Las titulaciones coulométricas Karl Fischer se consideran absolutas y no requieren estandarización. Los estándares de agua se pueden titular como comprobación del sistema para garantizar su correcto funcionamiento.

2.2.1.3.1. ELECTRODOS DE GENERADOR CON DIAFRAGMA

Los primeros tituladores coulométricos Karl Fischer utilizaban una celda de diafragma. En este diseño, el ánodo y el cátodo del generador están separados por un diafragma, generalmente de vidrio fritado poroso. El diafragma evita que el yodo generado en el ánodo se reduzca en el cátodo, lo que puede causar determinaciones falsas de niveles altos de agua. El compartimento anódico contiene los componentes de la reacción de Karl Fischer (dióxido de azufre, metanol, base) y sales de yoduro para la generación de yodo molecular. El compartimento catódico contiene una fuente de iones de hidrógeno, generalmente sales de amonio.

Las titulaciones con diafragma presentan algunas desventajas. La primera desventaja es la mayor tasa de deriva que se produce debido a la acumulación de humedad dentro del catolito. Dado que la reacción de Karl Fischer solo ocurre en el compartimento anódico, la humedad dentro del catolito no puede eliminarse mediante la pre titulación. En lugar de ser pre titulado, la humedad dentro del catolito se difundirá lentamente a través del diafragma durante el análisis de deriva y el análisis de la muestra, lo que aumentará la tasa de deriva aparente. La segunda desventaja es el riesgo de obstrucción o contaminación del diafragma. Las sustancias en la matriz de la muestra pueden obstruir el diafragma o las sales podrían precipitarse en su interior. Un diafragma obstruido impedirá la migración de iones, lo que, en casos graves, bloqueará la reacción electrolítica del generador. La tercera desventaja es la dificultad de limpieza. El diafragma no absorbe ni drena el fluido rápidamente, lo que hace que la limpieza sea muy laboriosa. El propio compartimento del cátodo tampoco es muy accesible para su limpieza.

2.2.1.3.2. ELECTRODOS DE GENERADOR SIN DIAFRAGMA

Para superar las desventajas de las titulaciones con diafragma, se crearon sistemas de titulación sin diafragma mediante la modificación del diseño del generador y la modificación del reactivo. La superficie del cátodo es mucho menor en comparación con la del ánodo, lo que permite que el yodo generado reaccione antes de llegar al cátodo. El reactivo también se modifica para evitar la formación de compuestos de azufre oxidables.

La titulación sin diafragma ofrece tasas de deriva muy bajas y un mantenimiento sencillo de la celda, pero presenta varias desventajas. En primer lugar, es probable que se produzcan reacciones secundarias, especialmente a velocidades de titulación más lentas. Por lo tanto, las muestras con un contenido de agua muy bajo pueden presentar concentraciones falsamente altas. En segundo lugar, los compuestos que se reducen fácilmente reaccionarán en el cátodo y producirán agua, causando concentraciones falsamente altas. Estos compuestos incluyen compuestos nitrogenados, hidrocarburos insaturados y ciertos metales.

2.2.1.4. INDICACIÓN VISUAL DE LAS TITULACIONES DE KARL FISCHER

Los métodos visuales, originalmente utilizados por Karl Fischer, tienen una aplicación limitada, requieren un alto grado de habilidad y han quedado obsoletos debido a la indicación electrométrica. Para una indicación visual eficaz, las muestras de titulación deben ser incoloras. Además, la coloración de la solución varía entre medios de titulación polares y apolares.

Después del punto de equivalencia de titulación, toda el agua de la solución de titulación ha reaccionado. La siguiente gota de titulante añadida a la solución después del punto de equivalencia contiene yodo, que permanecerá en la solución de titulación. Posteriormente, la concentración de yodo en la solución de titulación aumenta y la solución adquiere un color amarillo y, finalmente, marrón. Es difícil, incluso para un analista experimentado, generar una coloración reproducible del punto final entre titulaciones sucesivas.

2.2.1.5. INDICACIÓN ELECTROMÉTRICA DE LAS TITULACIONES DE KARL FISCHER

La indicación biamperométrica y bivoltamétrica son los dos tipos de métodos de detección electrométrica comúnmente utilizados para la indicación de titulaciones de Karl Fischer. Ambos métodos utilizan un electrodo de doble aguja o de doble anillo de platino para detectar el exceso de yodo en una solución de titulación. Tras el punto de equivalencia de titulación, toda el agua de la solución de titulación ha reaccionado. La siguiente dosis de titulante añadida a la solución contiene yodo, que reacciona en el electrodo según las reacciones que se indican a continuación.

En el cátodo: $I_2 + 2e^- \rightarrow 2I^-$
En el ánodo: $2I^- \rightarrow I_2 + 2e^-$

El exceso de yodo se reduce fácilmente en el cátodo y el yoduro resultante se oxida en el ánodo.
Ambos métodos electrométricos de indicación se basan en el transporte de electrones (corriente) a través de una solución de titulación mediante las reacciones de oxidación-reducción descritas anteriormente. La indicación biamperométrica consiste en monitorizar el flujo de corriente a través de la solución de titulación mientras se aplica un voltaje constante a los elementos de platino del electrodo.
Cuando hay agua en la solución de titulación y no hay exceso de yodo, solo fluye una corriente mínima entre los elementos del electrodo. Tras el punto de equivalencia, cuando hay yodo, el flujo de corriente aumenta a unos pocos µA.
La indicación bivoltamétrica consiste en medir el voltaje necesario para mantener un flujo de corriente constante entre los elementos del electrodo. Se aplica una pequeña corriente continua o alterna, denominada corriente de polarización (Ipol), entre las clavijas o anillos del electrodo, y se mide el voltaje resultante para monitorizar el progreso de la titulación.
Se generan curvas de titulación en forma de L (figura 3) para ambos métodos graficando la corriente o el voltaje del electrodo en función del volumen de titulante añadido durante la titulación.

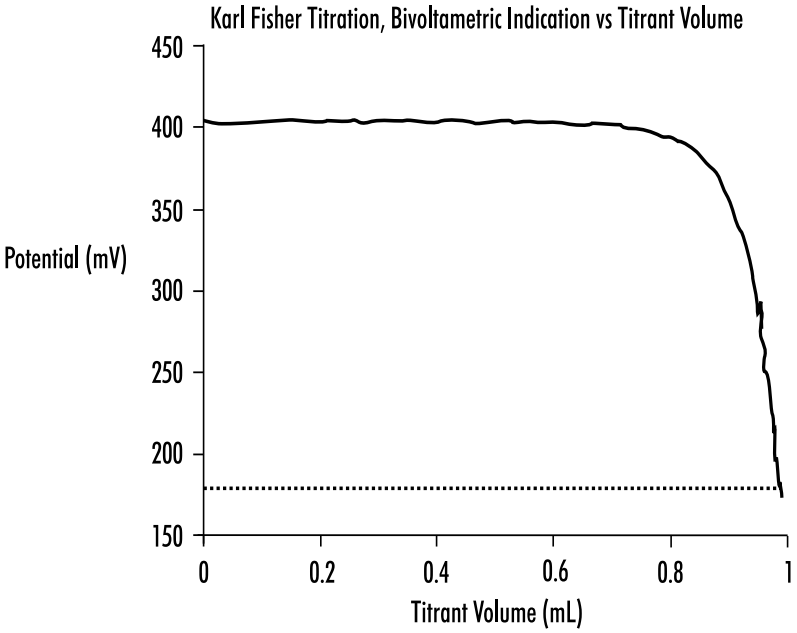


Figura 3

Los métodos electrométricos resultan en una sobretitulación o titulación que supera el punto de equivalencia cuando hay un exceso de yodo en la solución de titulación. La titulación que supera el punto de equivalencia es aceptable por dos razones. En primer lugar, debido a la sensibilidad de los métodos electrométricos, las titulaciones siempre se realizan con el mismo ligero exceso de yodo, lo que resulta en titulaciones altamente reproducibles. En segundo lugar, la precisión de las titulaciones indicadas electrométricamente no se ve afectada por la sobretitulación, ya que el ligero exceso de yodo se ha tenido en cuenta durante la estandarización del titulante.

2.2.2. TITULACIONES ÁCIDO-BASE

Las titulaciones ácido-base son el tipo más común de titulaciones. Se basan en una reacción entre un ácido y una base, una neutralización estequiométrica o el intercambio de protones. Prácticamente todas las titulaciones ácido-base se realizan utilizando un ácido fuerte o una base fuerte como titulante.

El punto final de una titulación realizada con un ácido o una base débil sería difícil de detectar debido a un pequeño cambio de pH en el punto de equivalencia.

Se suelen utilizar indicadores químicos para determinar el punto final. El indicador cambiará de color para indicar que se ha alcanzado el final de la titulación. Al elegir el indicador adecuado, debe seleccionar uno con un pKa lo más cercano posible al punto final de la titulación. La región de cambio de color del indicador suele estar ± 1 unidad de pH alrededor del pKa. La curva de titulación teórica es útil para ilustrar cómo cambiará la solución durante la titulación real y permitir la selección adecuada de un punto final o un indicador.

La **Figura 4** muestra una curva de titulación tradicional. La curva se obtiene graficando el valor de pH frente al volumen de NaOH añadido.

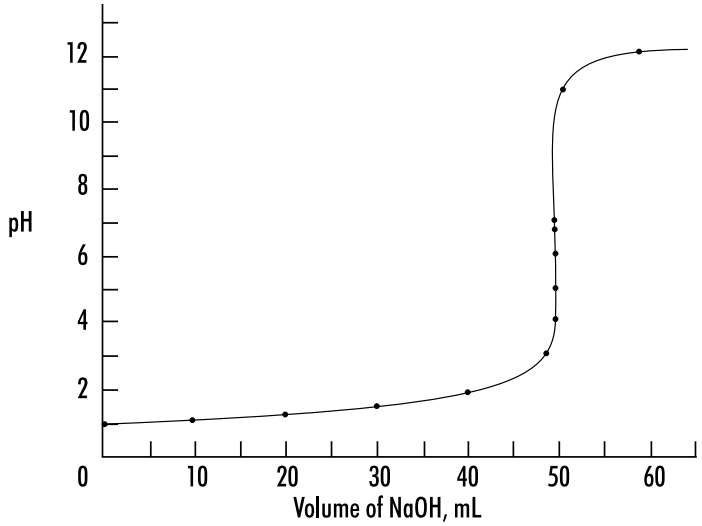


Figura 4

2.2.3. TITULACIONES ARGENTOMÉTRICAS

Las titulaciones argentométricas utilizan plata (nitrato) como titulante y generalmente son titulaciones por 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 argentométricas pueden realizarse con el indicador de Mohr. Una vez que todo el cloruro ha reaccionado, se forma un precipitado rojo de cromato de plata, o bien la titulación puede seguirse fácilmente con un ISE de plata (o un ISE de cloruro para titulaciones de cloruro) y un electrodo de referencia.

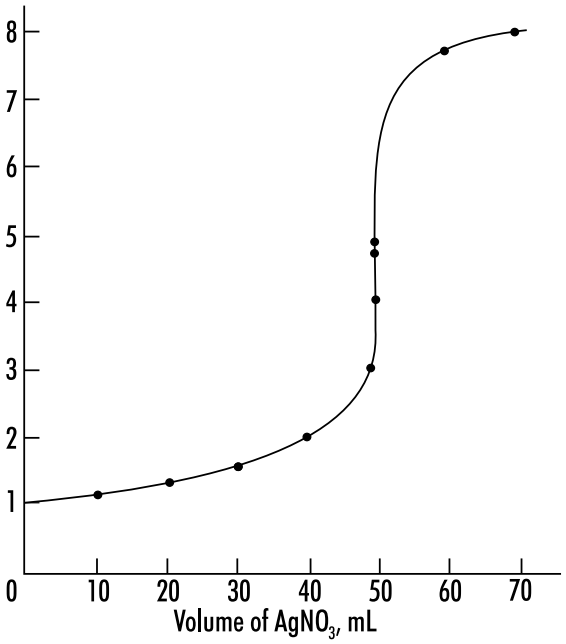


Figura 5

La **Figura 5** muestra la titulación de 50 mL de NaCl 0.1 N con $AgNO_3$ 0.1 N. La señal potenciométrica proviene de un ISE de cloruro y se representa gráficamente como pCl (- log [Cl_3]).

2.2.4. TITULACIONES COMPLEXOMÉTRICAS

Un complejo es una especie donde un ion metálico central está unido covalentemente a uno o más grupos donantes de electrones llamados ligandos. En una titulación complexométrica, los iones metálicos se titulan utilizando un titulante que se une fuertemente a ellos. A menudo, estos titulantes contienen EDTA o CDTA, ligandos polidentados que forman compuestos de coordinación muy estables con los iones metálicos. La reacción de complejación debe ser rápida para ser útil en la titulación directa. Algunos iones metálicos reaccionan demasiado lentamente con el EDTA para una titulación directa.

Se puede utilizar un electrodo indicador que responde al ion metálico para monitorizar el progreso de la titulación. La curva de titulación será similar a la de una titulación potenciométrica habitual. Los indicadores de complexación cambian de color al final del ensayo, ya que todos los iones metálicos son consumidos o complejados por el titulante.

La curva de titulación será similar a una titulación potenciométrica al utilizar un electrodo indicador que responde al ion metálico (ver la **Figura 6**).

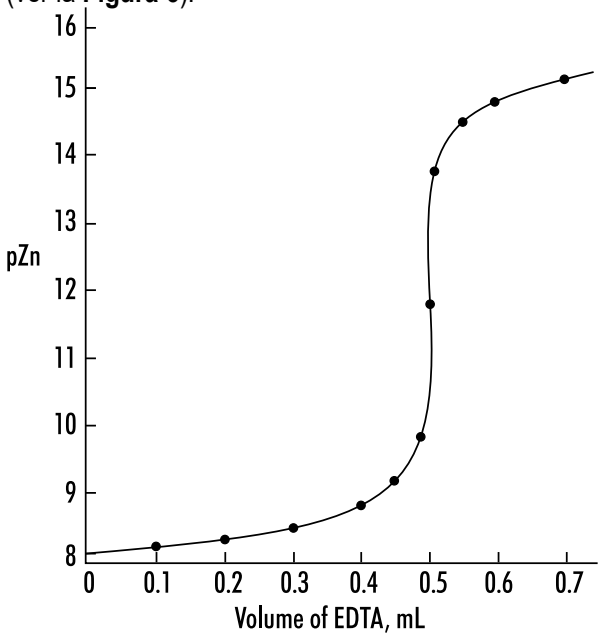


Figura 6

2.2.5. TITULACIONES SELECTIVAS DE IONES

La titulación selectiva de iones más popular es la titulación ácido-base. La concentración de iones hidrógeno se mide y monitoriza específicamente durante el proceso de titulación para localizar el punto de equivalencia. Utilizando un electrodo selectivo de iones (ISE) como electrodo indicador, la señal potenciométrica (en mV) se utiliza para seguir directamente la concentración (o actividad) de un ion específico. Ejemplos de titulaciones ISE incluyen la titulación de fluoruro con un titulante de aluminio mediante un ISE de fluoruro, de cloruro con nitrato de plata mediante un ISE de cloruro, de sodio con un ISE de sodio, etc. El punto de equivalencia se puede determinar graficando el valor de mV frente a la cantidad de titulante añadido.

2.2.6. TITULACIONES ÁCIDO-BASE CON DISOLVENTES NO ACUOSOS

Para la titulación de ácidos y bases muy débiles, es necesario utilizar disolventes no acuosos debido al efecto nivelador inherente que el agua tiene sobre todos los ácidos y bases disueltos en ella. Una amplia variedad de ácidos y bases débiles se pueden titular utilizando disolventes no acuosos. Las mezclas de ácidos o bases a menudo se pueden analizar individualmente en una única titulación secuencial.

2.2.6.1. TITULACIÓN DE ÁCIDOS

Los ácidos débiles con pKa de hasta aproximadamente 11 pueden titularse en disolventes no acuosos. Estos incluyen ácidos carboxílicos, enoles, fenoles, imidas, ácidos sulfónicos y ácidos inorgánicos. El agua o los alcoholes inferiores son adecuados para la titulación de ácidos medios a fuertes (pKa inferior a 5). La titulación de un ácido más débil con un titulante de base fuerte requiere un disolvente menos ácido que el agua o el etanol/metanol. Se ha comprobado que disolventes como la acetona, el acetonitrilo, el alcohol t-butílico, la dimetilformamida, el isopropanol y la piridina funcionan bien para las titulaciones ácido-base de ácidos/bases fuertes, medios y débiles. Los titulantes incluyen hidróxido de potasio alcohólico y diversos alcóxidos de sodio o potasio en una mezcla 10:1 de benceno/metanol. Los mejores titulantes son los hidróxidos de amonio cuaternario (como el hidróxido de tetrabutilamonio) debido a la buena solubilidad de las sales de tetraalquilamonio de los ácidos titulados y la limpia curva de titulación potenciométrica obtenida (ver **Figura 7**).

2.2.6.2. TITULACIÓN DE BASES

Las bases débiles con pKb de hasta aproximadamente 11, que no se ionizan con agua, pueden titularse en disolventes no acuosos. Estas bases incluyen aminas alifáticas y aromáticas, heterociclos nitrogenados básicos, sales ácidas de metales alcalinos y aminas, y muchos otros compuestos orgánicos básicos. Latitulación de una base débil con un titulante ácido fuerte requiere un disolvente básico lo más débil posible. El agua y los alcoholes permiten latitulación de bases de concentración media, como las aminas alifáticas (pKb = 4 a 5), pero no la titulación de bases más débiles, como la piridina (pKb = 8,8). El ácido acético glacial es eficaz para bases débiles y se ha utilizado ampliamente.

Los disolventes menos básicos, como la acetona, el acetonitrilo y el nitrometano, amplían el rango de compuestos titulables. El punto final de las titulaciones no acuosas se determina generalmente potenciométricamente utilizando un electrodo de vidrio de pH, un electrodo de referencia de calomelanos modificado o uno de doble unión con una unión de referencia de bajo caudal. Se obtienen buenas curvas de titulación potenciométrica en la mayoría de los disolventes, excepto en aquellos con constantes dieléctricas muy bajas, como el benceno, el cloroformo y otros, en los que la alta resistencia eléctrica del disolvente provoca potenciales inestables.

2.2.6.2. TITULACIONES POR PRECIPITACIÓN

Las titulaciones por precipitación permiten un análisis más rápido en comparación con el antiguo análisis gravimétrico, donde se forma un precipitado, se filtra, se seca y se pesa para analizar un compuesto. Normalmente, se titulan haluros de plata, tiocianato de plata y algunas sales de mercurio, plomo y zinc mediante este método. Las reacciones químicas deben formar una sal insoluble y precipitar rápidamente para que se puedan analizar con este método. Cuando la reacción no es rápida, se puede utilizar una titulación por retroceso. Se añade un exceso medido del reactivo precipitante (titulante) para forzar la reacción, y luego el titulante no reaccionado se titula con una solución estándar de otro reactivo.

2.2.8. TITULACIONES REDOX

Existen diversas reacciones de óxido-reducción que permiten determinar concentraciones desconocidas mediante titulación. Si la reacción se completa, es rápida y cuenta con una señal analítica para su seguimiento, se puede realizar una titulación. El término "rápida" significa que cada adición de titulante reacciona completamente y el electrodo sensor puede detectar el cambio en la solución en menos de un segundo (ver **Figura 8**).

Las titulaciones redox son titulaciones potenciométricas en las que se utiliza la señal de mV de un electrodo combinado de ORP (redox) (generalmente con un electrodo indicador de platino) para seguir la reacción del oxidante/reductor. El potencial del electrodo se determina mediante la ecuación de Nernst y se controla mediante la relación oxidante-reductor.

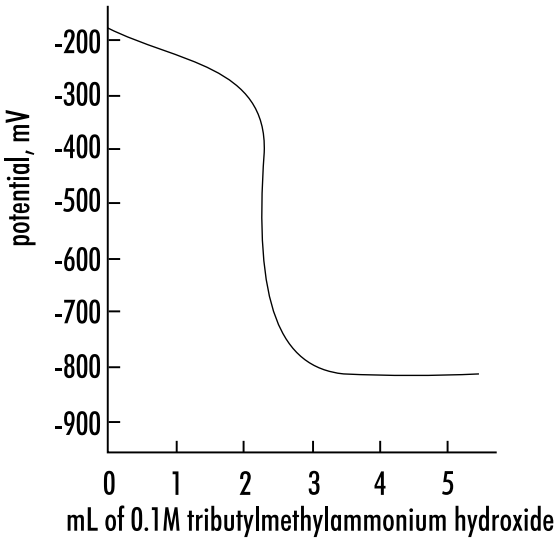


Figura 7

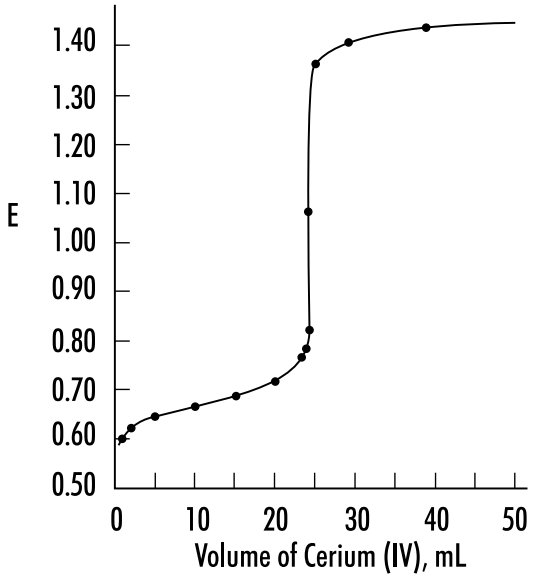


Figura 8

También se encuentran disponibles indicadores visuales como la ferroína. La forma oxidada y reducida del indicador presenta diferentes colores y puede utilizarse para determinar el punto final.

Diversos reductores pueden determinarse mediante titulantes con oxidantes como el permanganato de potasio, el cromato de potasio o el yodo. Entre los reductores más comunes se incluyen el tiosulfato de sodio y el sulfato ferroso de amonio. Al igual que en las titulaciones ácido-base, el potencial cambia drásticamente en el punto de equivalencia.

2.3. TITULACIONES SEGÚN LA SECUENCIA DE TITULACIÓN

2.3.1. TITULACIONES POR RETROCESO

Las titulaciones por retroceso se utilizan generalmente cuando una reacción es demasiado lenta para completarse directamente durante una titulación directa, donde la reacción se completa en pocos segundos. En una titulación por retroceso, se añade un gran exceso de reactivo a la solución de muestra, lo que facilita la finalización de una reacción lenta. El exceso de reactivo que no ha reaccionado se titula posteriormente. La diferencia entre el volumen total del primer reactivo añadido y la cantidad determinada en la segunda titulación es la cantidad de reactivo necesaria para completar la primera reacción.

2.3.2. TITULACIONES DE MÚLTIPLES PUNTOS FINALES

En determinadas condiciones, algunas titulaciones pueden presentar más de un punto de equivalencia y ser titulables a los puntos finales individuales para determinar la concentración de cada componente. Ejemplos de estos tipos de titulaciones incluyen la ácido-base, donde se mezclan ácidos o bases de diferente concentración; la redox, donde cada especie tiene un potencial de reducción diferente; la complexométrica, donde las diferentes especies son titulables por separado; y la ácido-base, que utiliza ácidos polipróticos (el pKa de los diferentes protones varía lo suficiente como para separarlos).

La **Figura 9** muestra tres tipos diferentes de titulaciones de punto final múltiple. El gráfico **A** muestra la titulación de un ácido poliprótico. Se pueden determinar las diferentes intensidades ácidas del primer y segundo protón. El gráfico **B** ilustra una mezcla de dos especies metálicas redox diferentes, donde los diferentes potenciales redox permiten separarlas. El gráfico **C** es la titulación de una solución que contiene ácidos fuertes, débiles y muy débiles.

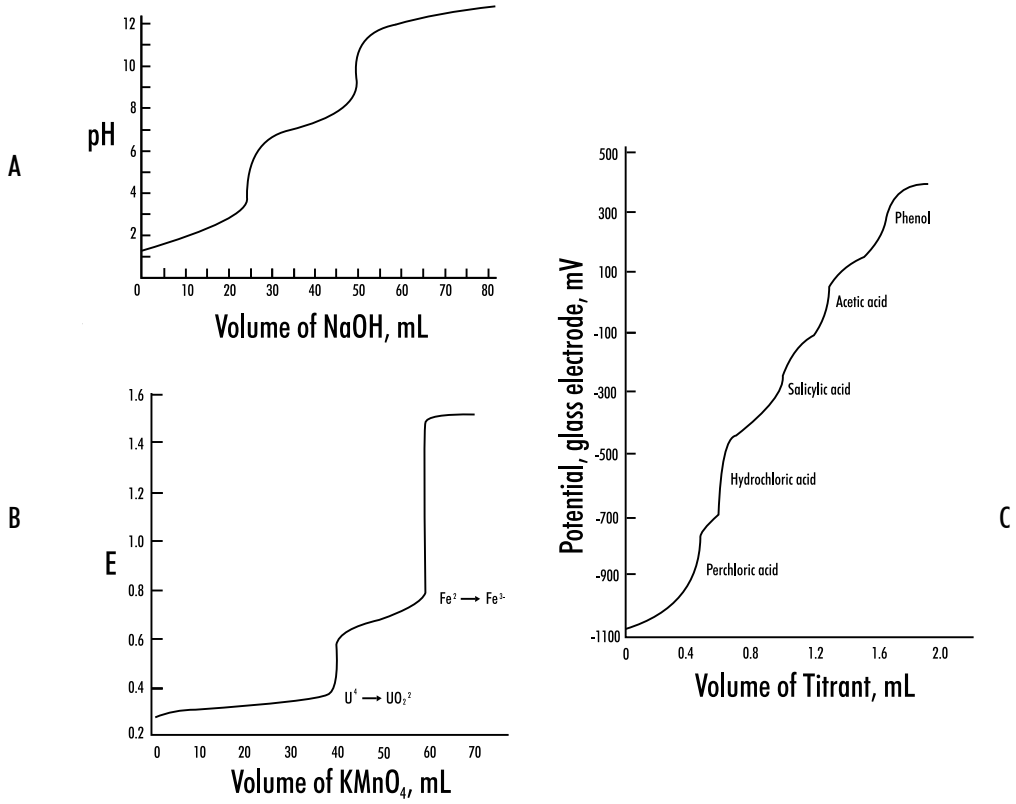


Figura 9

3. PROCEDIMIENTO DE TITULACIÓN

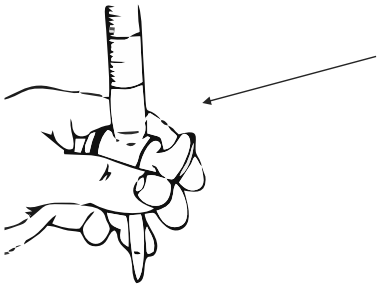
3.1. TITULACIÓN MANUAL

Los equipos necesarios para la titulación manual incluyen:

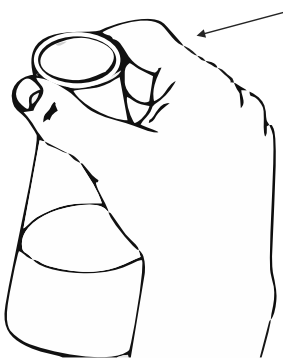
- Bureta volumétrica para la dosificación precisa y controlada del titulante al recipiente de reacción.
- Matraz Erlenmeyer o similar que facilita la mezcla o agitación constante necesaria para garantizar la homogeneidad de la solución.
- Pipetas volumétricas para la adición precisa de muestras y soluciones indicadoras.
- Soluciones titulantes de concentración conocida.
- Indicador visual o instrumental para detectar la finalización de la reacción.

Una titulación manual típica consta de los siguientes pasos:

1) Normalmente se utiliza una pipeta volumétrica para añadir un volumen conocido de muestra al matraz.
2) Se añade una solución indicadora o una sonda al matraz.
3) Se utiliza una bureta para medir la adición de titulante al matraz y dispensarlo de forma controlada.
4) Se añade titulante mediante la bureta hasta que la indicación del método indique el punto final de la reacción.
5) La concentración del analito se calcula en función de la concentración y el volumen de titulante necesarios para alcanzar el punto final.



Envuelva los dedos alrededor del grifo, manteniendo la presión para evitar que el grifo se salga.



Agitar el matraz constantemente

3.2. TITULACIÓN AUTOMÁTICA

Los tituladores automáticos son instrumentos analíticos de alta precisión que administran el titulador, monitorizan el cambio físico asociado a la reacción de titulación, se detienen automáticamente en el punto final y calculan la concentración del analito. Los tituladores automáticos son ideales para titulaciones repetitivas y análisis de alta precisión.

Un titulador automático debe contar con un sistema de dispensación de líquido preciso. En sistemas de alta precisión como los tituladores de la serie **HI900,** el sistema de dispensación de líquido consta de una bureta de jeringa de pistón accionada por un motor paso a paso, capaz de dispensar con precisión volúmenes muy pequeños de titulador, un sistema de válvulas para alternar entre la entrada y la salida de titulador, y una punta dosificadora. Estos tres componentes principales del subsistema deben ser lo más precisos posible, con una holgura mínima en los engranajes de la bomba de la bureta, una flexión mínima del sello del pistón, un diámetro interior rectificado con precisión de la jeringa de vidrio, una válvula de bajo volumen muerto, una evaporación/permeación mínima y tubos resistentes a los productos químicos.

Los aparatos necesarios para la titulación automática incluyen:

- Un titulador automático, equipado con una bureta
- Un vaso de precipitados
- Un sistema de agitación electrónico, ya sea un agitador de hélice o una barra agitadora magnética y placa de agitación
- Pipetas volumétricas para la adición precisa de muestras
- Soluciones titulantes estándar de concentración conocida
- Un sistema de electrodos que permite determinar el punto final de la titulación

Una titulación automática típica consta de los siguientes pasos:

1) Configure el titulador automático según las instrucciones del fabricante.
2) Normalmente se utiliza una pipeta volumétrica para añadir un volumen conocido de muestra al vaso de precipitados.
3) Sumerja el agitador de hélice o añada la barra agitadora al vaso de precipitados y enciéndalo.
4) Inicie la titulación; el titulador se detendrá automáticamente al llegar al punto final y determinará la concentración del analito.

4. RESULTADOS DE LA TITULACIÓN

4.1. PRECISIÓN

Los factores más críticos para obtener resultados precisos con los sistemas de titulación **HI900** son la concentración y el tamaño de la muestra, así como la optimización de los parámetros del método.

4.2. REPETIBILIDAD

La repetibilidad, o la concordancia entre determinaciones replicadas, se expresa cuantitativamente como la desviación estándar relativa (DER).

4.3. FUENTES DE ERROR

Una de las ventajas del análisis volumétrico es su excelente exactitud y precisión. Las fuentes de error se pueden agrupar en muestreo, titulante y estándares, reacciones químicas, determinación del punto final y cálculos.

4.3.1. ERRORES DE MUESTREO

- Selección de una muestra no homogénea o no representativa
- La muestra se modificó o se contaminó durante la recolección, el almacenamiento o la transferencia
- Mala técnica al transferir la muestra al vaso de precipitados o al matraz
- Errores en la balanza (calibre y verifique la balanza regularmente)

4.3.2. ERRORES DE PREPARACIÓN

Preparación incorrecta debido a:

- Mala técnica al pesar la sal o al transferirla a material de vidrio volumétrico.
- Baja pureza de las sales o del agua utilizada para preparar el titulante y el estándar.
- Material de vidrio sucio o húmedo.
- Almacenamiento inadecuado del titulante o del estándar, lo que permite la acumulación de agua, su evaporación o su deterioro.
- No estandarizar con frecuencia para ajustar el titulante.
- No enjuagar los tubos del titulador con un volumen de titulante antes de estandarizar.
- Errores de volumen en pipetas y matraces volumétricos (se requiere material de vidrio de grado A).
- Errores de balanza al pesar las sales (calibre y revise la balanza regularmente).

4.3.3. ERRORES DE DISPENSACIÓN

Dispensación incorrecta debido a:

- Volumen de la válvula muerta y fugas en la válvula
- Inexactitud en el accionamiento del motor y holgura/juego de engranajes
- Sello deficiente de la bureta/pistón
- Diámetro no uniforme del cilindro de vidrio de la bureta
- Incompatibilidad química con los tubos o generación de burbujas
- Cambios de densidad/temperatura en el titulante
- Volumen insuficiente para cubrir el electrodo

4.3.4. ERRORES DE REACCIÓN QUÍMICA

- Disolvente o muestra inapropiados, lo que provoca reacciones secundarias.
- Mezcla deficiente del titulante y el disolvente o la muestra en el recipiente de titulación.
- La reacción entre el titulante y la muestra no es rápida.
- La reacción no se completa.
- La reacción presenta reacciones secundarias.

4.3.5. ERRORES EN LA DETERMINACIÓN DEL PUNTO FINAL

La mayoría de las titulaciones manuales utilizan un indicador visual para indicar cuándo se alcanza el punto final y cuándo debe detenerse la titulación. Los tituladores automáticos utilizan métodos instrumentales para determinar el final de una titulación y el punto de equivalencia. Existen dos métodos predominantes para determinar el punto de equivalencia: la primera derivada y la segunda derivada. Normalmente, se asume que el punto de inflexión de la curva de titulación (mV vs. volumen) es el punto de equivalencia. La primera derivada se utiliza a menudo para determinar el punto de inflexión. El valor máximo de la primera derivada (ΔmV vs. ΔV) corresponde al punto de equivalencia teórico. Durante una titulación, es raro que un punto de datos coincida exactamente con el máximo de la primera derivada; el valor máximo se determina interpolando los puntos de datos de la primera derivada.
La segunda derivada (ΔmV^2 vs. ΔV^2) también puede utilizarse para determinar el punto de equivalencia y ofrece ventajas sobre el método de la primera derivada. Las derivadas secundarias presentan una mayor sensibilidad a puntos de inflexión más pequeños y facilitan la evaluación numérica del punto de equivalencia real. El valor donde la derivada secundaria es igual a cero es el punto de equivalencia. La derivada secundaria requiere menos puntos ubicados cerca del punto de equivalencia, donde los datos a menudo no se obtienen o no son tan fiables.
Los errores al determinar el punto final pueden deberse a:

- Señales incorrectas del sensor
- Deriva del sensor
- El sensor o instrumento tiene una respuesta lenta (se recomienda mantener los sensores en buen estado)
- Configuración incorrecta del titulador

5. CÁLCULOS

5.1. ECUACIONES UTILIZADAS EN LAS TITULACIONES VOLUMÉTRICAS DE KARL FISCHER

5.1.1. CÁLCULO DEL CONTENIDO DE AGUA COMO % DE MASA A PARTIR DE MUESTRAS MEDIDAS EN MASA

$$C_{sample} = \frac{V_{titrant} \times Titer}{m_{sample} \times (1000\ mg/g)} \times 100$$

$C_{muestra}$ Concentración de la Muestra (% p/p)
$V_{titulante}$ Volumen de Titulante (mL)
Título Título del Titulante (mg/mL)
$m_{muestra}$ Masa de la Muestra (g)

5.1.2. CÁLCULO DEL CONTENIDO DE AGUA COMO % DE MASA DE MUESTRAS MEDIDAS POR VOLUMEN

$$C_{sample} = \frac{V_{titrant} \times Titer}{V_{sample} \times d_{sample} \times (1000\ mg/g)} \times 100$$

$C_{muestra}$ Concentración de la Muestra (% p/p)
$V_{titulante}$ Volumen de Titulante (mL)
Título Título del Titulante (mg/mL)
$V_{muestra}$ Volumen de muestra (mL)
$d_{muestra}$ Densidad de la muestra (g/mL)

5.1.3. CÁLCULO DEL CONTENIDO DE AGUA COMO % DE VOLUMEN A PARTIR DE MUESTRAS MEDIDAS POR VOLUMEN

$$C_{sample} = \frac{V_{titrant} \times Titer}{V_{sample} \times d_{water} \times (1000\ mg/g)} \times 100$$

$C_{muestra}$ Concentración de la Muestra (% p/p)
$V_{titulante}$ Volumen de Titulante (mL)
Título Título del Titulante (mg/mL)
$V_{muestra}$ Volumen de muestra (mL)
d_{agua} Densidad de la muestra (g/mL)

5.1.4. CÁLCULO DEL CONTENIDO DE AGUA COMO % DE MASA RESTANDO LA TASA DE DERRIVA DE FONDO

$$C_{sample} = \frac{(V_{titrant} \times Titer) - [Drift \times t \times (1\ mg/1000\ \mu g)]}{m_{sample} \times (1000\ mg/g)} \times 100$$

$C_{muestra}$ Concentración de la Muestra (% p/p)
$V_{titulante}$ Volumen de Titulante (mL)
Título Título del Titulante (mg/mL)
Deriva Tasa de Deriva de Fondo (µg/min)
t Duración de la Titulación (min)
$m_{muestra}$ Masa de la muestra (g)

5.1.5. CÁLCULO DEL CONTENIDO DE AGUA EN MUESTRAS DE DISOLUCIÓN EXTERNA

$$C_{sample} = \left[\frac{m_{solvent} \times (C_{solution} - C_{solvent})}{m_{sample}} + C_{solution} \right] \times 100$$

$C_{muestra}$	Concentración de la Muestra (% p/p)
$m_{disolvente}$	Masa del Disolvente (g)
$C_{solución}$	Contenido de Agua de la Muestra Disuelta (p/p)
$C_{disolvente}$	Contenido de Agua del Disolvente (p/p)
$m_{muestra}$	Masa de la Muestra (g)

5.1.6. CÁLCULO DEL CONTENIDO DE AGUA EN MUESTRAS DE EXTRACCIÓN EXTERNA

$$C_{sample} = \frac{m_{titrant} \times (C_{supernatant} - C_{solvent})}{m_{solvent} \times (1 - C_{supernatant})} \times 100$$

$C_{muestra}$	Concentración de la Muestra (% p/p)
$m_{disolvente}$	Masa del Disolvente (g)
$C_{flotante}$	Contenido de Agua de la Muestra Disuelta (p/p)
$C_{disolvente}$	Contenido de Agua del Disolvente (p/p)
$m_{muestra}$	Masa de la Muestra (g)

5.1.7. CÁLCULO DEL CONTENIDO DE AGUA EN MUESTRAS GASEOSAS

El contenido de agua de los gases se expresa normalmente en unidades de µg/L o mg/L.

$$C_{sample} = \frac{V_{titrant} \times \text{Titer}}{\text{Flow Rate} \times \text{Flow Duration}}$$

$C_{muestra}$	Concentración de la Muestra (mg/mL)
$V_{titulante}$	Volumen de Titulante (mL)
Título	Título del Titulante (mg/mL)
Caudal	Caudal de la Muestra (L/min)
Duración Flujo	Tiempo Extracción Muestra (min)

Para calcular el contenido de agua en % p/p, se debe conocer la masa del gas introducido en el recipiente de titulación. Esto puede determinarse mediante cálculos basados en las leyes de los gases ideales o midiendo la masa del recipiente de muestra antes y después de la titulación.

5.1.8. CÁLCULO DEL TÍTULO (EQUIVALENTE EN AGUA DEL TITULANTE) UTILIZANDO TARTRATO DE SODIO DIHIDRATADO CON UN CONTENIDO DE AGUA DEL 15.66 % EN MASA

$$C_{titrant} = \frac{m_{sample} \times C_{tartrate}}{V_{titrant}}$$

$C_{titulante}$	Título del Titulante (mg/mL)
$m_{muestra}$	Masa de la Muestra (g)
$C_{tartrato}$	Contenido de Agua del Tartrato (156.6 mg/g)
$V_{titulante}$	Volumen de Titulante (mL)

5.1.9. CÁLCULO DEL TÍTULO (EQUIVALENTE EN AGUA DEL TITULANTE) UTILIZANDO ESTÁNDARES DE AGUA

$$C_{titrant} = \frac{m_{sample} \times C_{standard}}{V_{titrant}}$$

$C_{titulante}$ Título del Titulante (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 el resultado de una titulación son el volumen de la muestra, la concentración del titulante y el volumen de titulante necesario para alcanzar el punto de equivalencia. En el punto de equivalencia, se añade el mismo número de equivalentes del analito y del titulante.

5.2.1. CÁLCULO DE LA MUESTRA POR MASA

$$C_{sample} = \frac{V_{titrant} \times C_{titrant} \times Ratio \times FW_{analyte}}{m_{sample}} \times 100$$

$C_{muestra}$ Concentración de la Muestra (g/100 g)

$V_{titulante}$ Volumen de Titulante

$C_{titulante}$ Concentración de Titulante (eq/L)

Relación Relación de Equivalencia Analito/Titulante (mol analito/eq titulante)

$FW_{analito}$ Peso Fórmula del Analito (g/mol)

$m_{muestra}$ Masa de la Muestra (g)

5.2.2. CÁLCULO DE MUESTRA POR VOLUMEN

$$C_{sample} = \frac{V_{titrant} \times C_{titrant} \times Ratio \times FW_{analyte}}{V_{sample}} \times 100$$

$C_{muestra}$ Concentración de la Muestra (g/100 g)

$V_{titulante}$ Volumen de Titulante

$C_{titulante}$ Concentración de Titulante (eq/L)

Ratio Relación de Equivalencia Analito/Titulante (mol analito/eq titulante)

$FW_{analito}$ Peso Fórmula del Analito (g/mol)

$V_{muestra}$ Volumen de Muestra (mL)

5.2.3. ESTANDARIZACIÓN DEL TITULANTE POR MASA

La estandarización del titulante es el segundo cálculo más importante en las titulaciones. Se titula un estándar primario para determinar la concentración del titulante. Esta es, en esencia, una titulación típica calculada en sentido inverso, donde se conoce la concentración de la solución y se desconoce el titulante.

$$C_{titrant} = \frac{m_{standard} \times Ratio}{FW_{standard} \times V_{titrant}}$$

$C_{titulante}$ Concentración de Titulante (N)

$m_{estándar}$ Masa del Estándar (g)

Ratio Relación de Equivalencia titulante/estándar (eq titulante/mol estándar)

$FW_{estándar}$ Peso Fórmula del Estándar (g/mol)

$V_{titulante}$ Volumen de Titulante (L)

5.2.4. ESTANDARIZAR EL TITULADOR POR VOLUMEN

$$C_{titrant} = \frac{V_{standard} \times (1\ L/1000\ mL) \times C_{standard}}{V_{titrant}}$$

$C_{titulante}$ Concentración de Titulante (N)

$V_{estándar}$ Volumen del Estándar(mL)

$C_{estándar}$ Concentración de Estándar (eq/L)

$V_{titulante}$ Volumen de Titulante (L)

5.2.5. TITULACIÓN EN BLANCO

En una titulación en blanco se realiza una pre titulación, generalmente con el disolvente que se utilizará para la titulación de la muestra, y se anota el volumen de titulante necesario para alcanzar el punto final. Este valor del blanco anula el error debido al titulante necesario para reaccionar con los componentes de la matriz de la solución de titulación. La ecuación básica de titulación puede utilizarse para una titulación en blanco, con la única modificación de que el volumen de titulante utilizado en la titulación en blanco debe restarse del volumen de titulante 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 de Muestra (g/100 g)

$C_{titulante}$ Concentración de Titulante (eq/L)

$V_{muestra}$ Volumen de Titulante requerido para la muestra (L)

V_{blanco} Volumen de Titulante necesario para el blanco (L)

Relación Relación de Equivalencia de Analito/Titulante (mol de analito/eq. de titulante)

$FW_{analito}$ Peso Fórmula del Analito (g/mol)

$m_{muestra}$ Masa de la Muestra (g)

5.2.6. TITULACIÓN DE PUNTOS FINALES MÚLTIPLES

Algunas titulaciones tienen dos o más puntos finales, cada uno correspondiente al punto de equivalencia de una reacción específica. Las titulaciones de puntos finales múltiples son similares a una titulación en blanco en que el volumen de titulante necesario para alcanzar el primer punto final se resta del volumen de titulante utilizado para alcanzar el siguiente punto final secuencial.

$$C_{sample1} = \frac{V_{titrant\,1} \times C_{titrant} \times Ratio \times FW_{analyte1}}{m_{sample}} \times 100$$

$$C_{sample2} = \frac{\left(V_{titrant2} - V_{titrant1}\right) \times C_{titrant} \times Ratio \times FW_{analyte2}}{m_{sample}} \times 100$$

$$C_{sample3} = \frac{\left(V_{titrant3} - V_{titrant2}\right) \times C_{titrant} \times Ratio \times FW_{analyte3}}{m_{sample}} \times 100$$

$C_{muestra1}$ Concentración de la Muestra 1 (g/100g)

$C_{muestra2}$ Concentración de la Muestra 2 (g/100g)

$C_{muestra3}$ Concentración de la Muestra 3 (g/100g)

$V_{titulante1}$ Volumen de titulante necesario para alcanzar el primer punto final (L)

$V_{titulante2}$ Volumen de titulante necesario para alcanzar el segundo punto final (L)

$V_{titulante3}$ Volumen de titulante necesario para alcanzar el tercer punto final (L)

$C_{titulante}$ Concentración de titulante (N)

Relación Relación de equivalencia analito/titulante (mol analito/eq titulante)

$FW_{analito1}$ Peso Fórmula del Analito 1 (g/mol)

$FW_{analito2}$ Peso Fórmula del Analito 2 (g/mol)

$FW_{analito3}$ Peso Fórmula del Analito 3 (g/mol)

$m_{muestra}$ Masa de la Muestra (g)

5.2.7. TITULACIÓN POR RETROCESO

La ecuación utilizada para los cálculos de titulación por retroceso es similar a la ecuación para una titulación en blanco. En lugar de restar la cantidad inicial de titulante necesaria para reaccionar con el blanco, se resta de la cantidad del primer titulante la cantidad del segundo titulante necesaria para reaccionar con el exceso de titulante añadido en la primera titulación. La diferencia entre ambas cantidades es la cantidad de titulante necesaria para alcanzar el primer punto de equivalencia.

$$C_{sample} = \frac{\left(C_{titrant1} \times V_{titrant1} - C_{titrant2} \times V_{titrant2}\right) \times Ratio \times FW_{analyte}}{V_{sample}} \times 100$$

$C_{muestra}$ Concentración de la Muestra (g/100mL)

$C_{titulante1}$ Concentración del Titulante 1 (N)

$V_{titulante1}$ Volumen de Titulante 1 (L)

$C_{titulante2}$ Concentración del Titulante 2 (N)

$V_{titulante2}$ Volumen de Titulante 2 (L)

Relación Relación de equivalencia analito/titulante (mol analito/eq titulante)

$FW_{analito}$ Fórmula Peso del analito (g/mol)

$V_{muestra}$ Volumen de Muestra (mL)

6. GLOSARIO

Ácido
Una especie química que puede donar uno o más protones (iones de hidrógeno).

Titulación Ácido-Base
Titulaciones de neutralización estequiométricas, basadas en la reacción que ocurre entre un ácido y una base.

Actividad
Una propiedad física que corresponde a la concentración de todos los iones en una solución. Los electrodos responden a la actividad.

Titulación Amperométrica
Titulaciones donde el flujo de corriente entre dos electrodos (a menudo un electrodo metálico y un electrodo de referencia) se utiliza para monitorear el progreso de la titulación.

Analito
La especie química que se mide en una titulación.

Titulación Argentométrica
Titulaciones que utilizan plata (nitrato) como titulante. Estas titulaciones son típicamente titulaciones de precipitación.

Titulador Automático
Un instrumento diseñado para realizar una titulación automáticamente. Agregará la cantidad adecuada de titulante, determinará el punto final y calculará los resultados.

Titulación por Retroacción
Un tipo de titulación en el que se añade un exceso de titulante a una muestra, forzando una reacción lenta a completarse. El exceso de reactivo se titula por retroacción con un segundo titulante.

Base
Una especie química que puede aceptar uno o más protones (iones de hidrógeno).

Indicación Biamperométrica
Utiliza un electrodo de doble punta de platino para medir el flujo de corriente a través de una solución de titulación.

Indicación Bivoltamétrica
Utiliza un electrodo de doble punta de platino para medir el voltaje necesario para mantener un flujo de corriente constante a través de una solución de titulación mientras se aplica un voltaje constante a los elementos de platino del electrodo.

Bureta
Un elemento cilíndrico graduado de vidrio de laboratorio que se utiliza para dispensar cantidades precisas de solución.

Ion Complejo
Una especie en la que un ion metálico central está unido covalentemente a uno o más grupos donantes de electrones llamados ligandos.

Titulaciones Complexométricas
Los iones metálicos se titulan utilizando un titulante que se une fuertemente a ellos. Los titulantes suelen contener ácido etilendiaminotetraacético (EDTA) o ácido ciclohexilenedinitrilotetraacético (CDTA).

Punto Final
Punto en el que se detiene una titulación debido a que un cambio físico en la solución indica que la titulación se ha completado. 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 se ha completado o no.

Punto de Equivalencia
Punto donde la cantidad de titulante es estequiométricamente igual a la cantidad de analito.

Formal
Número teórico de equivalentes por litro de la solución. Se utiliza en soluciones donde la concentración exacta de una especie puede verse afectada por los demás iones presentes, por lo que la concentración indicada puede no ser exactamente correcta.

Análisis Gravimétrico
Determinación cuantitativa de un analito basada en la masa del sólido.

Electrodo Indicador
Electrodo que responde a la especie de interés. El potencial del electrodo es proporcional a la concentración o actividad de ese ion en la solución que se mide.

Indicadores
Los indicadores químicos suelen ser colorantes orgánicos que cambian de forma en diferentes condiciones físicas, provocando un cambio de color visible para el analista. Se utilizan habitualmente en titulaciones manuales. Los indicadores químicos han sido sustituidos por indicadores electrométricos, que se utilizan con tituladores automáticos.

Punto de Inflexión
Punto en una curva de titulación donde la curva de la segunda derivada cambia de signo.

Electrodo Selectivo de Iones (ISE)
Un electrodo que responde a un ion específico; su potencial es proporcional a la concentración o actividad de ese ion en la solución que se mide.

Titulación Karl Fischer
Titulación que utiliza una reacción química específica para la determinación de agua.

Titulación Manual
Una titulación que se realiza manualmente, requiere que el analista agregue la cantidad apropiada de titulante, determine el punto final y calcule los resultados.

Molar
Concentración de un soluto en una solución.

Mole (mol)
Cantidad de una especie química. El peso molecular de una sustancia en gramos equivale a la masa de un mol de la misma. Un mol equivale a 6.022×10^{23} átomos o moléculas.

Monocromador
Dispositivo que permite el paso de un rango estrecho de longitudes de onda, separando la luz en diferentes longitudes de onda.

Titulación de Punto Final Múltiple
Titulación que hace reaccionar múltiples especies en solución, secuencialmente, utilizando el mismo titulante. La concentración de cada analito se puede determinar a partir de sus respectivos puntos finales.

Ecuación de Nernst
Ecuación fundamental que relaciona el voltaje de la celda con la concentración de una solución.

Neutralización
Reacción química en la que un ácido y una base reaccionan para formar una sal neutra y agua.

No Acuoso
Solución que no contiene agua.

Titulación no Acuosa
Titulación que se realiza en soluciones no acuosas. Se utiliza típicamente para titular ácidos y bases muy débiles y eliminar el efecto nivelador del agua sobre todos los ácidos y bases disueltos en ella.

Normal
Concentración de una solución que representa cualquier diferencia estequiométrica entre las distintas especies presentes en ella.

Potencial de Oxidación/Reducción (ORP)
Voltaje generado en una solución, resultado de la relación entre las especies oxidadas y reducidas. Se mide típicamente potenciométricamente con un sensor de ORP.

Oxidante
Especie que acepta electrones en una reacción redox.

Pipeta
Aparato científico utilizado para dosificar volúmenes precisos de líquidos.

Ácido Poliprótico
Ácidos capaces de donar más de un protón por molécula de ácido.

Titulación Potenciométrica
Titulación en la que el punto final se determina mediante la monitorización del voltaje de la solución con un electrodo.

Titulación por Precipitación
Titulación en la que el analito reacciona con el titulante para formar un compuesto insoluble. El punto final se detecta típicamente con un ISE sensible al analito o al titulante.

Reactivo
Sustancia química añadida en una titulación que provoca la reacción dada.

Reacción de Reducción-Oxidación (redox)
Reacción química en la que se modifican los números de oxidación de los átomos que participan en la reacción. La reducción es la ganancia de electrones, lo que disminuye el número de oxidación. La oxidación es la pérdida de electrones, lo que aumenta el número de oxidación.

Reductores
Donador de electrones en una reacción redox.

Electrodo de Referencia
Electrodo que suministra un potencial de electrodo constante. Se utiliza en combinación con un electrodo indicador, lo que permite medir el potencial del electrodo indicador.

Desviación Estándar Relativa (DER)
Medida de la variación relativa en un conjunto de datos. Se calcula dividiendo la desviación estándar entre la media: DER = (Desviación Estándar de X) * 100 / (Media de X)

Repetibilidad
Variación en las mediciones de muestras tomadas por una sola persona o instrumento en las mismas condiciones.

Titulación Espectrofotométrica
Titulación cuyo punto final se marca mediante un cambio en el color o la intensidad del color.

Estequiometría
Relación cuantitativa entre los reactivos y los productos en una reacción química.
Titulante
Sustancia química añadida en una titulación que provoca la reacción dada.
Titulación
Procedimiento cuantitativo y volumétrico utilizado en química analítica para determinar la concentración de un analito en solución. La concentración del analito se determina añadiendo lentamente un titulante a la solución. A medida que se añade el titulante, se produce una reacción química entre el titulante y el analito.
Curva de Titulación
Gráfico que contiene los datos físicos obtenidos para una titulación. Los datos representados suelen ser una variable independiente (volumen de titulante) frente a una variable dependiente (pH de la solución). A partir de la curva de titulación, se puede determinar el punto de equivalencia o punto final.

Certificación

Todos los instrumentos Hanna cumplen con las **Directivas Europeas CE.**

CE RoHS compliant

Eliminación de Aparatos Eléctricos y Electrónicos. El producto no debe tratarse como residuo doméstico. Entréguelo en el punto de recogida correspondiente para el reciclaje de aparatos eléctricos y electrónicos, lo que contribuirá a la conservación de los recursos naturales.
Garantizar la correcta eliminación del producto y de la batería previene posibles consecuencias negativas para el medio ambiente y la salud humana. Para obtener más información, póngase en contacto con su ciudad, su servicio local de recogida de residuos domésticos, el punto de compra o visite **www.hannachile.com**.

Recomendaciones para Usuarios

Antes de usar este producto, asegúrese de que sea totalmente adecuado para su aplicación específica y el entorno en el que se utiliza. Cualquier variación que el usuario introduzca en el equipo suministrado puede reducir el rendimiento del medidor. Por su seguridad y la del medidor, no utilice ni almacene el medidor en entornos peligrosos.

Garantía

HI934 tiene un año de garantía contra defectos de fabricación y materiales, siempre que se utilice para el fin previsto y se mantenga según las instrucciones. No se cubren los daños causados por accidentes, mal uso, manipulación o falta del mantenimiento prescrito.
Si necesita servicio técnico, póngase en contacto con su oficina local de Hanna Instruments. Si está cubierto por la garantía, indique el número de modelo, la fecha de compra, el número de serie y la naturaleza del problema. Si la reparación no está cubierta por la garantía, se le notificarán los gastos. Si necesita devolver el instrumento a Hanna Instruments, primero obtenga un número de Autorización de Devolución de Mercancía (RGA) del departamento de Servicio Técnico y envíelo con los gastos de envío pagados. Al enviar cualquier instrumento, asegúrese de que esté correctamente embalado para su completa protección.

Hanna Instruments se reserva el derecho de modificar el diseño, la construcción o la apariencia de sus productos sin previo aviso.

Hanna Instruments Chile
Lo Echevers 311, Quilicura
Santiago

MAN934

Impreso en RUMANIA