

# HI933

## Karl Fischer

### TITULADOR VOLUMÉTRICO



Estimado

Gracias por elegir un producto de Hanna Instruments.

Lea atentamente este manual de instrucciones antes de utilizar este instrumento. Este manual proporcionará al cliente, usted con la información necesaria para el correcto uso de este instrumento, así como una idea precisa de su versatilidad.

Si necesita información técnica adicional, no dude en enviarnos un correo electrónico a [ventas@hannachile.com](mailto:ventas@hannachile.com) o consulte nuestra lista de contactos mundial para encontrar un representante de Hanna Instruments cerca de usted en [www.hannachile.com](http://www.hannachile.com).



# INTRODUCCIÓN

El **HI933** es un titulador volumétrico automático Karl Fischer 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.

Los principales atributos del titulador **HI933** son:

- Tamaño pequeño, requiere un espacio mínimo en el banco
- Carcasa hecha de plástico fuerte y resistente a los químicos
- Algoritmos integrados potentes para criterios de terminación basados en un punto final de mV fijo o una deriva absoluta/relativa
- Estandarización del titulante y promedio del análisis de muestras
- Entrada de vapor de agua minimizada con el sistema de solvente sellado
- Interfaz de balanza para pesaje automático
- Soporte para 100 métodos de titulación
- Informes personalizables por el usuario
- Mensajes de advertencia y error claramente mostrados

Este manual proporciona información sobre la instalación y la funcionalidad del titulador y sugerencias de funcionamiento más precisas. Antes de utilizar el titulador, se recomienda que se familiarice con sus diversas características y funcionalidades.

Este manual se divide en cuatro partes:

## PARTE 1: GUÍA DE INICIO RÁPIDO

Ayuda al usuario a configurar y operar rápidamente el titulador Karl Fisher **HI933**. Abarca las conexiones básicas, la interfaz de usuario y cómo... para ejecutar una titulación.

## PARTE 2: MANUAL DE INSTRUCCIONES

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

## PARTE 3: APLICACIONES

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

## 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.



## TABLA DE CONTENIDO

### 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 POSTERIOR.....	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 7.3.
CEBADO DE LA BURETA.....	1-6 8. LA
PRIMERA TITULACIÓN.....	1-7 8.1.
SELECCIÓN DEL MÉTODO.....	1-7
8.2. AJUSTE DE LOS PARÁMETROS DEL MÉTODO.....	1-7
8.3. CONFIGURACIÓN DEL INFORME DE TITULACIÓN.....	1-7
8.4. LLENADO DEL VASO DE TITULACIÓN CON DISOLVENTE.....	1-8
8.5. PREPARACIÓN DEL DISOLVENTE PARA LAS MUESTRAS.....	1-8
8.6. PREPARACIÓN E INTRODUCCIÓN DE LA MUESTRA.....	1-8
8.7. REALIZACIÓN DE UNA TITULACIÓN.....	1-9
8.8. INTERPRETACIÓN DE LA INFORMACIÓN MOSTRADA.....	1-9
8.9. VISUALIZACIÓN DEL GRÁFICO DURANTE LA TITULACIÓN.....	1-10
8.10. TERMINACIÓN DE LA TITULACIÓN.....	1-10
8.11. RESULTADOS.....	1-11
8.12. VISUALIZACIÓN DE LOS ÚLTIMOS DATOS DE TITULACIÓN.....	1-11
8.13. IMPRESIÓN DEL INFORME DE TITULACIÓN.....	1-11
8.14. GUARDADO DE DATOS EN UN DISPOSITIVO DE ALMACENAMIENTO USB.....	1-12 8.15. INFORME DE TITULACIÓN.....

### PARTE 2: MANUAL DE INSTRUCCIONES

1. INSTALACIÓN.....	2-2 1.1.
DESEMBALAJE.....	2-2 1.2.
MEDIDAS DE SEGURIDAD.....	2-3
1.3. ESPECIFICACIONES TÉCNICAS.....	2-4
1.4. INSTALACIÓN.....	2-5 2.
INTERFAZ DE USUARIO.....	2-13 2.1.
PUESTA EN MARCHA.....	2-13
2.2. TECLADO .....	2-13
2.3. PANTALLA.....	2-15 2.4.
NAVEGACIÓN POR EL MENÚ.....	2-16 3.
OPCIONES GENERALES.....	2-18 3.1.
GUARDAR ARCHIVOS EN UN DISPOSITIVO DE ALMACENAMIENTO USB.....	2-18
3.2. RESTAURAR ARCHIVOS DESDE UN DISPOSITIVO DE ALMACENAMIENTO USB.....	2-19
3.3. MODO DE ESPERA.....	2-20



3.4. DURACIÓN DEL MODO DE ESPERA.....	2-20
3.5. BASE DE DATOS DEL TITULANTE.....	2-21
3.6. BASE DE DATOS ESTÁNDAR.....	2-21
3.7. VOLUMEN CELULAR ESTIMADO.....	2-22
3.8. ENLACE USB CON PC.....	2-22
3.9. INTERFAZ DE CONFIGURACIÓN DE LA BALANZA.....	2-23
3.10. AGITADOR.....	2-24
3.11. MODO DE IMPRESORA.....	2-24
3.12. AJUSTE DE FECHA Y HORA.....	2-25
3.13. AJUSTES DE PANTALLA.....	2-25
3.14. ZUMBADOR.....	2-26
3.15. IDIOMA.....	2-26
3.16. COMPROBACIÓN DE CALIBRACIÓN.....	2-27
3.17. RESTABLECER A LOS AJUSTES PREDETERMINADOS.....	2-27
3.18. OPTIMIZAR EL ESPACIO DE MEMORIA.....	2-28
3.19. ACTUALIZAR SOFTWARE.....	2-28
MÉTODOS DE TITULACIÓN.....	2-29
4.1. SELECCIÓN DE MÉTODOS.....	2-29
4.2. MÉTODOS ESTÁNDAR.....	2-29
4.3. MÉTODOS DE USUARIO.....	2-31
4.4. VISUALIZACIÓN/MODIFICACIÓN DEL MÉTODO.....	2-32
4.5. OPCIONES DEL MÉTODO.....	2-33
4.6. IMPRESIÓN.....	2-58
MODO DE TITULACIÓN.....	2-59
5.1. INACTIVO.....	2-59
5.2. PRE-TITULACIÓN.....	2-60
5.3. ANÁLISIS DE DERIVA (SOLO ENTRADA DE DETERMINACIÓN AUTOMÁTICA).....	2-60
5.4. ESPERA.....	2-61
5.5. ANÁLISIS DE MUESTRAS.....	2-62
5.6. ESTANDARIZACIÓN DEL TITULANTE.....	2-67
6. FUNCIONES AUXILIARES.....	2-70
6.1. BOMBA DE AIRE.....	2-70
6.2. BURETA.....	2-71
6.3. AGITADOR.....	2-73
6.4. RESULTADOS.....	2-73
6.5. MANTENIMIENTO Y PERIFÉRICOS.....	2-77
7.1. MANTENIMIENTO DE LA BURETA.....	2-77
7.2. MANTENIMIENTO DE LA SONDA.....	2-80
7.3. PERIFÉRICOS.....	2-80
OPTIMIZACIÓN DEL MÉTODO.....	2-83
8.1. AJUSTES DE TITULACIÓN.....	2-83
8.2. PARÁMETROS DE CONTROL.....	2-83
8.3. LA MUESTRA.....	2-87
8.4. SISTEMA DE REACTIVOS KARL FISCHER.....	2-92
9. ACCESORIOS.....	2-95
9.1. TITULANTES.....	2-95
9.2. DISOLVENTES.....	2-95
9.3. ESTÁNDARES.....	2-96
9.4. COMPONENTES DEL TITULADOR.....	2-97



### PARTE 3: APLICACIONES HI8001EN

5,0 mg/mL ESTANDARIZACIÓN DE TITLANTE CON AGUA ESTÁNDAR.....	3-2 HI8002EN
2,0 mg/mL ESTANDARIZACIÓN DE TITLANTE CON AGUA ESTÁNDAR.....	3-4 HI8003EN 1,0 mg/
mL ESTANDARIZACIÓN DE TITLANTE CON AGUA ESTÁNDAR.....	3-6 HI8011EN 5,0 mg/mL
ESTANDARIZACIÓN DE TITLANTE CON TARTRATO DISÓDICO.....	3-8 HI8101EN
DETERMINACIÓN DE HUMEDAD EN CREMA LÁCTEA.....	3-10 HI8102EN
DETERMINACIÓN DE HUMEDAD EN LECHE.....	3-12 HI8103EN
DETERMINACIÓN DE HUMEDAD EN MIEL.....	3-14 HI8104EN
DETERMINACIÓN DE LA HUMEDAD SUPERFICIAL EN AZÚCAR BLANCO.....	
3-16 HI8105EN DETERMINACIÓN DE LA HUMEDAD EN ACEITE DE COCINA.....	
3-18 HI8106EN DETERMINACIÓN DE LA HUMEDAD EN MANTEQUILLA.....	
3-20 HI8107EN DETERMINACIÓN DE LA HUMEDAD EN MARGARINA.....	
3-22 HI8108EN DETERMINACIÓN DE LA HUMEDAD EN MAYONESA.....	
3-24 HI8201EN DETERMINACIÓN DE LA HUMEDAD EN CHAMPÚ.....	
3-26 HI8202EN DETERMINACIÓN DE LA HUMEDAD EN CREMA DE MANOS.....	
3-28 HI8301EN DETERMINACIÓN DE LA HUMEDAD EN DISOLVENTE CON 5 mg/mL DE TITULANTE (UNA COMP.).....	3-30

### 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.....	4-12 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 LAS TITRACIONES VOLUMÉTRICAS DE KARL FISCHER.....	4-16 5.2. ECUACIONES UTILIZADAS EN LAS
TITRACIONES.....	4-18 6. GLOSARIO.....

## PARTE 1:

## GUÍA DE INICIO RÁPIDO



## 1. MEDIDAS DE SEGURIDAD

Se deben seguir las siguientes medidas de seguridad: 1) Nunca

conecte ni desconecte el conjunto de la bomba u otro periférico con el titulador encendido.

2) Verifique que la bureta y el tubo conectado estén ensamblados correctamente.

3) Compruebe siempre que los frascos de titulante, disolvente y residuos, así como el vaso de titulación estén correctamente montados.

4) Limpie siempre inmediatamente los derrames y salpicaduras.

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 • Peligros de explosión • Cerca de

fuentes de calor o

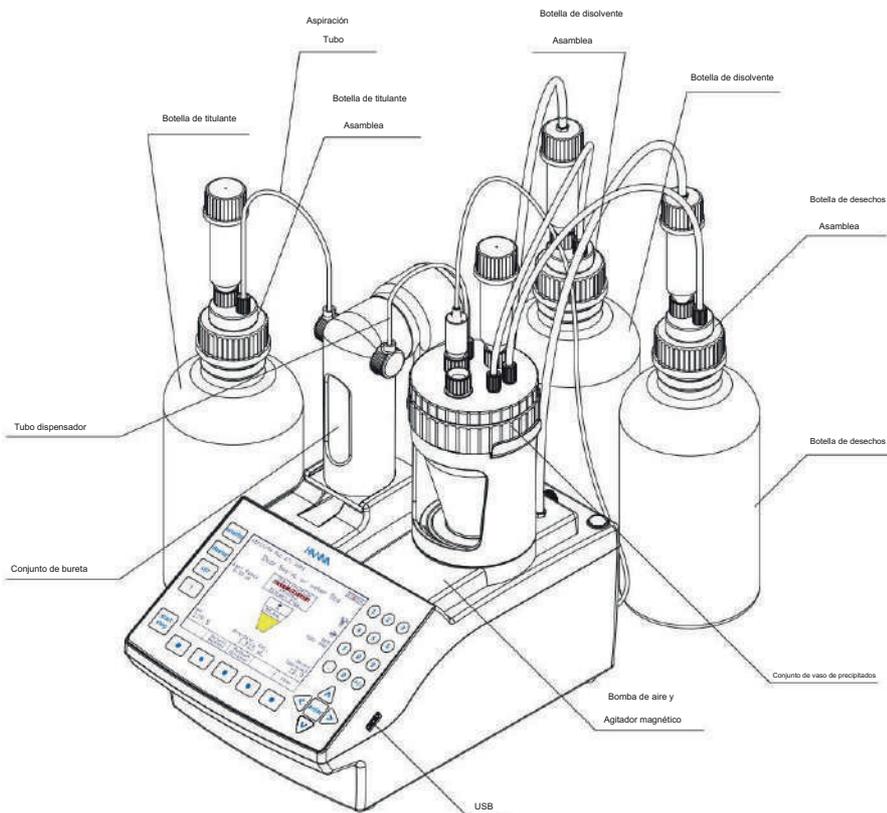
refrigeración

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

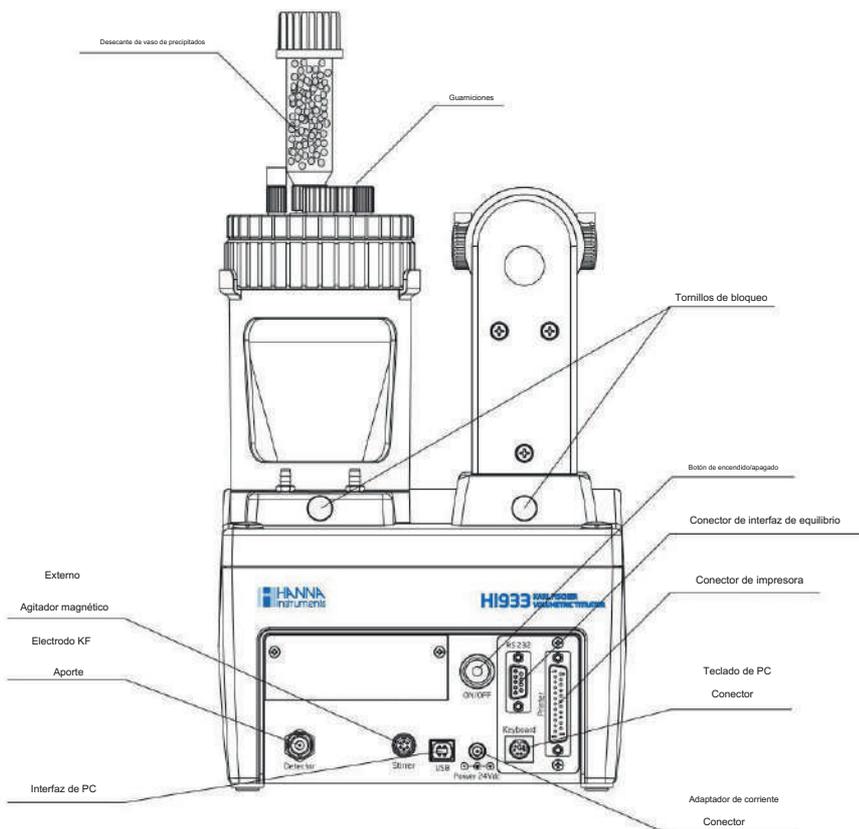
7) Evite la inhalación de vapores de titulante/disolvente. Evite el contacto con productos químicos.

2. CONEXIONES DEL TITULADOR

2.1. VISTA FRONTAL



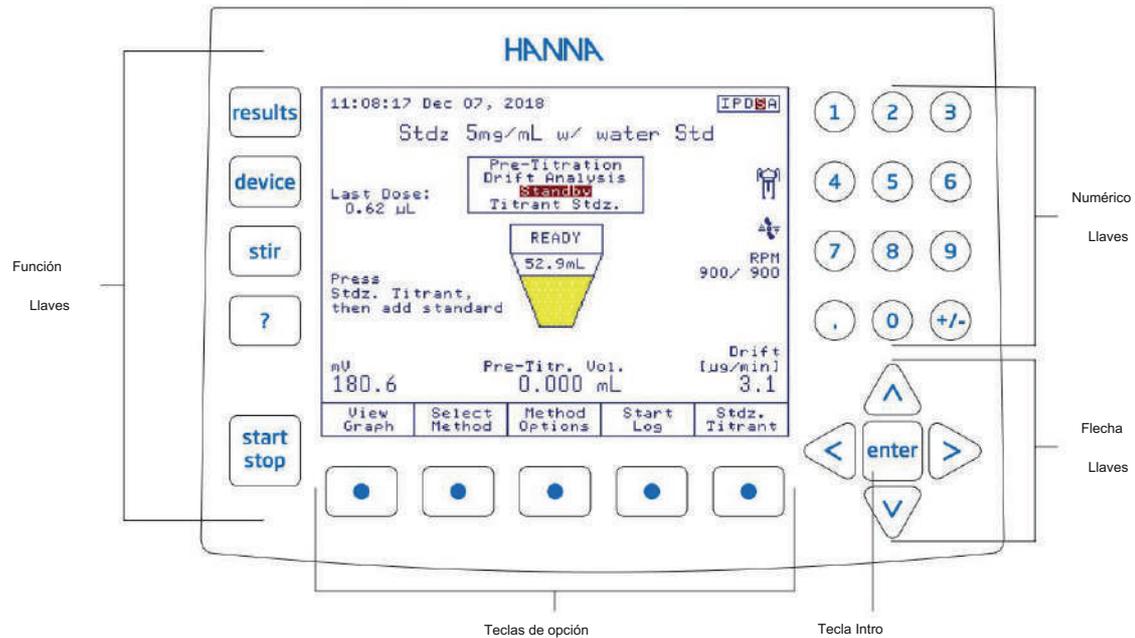
2.2. VISTA TRASERA



### 3. INTERFAZ DE USUARIO

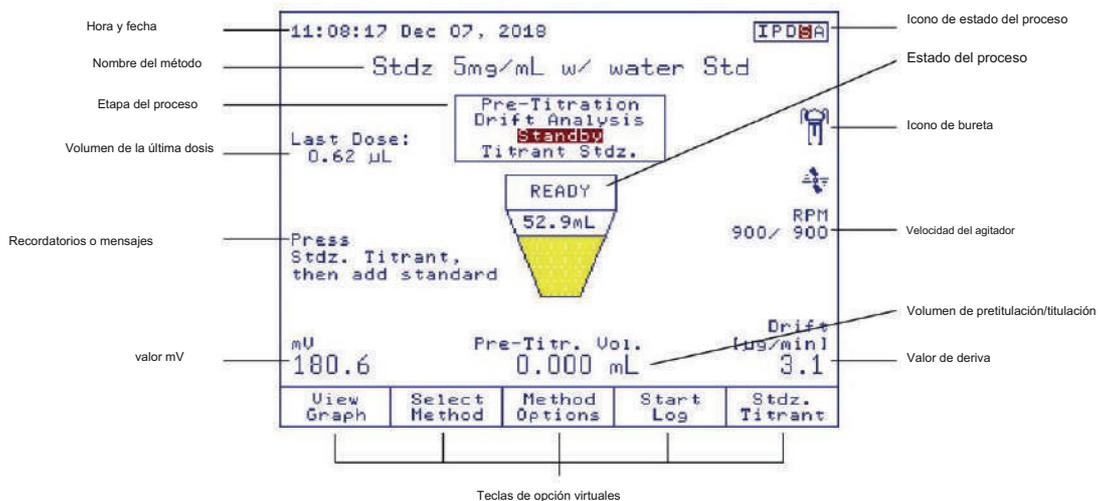
#### 3.1. TECLADO

El teclado del titulador tiene 27 teclas agrupadas en cinco categorías, de la siguiente manera:



#### 3.2. PANTALLA

El titulador cuenta con una pantalla gráfica a color retroiluminada de 5,7". A continuación se muestra la pantalla del modo de espera con breves explicaciones.

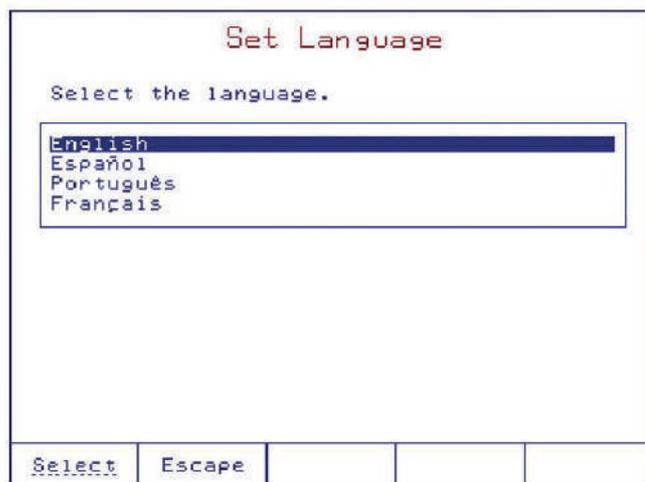


La interfaz de usuario consta de varias pantallas. Cada pantalla contiene varios campos de información simultáneamente. La información se muestra de forma intuitiva.

Las teclas de opción virtuales describen la función que se realiza cuando se presiona la tecla programable correspondiente.

## 4. LENGUAJE

Para cambiar el idioma, pulse **General Options** en la pantalla principal. Resalte la opción Idioma. Con el botón, seleccione  y  llaves, el idioma entre las opciones de la pantalla "Establecer idioma" y pulse "Reiniciar el titulador" para aplicar la nueva configuración.



## 5. AYUDA CONTEXTUAL

Se puede acceder fácilmente a la información sobre el titulador  Se puede acceder a la ayuda contextual en cualquier momento, presionando y brinda información útil sobre la pantalla actual.

## 6. MÉTODOS

El titulador Karl Fischer HI933 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 (p. ej., alimentaria, cosmética, láctea, etc.).

### 6.2. MÉTODOS DEFINIDOS POR EL USUARIO

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

## 7. PREPARACIÓN

### 7.1. CONFIGURACIÓN DEL TITULAR

- Asegúrese de que todos los conjuntos de titulador estén instalados correctamente (consulte la sección [Configuración](#) ).
- Asegúrese de que el sistema de vasos esté debidamente sellado contra la humedad atmosférica (los accesorios y tubos están correctamente montado).
- El desecante se ha secado adecuadamente.

### 7.2. OBTENCIÓN DE LOS REACTIVOS

- Los reactivos (titrante y disolvente) deben ser adecuados a los requisitos del análisis (ver sección [Accesorios](#) para lista de titulantes y disolventes preferidos).

### 7.3. CEBADO DE LA BURETA

- Retire el tubo dispensador del vaso de titulación (desenrosque el conector y retire el tubo) e insértelo en el botella de residuos o contenedor de residuos separado.

Desde la pantalla de espera, pulse.

Burette

Resalte la opción "Cebiar bureta" y pulse. Ingrese el número de

Select

enjuagues de bureta. Se recomiendan al menos 3 enjuagues con la solución utilizada para la titulación.

(permitiendo evacuar las burbujas de aire).

- Accept

 Para empezar.

**Presione • Se mostrará el mensaje "Ejecutando..."**

**Nota:** Asegúrese de que el líquido fluya continuamente dentro de la bureta. No la utilice durante el llenado normal si no está seguro de que se hayan evacuado completamente las burbujas de aire. Para obtener resultados precisos, el tubo de aspiración, el tubo dispensador y la jeringa deben estar libres de burbujas de aire.

- Limpie cuidadosamente el extremo del tubo dispensador para eliminar el exceso de titulante.
- Insertar el tubo dosificador en el orificio correspondiente del vaso de titulación y enroscar el racor para sellar el cubilete.

## 8. LA PRIMERA TITULACIÓN

### 8.1. SELECCIÓN DEL MÉTODO

Para este análisis utilizaremos el método HI8301EN Solvente con 5 mg/ml 1-comp estándar.

Para seleccionar este método:

el método  Desde la pantalla de espera. Utilice  y  Claves para destacar el disolvente HI8301EN con 5 mg/ml

• Presione 1 comp .

• Prensa .

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

### 8.2. CONFIGURACIÓN DE PARÁMETROS DEL MÉTODO

Para visualizar los parámetros del método, pulse  Se mostrará la pantalla Ver/ Modificar método.

Sólo se pueden cambiar ciertos parámetros de los métodos estándar.

Para esta titulación, solo es necesario ingresar el valor de concentración del titulante KF y el tamaño de la muestra de solvente como se muestra en la pantalla a continuación.

Para lograr esto:

• Resalte la opción Titulante en la pantalla Ver/Modificar método y luego presione • Se 

mostrará la pantalla Base de datos de titulantes.

• Resalte Titulante KF y presione • 

Resalte Concentración de Titulante Estandarizado y presione • 

Ingrese el valor correcto, luego presione 

• Prensa  tres veces para regresar a la pantalla Inactiva.



Standardized Titrant Conc.  
Enter the standardized titrant conc.

5.0000 mg/mL

Low Limit: 4.0000 mg/mL  
High Limit: 6.0000 mg/mL

Accept Escape Delete Digit

### 8.3. CONFIGURACIÓN DEL INFORME DE TITULACIÓN

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

Para obtener la información adecuada al final de la titulación, realice las siguientes operaciones:

• Desde la pantalla principal, presione y se  mostrará la pantalla Parámetros de datos.

• Resalte la opción Informe de titulación de configuración y 

presione • Marque los campos que se incluirán con el símbolo \* usando el  y  teclas y presione  para alternar el selección.

• Prensa  y luego presione  para volver a la pantalla principal.

#### 8.4. LLENADO DEL VASO DE TITULACIÓN CON DISOLVENTE

El vaso de valoración debe llenarse con disolvente hasta la marca mínima (MIN) (aproximadamente 50 ml de disolvente):

- Desde la pantalla inactiva, presione .
- Presione .
- Espere hasta que el vaso medidor se llene hasta la marca mínima (MIN) con solvente.
- Detenga la bomba de aire presionando y .
- Presione  luego ingrese la cantidad aproximada de solvente en el vaso de precipitados. Presione  Para confirmar.

#### 8.5. PREPARACIÓN DEL DISOLVENTE PARA MUESTRAS

- Antes de comenzar una titulación, se debe hacer reaccionar la humedad residual dentro del vaso de titulación y el solvente.

Desde la pantalla de espera, pulse  El titulador entrará en modo de pretitulación y comenzará a dosificar el titulante en el vaso de

titulación. Si no se observa movimiento del titulante a través de la punta antidifusión después de varias dosis, pulse 

- o  y verificar que no haya fugas de titulante desde la carcasa de la bureta o desde los accesorios del tubo dispensador.

Una vez que se haya evaporado toda la humedad residual (alcanzado 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.

#### 8.6. PREPARACIÓN E INTRODUCCIÓN DE LA MUESTRA

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

- Prepare 50 mL de muestra mezclando partes iguales de cloroformo seco y metanol seco.
- Llene la jeringa y la aguja con la muestra.
- Pesar la jeringa, la aguja y la muestra.
- Presione  Se le pedirá que ingrese el tamaño de la muestra.
- Dispensar de 0,750 g a 1,000 g de disolvente en el recipiente de titulación a través del tabique utilizando la aguja.
- Retire la aguja del recipiente de titulación y pese nuevamente la jeringa para determinar la masa de muestra agregada (por diferencia de las dos mediciones).
- Utilice el teclado numérico para ingresar el peso exacto y presione  para iniciar el análisis.

## 8.7. REALIZACIÓN DE UNA TITULACIÓN

- Añada una muestra preparada según uno de los métodos de preparación descritos anteriormente. Introduzca el tamaño del  
prensa Sample Analysis analito y . 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 vuelve al modo de espera en segundo plano.

Sample Analysis Result <span style="float: right;">IPD SA</span>			
<b>2059.4</b> ppm			
<b>Titration Completed</b>			
Analysis Duration:	05:54 [mm:ss]		
Drift Value:	1.2 µg/min		
Sample Size:	0.2145 g		
Standardized Titrant Conc.:	1.0002 mg/mL		
Volume Delivered:	0.443 mL		
Report ID:	KF_00047		
Escape	View Report	Average Results	

## 8.8. COMPRESIÓN DE LA INFORMACIÓN MOSTRADA

Durante una titulación, se muestra la siguiente pantalla:

11:47:59 Jan 07, 2019 <span style="float: right;">IPD SA</span>			
Moisture in Cooking Oil			
Last Dose: 0.00 µL		<div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin: 0 auto; width: 80%;">           Pre-Titration Drift Analysis  <span style="color: red;">Standby</span>            Sample Analysis         </div>	
Press Sample Analysis, then add sample		<div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin: 0 auto; width: 60%;">           READY            51.5mL            </div>	
mU 179.5		Pre-Titr. Vol. 0.002 mL	
		Drift [µg/min] 0.0	
View Graph	Select Method	Method Options	Start Log
Sample Analysis			

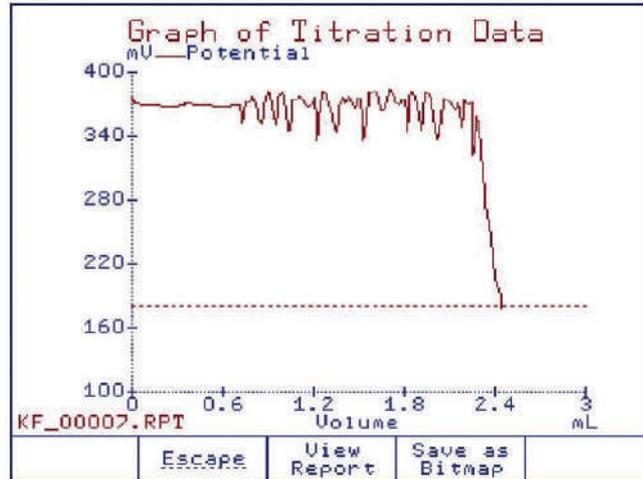
### 8.9. VISUALIZACIÓN DEL GRÁFICO DURANTE LA TITULACIÓN

**View Graph**

para mostrar el gráfico de titulación en tiempo real.

Presione La curva mostrada es un gráfico del potencial del electrodo frente al volumen del titulante.

Una línea horizontal discontinua representa el potencial del punto final seleccionado por el usuario.



Nota: Para disolventes frescos, especialmente disolventes monocomponentes, los primeros gráficos de titulación pueden presentar mucho ruido. Esto se debe a que la reacción con el titulante es lenta si hay poco exceso de reactivo de Karl Fischer (dióxido de azufre y base) en el recipiente de titulación. Tras varias titulaciones, la velocidad de reacción y el gráfico deberían mejorar.

### 8.10. TERMINACIÓN DE LA TITULACIÓN

La titulación se da por terminada cuando se cumplen las condiciones de los Criterios de Terminación.

El criterio de terminación predeterminado es un valor de mV, en el cual la titulación finaliza después de que el valor de mV permanece por debajo del potencial del punto final durante el tiempo de estabilidad seleccionado.

Una vez finalizada 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, presione

**View Report**

Para ver las estadísticas de múltiples análisis, presione

**Average Results**

Para las estandarizaciones de titulación,

**Update Titrant**

presione para actualizar el titulación activo con el resultado de estandarización mostrado.

Cuando haya terminado, presione **Escape** para volver al modo de espera (si está activo).

## 8.11. RESULTADOS

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

Review Result			
KF_00011.RPT			
HI933 - Titration Report			
Method Name:	copy of Moisture in Milk		
Time & Date:	15:18 Jan 21, 2019		
Titration ID:	KF_00011		
Nr	Volume[m1]	mU	Time
0	0.0000	391.6	00:00:00
1	0.0000	391.1	00:00:01
2	0.0005	391.0	00:00:03
3	0.0010	391.1	00:00:05
4	0.0015	391.0	00:00:07
5	0.0020	391.0	00:00:09

View Graph    ESCAPE    Print Report    Page Up    Page Down

## 8.12. VISUALIZACIÓN DE LOS ÚLTIMOS DATOS DE TITULACIÓN

- Desde la pantalla principal, pulse **results**. Se mostrará la pantalla "Parámetros de datos".
- Desde la pantalla Parámetros de datos, resalte la opción Revisar último informe y presione para que se muestre **Select**. El resultado de la revisión la pantalla.
- Utilice el y **Page Up** **Page Down** Teclas para mostrar información relacionada con la última titulación realizada.

Vea el informe de titulación en la página siguiente.

## 8.13. IMPRESIÓN DEL INFORME DE TITULACIÓN

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

Nota: Antes de conectar la impresora, asegúrese de que el titulador y la impresora estén apagados.

Impresión del informe:

- Desde la pantalla Revisar informe, presione • Durante **Print Report** la transferencia de información a la impresora, se mostrará el mensaje "Imprimiendo" en la pantalla.
- Prensa • **Escape** para regresar a la pantalla Parámetros de datos.
- Prensa **Escape** de nuevo para volver a la pantalla principal.

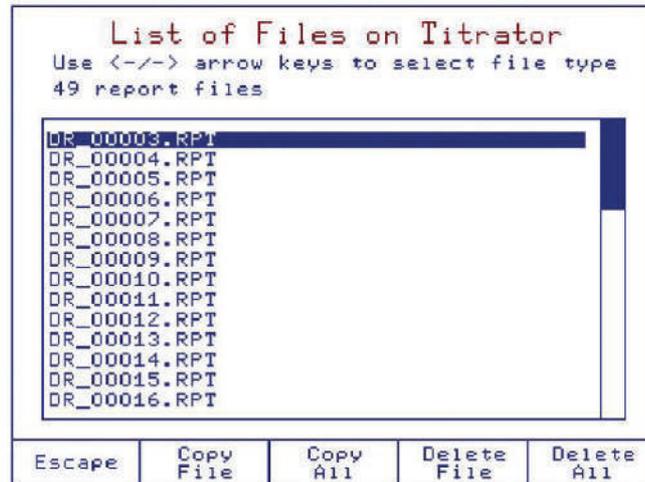
## 8.14. GUARDAR DATOS EN UN DISPOSITIVO DE ALMACENAMIENTO USB

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

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,  presione la tecla y se mostrará la pantalla Opciones generales.
  - Resalte la opción Guardar archivos en dispositivo de almacenamiento USB usando las teclas  y .
  - Inserte el dispositivo de almacenamiento USB en la toma USB.
  -  Se mostrará la pantalla Lista de archivos en el titulador.
- Presione  y  teclas para seleccionar los archivos de informe.

Use



- Presione  para transferir todos los informes disponibles al dispositivo de almacenamiento USB, o resalte el nombre del archivo de informe que se va a transferir y presione • La .

transferencia de un archivo de informe transferirá automáticamente el archivo de registro y el gráfico de titulación correspondientes (archivo \*.BMP si es necesario).

- Presione  para volver a la pantalla Opciones generales.
- Presione  de nuevo para volver a la pantalla principal.

## 8.15. INFORME DE TITULACIÓN

Al desplazarse con las teclas  y  los campos a continuación se pueden ver en la pantalla del titulador o imprimir.

La misma información está disponible en el archivo de informe guardado (KF\_00003.rpt en este ejemplo, con todos los campos del informe seleccionados).

## HI933 - Informe de titulación

Nombre del método: Humedad en el líquido de frenos  
 Hora y fecha: 16:59 19 de diciembre de 2018  
 ID de titulación: KF\_00010

Nro.	Volumen [ml]	mV	Tiempo
0	0.0000	685.5	00:00:00
1	0.3261	685.0	00:00:02
2	0.3276	684.9	00:00:04
3	0.3306	684.1	00:00:06
4	0.3366	683.7	00:00:08
5	0.3486	682.7	00:00:10
6	0.3726	681.7	00:00:12
7	0.4126	678.0	00:00:15
8	0.4526	675.5	00:00:17
9	0.4926	673.0	00:00:19
10	0.5326	671.6	00:00:21
11	0.5726	669.6	00:00:23
12	0.6126	667.6	00:00:25
13	0.6526	666.7	00:00:27
14	0.6926	665.9	00:00:29
15	0.7326	665.0	00:00:31
16	0.7726	659.2	00:00:33
17	0.8126	654.9	00:00:35
18	0.8526	654.1	00:00:37
19	0.8926	649.6	00:00:39
20	0.9326	646.7	00:00:41
21	0.9726	635.8	00:00:43
22	1.0126	633.9	00:00:45
23	1.0526	622.4	00:00:47
24	1.0926	615.2	00:00:49
25	1.1326	587.8	00:00:51
26	1.1726	584.5	00:00:53
27	1.2126	550.1	00:00:55
28	1.2526	524.0	00:00:57
29	1.2926	452.3	00:00:59
30	1.3300	405.6	00:01:01
31	1.3671	290.6	00:01:03
32	1.3856	227.5	00:01:05
33	1.3949	197.5	00:01:07
34	1.3995	183.4	00:01:09
35	1.4017	187.7	00:01:11
36	1.4062	177.3	00:01:14
37	1.4062	184.0	00:01:16
38	1.4077	178.8	00:01:18

39	1.4077	174.7	00:01:20
40	1.4077	180.2	00:01:22
41	1.4077	174.7	00:01:24
42	1.4077	175.8	00:01:26
43	1.4077	179.3	00:01:28
44	1.4077	186.2	00:01:30
45	1.4092	182.1	00:01:32
46	1.4107	177.5	00:01:34
47	1.4107	174.2	00:01:36
48	1.4107	177.0	00:01:38
49	1.4107	183.3	00:01:40
50	1.4122	174.0	00:01:42
51	1.4122	175.3	00:01:44
52	1.4122	175.9	00:01:46
53	1.4122	181.6	00:01:48
54	1.4122	181.9	00:01:50
55	1.4137	185.7	00:01:52
56	1.4167	174.6	00:01:54
57	1.4167	170.3	00:01:56
58	1.4167	173.4	00:01:58
59	1.4167	174.6	00:02:00
60	1.4167	174.5	00:02:02
61	1.4167	177.2	00:02:04
62	1.4167	188.1	00:02:06
63	1.4182	179.7	00:02:08
64	1.4182	176.2	00:02:10
65	1.4182	185.7	00:02:12
66	1.4197	179.6	00:02:14
67	1.4197	175.7	00:02:17
68	1.4197	184.0	00:02:19
69	1.4212	169.9	00:02:21
70	1.4212	178.2	00:02:23

### Resultados de la titulación

Nombre del método: Humedad en el líquido de frenos

Hora y fecha 16:59 19 de diciembre de 2018

Tamaño de la muestra: 0,6585 gramos

Concentración estándar de titulante: 1,1608 mg/ml

Valor de deriva: 15,2 µg/min

Volumen del punto final: 1,421 ml

**Resultado:** 0,2429 %

Duración de la titulación: 03:18 [mm:ss]

Volumen celular estimado: 69,9 ml

La titulación llegó a su finalización

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 observa algún daño, notifique al Centro de Servicio Hanna más cercano.

Cada titulador HI933 se suministra con:

ARTÍCULO	CANTIDAD
Titulador .....	1 ud. Conjunto de bomba
dosificadora.....	1 ud. Conjunto de
bureta.....	1 ud. • Bureta (con jeringa de 5 mL) •
Tubo de aspiración con conector y	
tubo de protección • Tubo dispensador con conector y tubo	
de protección • Bloqueos de tubo • Herramienta para retirar	
la tapa de la	
bureta • Pantalla de protección contra	
la luz Conjunto de bomba de	
aire y agitador magnético.....	1 ud. Conjunto de vaso de
precipitados.....	1 ud.
• Vaso de precipitados	
de vidrio • Punta dosificadora de vidrio antidifusión •	
Anillo para vaso de	
precipitados • Tapa	
para vaso de	
precipitados •	
Barra agitadora • Desecante •	
Cartucho	
desecante • Accesorios • Juntas tóricas	
Soporte de vaso de precipitados .....	1 pieza Tornillos de
bloqueo de bomba con cabezal de plástico .....	2 piezas Conjunto de botella de
titulante .....	1 pieza
• Tapa de	
botella •	
Desecante • Cartucho	
desecante •	
Accesorios • Juntas tóricas	
Conjunto de botella de disolvente.....	1 ud.
• Tapa de	
botella •	
Desecante • Cartucho	
desecante •	
Accesorios	
• Juntas tóricas • Tubos (de silicona y PTFE)	

Conjunto de botella de desechos.....	1 ud.
• Tapa de botella	
• Desecante	
• Cartucho desecante •	
Accesorios •	
Juntas tóricas	
• Tubos (de silicona y PTFE)	
Electrodo de doble pin de platino Karl Fischer.....	1 pieza
Llave de calibración.....	1 pieza
Fuente de alimentación.....	1 pieza
Cable USB.....	1 pieza
Manual de instrucciones.....	1 pieza
Dispositivo de almacenamiento USB.....	1 pieza
Certificado de calidad.....	1 pieza
Informe de conformidad de bureta ISO 8655.....	1 pieza

Consulte la sección de **Accesorios** para ver imágenes.

Si alguno de los artículos falta o está dañado, comuníquese con su representante de ventas.

Nota: Conserve todo el material de embalaje hasta asegurarse del correcto funcionamiento del instrumento. 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 dosificadora o los conjuntos de bomba de aire y agitador magnético con el titulador encendido en.
  - 2) Verifique que la bureta y el tubo conectado estén ensamblados correctamente (consulte [Mantenimiento](#), [Periféricos](#), [Mantenimiento de la bureta](#) para obtener más detalles).
  - 3) Compruebe siempre que los frascos de titulante, disolvente, desechos y el vaso de titulación estén correctamente montados.
  - 4) Limpie siempre inmediatamente los derrames y salpicaduras.
  - 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
    - Peligros de explosión
- 6) Haga que el titulador sea reparado únicamente por personal de servicio calificado.

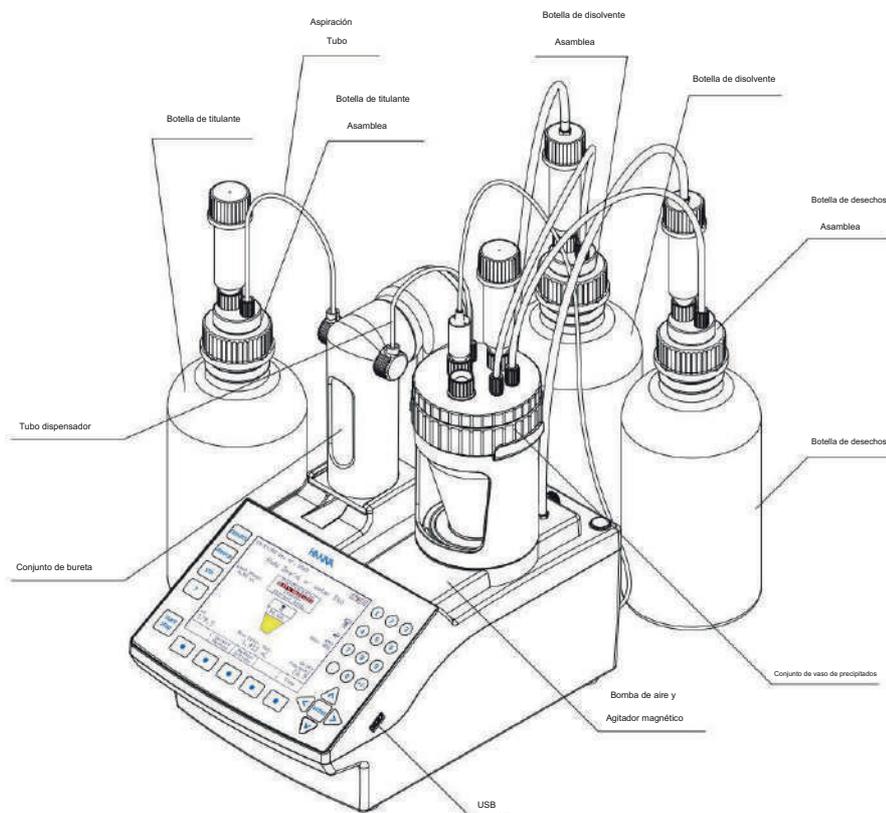
## 1.3. ESPECIFICACIONES TÉCNICAS

Medición	Rango	100 ppm al 100%
	Resolución	1 ppm a 0,0001%
	Unidades de resultado	%, ppm, mg/g, µg/g, mg, µg, mg/mL, µg/mL, mg/pc, µg/pc
	Tipo de muestra	Líquido o sólido
Determinación	Acondicionamiento previo a la titulación	Automático
	Corrección de deriva de fondo automática o valor seleccionable por el usuario	
	Criterios de punto final	Persistencia de mV fija, parada de deriva relativa o parada de deriva absoluta
	Dosificación	Dinámico con pre-dosificación opcional
	Estadísticas de resultados	Media, desviación estándar
Valoración	Resolución de la bomba dosificadora	1/40000 del volumen de la bureta (0,125 µL por dosis)
	Precisión de la bomba dosificadora	± 0,1 % del volumen total de la bureta
	Jeringuilla	5 ml de precisión molida con émbolo de PTFE
	Válvula	Material de contacto líquido de PTFE, accionado por motor de 3 vías
Sistema	Tubería	PTFE con bloque ligero y revestimiento térmico
	Punta dispensadora	Vidrio, posición fija antidifusión
	Recipiente de titulación	Cónico con volumen de operación entre 50-150 mL
	Sistema de manejo de solventes	Sistema sellado, bomba de aire de diafragma integrada
Electrodo	Tipo	Electrodo de polarización de doble pin de platino
	Conexión	BNC
	Corriente de polarización	1, 2, 5, 10, 15, 20, 30 o 40 µA
	Rango de voltaje	2 mV a 1000 mV
	Resolución de voltaje	0,1 mV
	Exactitud	± 0,1%
Agitador	Tipo	Agitador magnético, regulado electrónicamente y digital.
	Velocidad	200 a 2000 RPM
	Resolución	100 RPM
Almacenamiento	Métodos	Hasta 100 métodos (estándar y definidos por el usuario)
	Informes	Hasta 100 informes de titulación completos e informes de tasa de deriva
Periférico Dispositivos	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 mini DIN de 6 pines

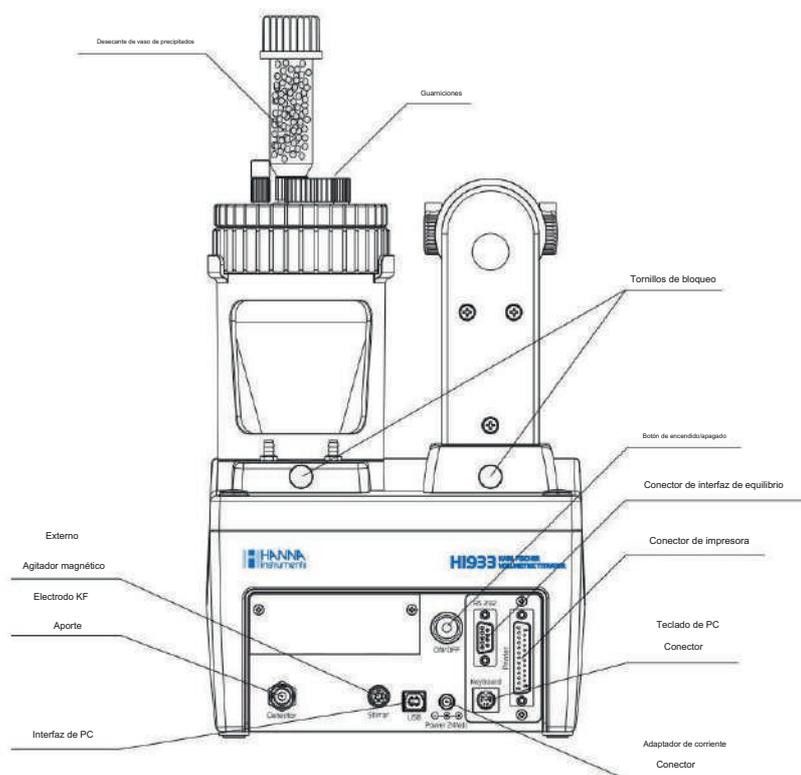
	Mostrar	Pantalla gráfica a color de 5,7" con retroiluminación
	Idiomas	Inglés, portugués, español, francés
	Fuente de alimentación	100-240 V CA, 50/60 Hz
	Consumo de energía	0,5 amperios
Adicional	Material del recinto	ABS, PC y acero inoxidable
Presupuesto	Teclado	Poliéster
	Dimensiones	315 x 205 x 375 mm (12,4 x 8,1 x 14,8 ")
	Peso	aprox. 4,3 kg (9,5 lbs.) con 1 bomba, agitador y sensores
	Entorno operativo	10 a 40 °C (50 a 104 °F); hasta 80 % de humedad relativa
	Entorno de almacenamiento	-20 a 70 °C (-4 a 158 °F); hasta 95 % de humedad relativa

## 1.4. INSTALACIÓN

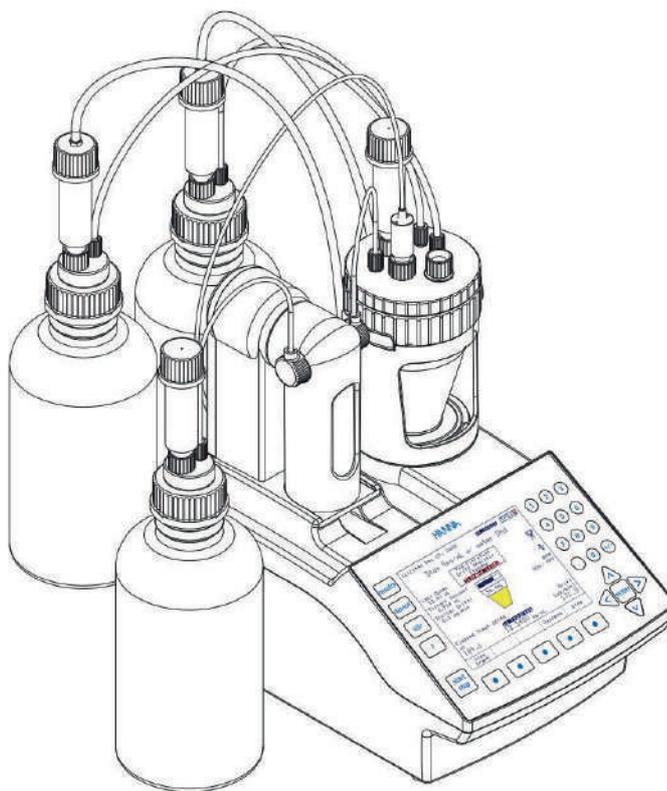
### 1.4.1. VISTA DERECHA DEL TITULADOR



## 1.4.2. VISTA TRASERA DEL TITULADOR



## 1.4.3. VISTA IZQUIERDA DEL TITULADOR



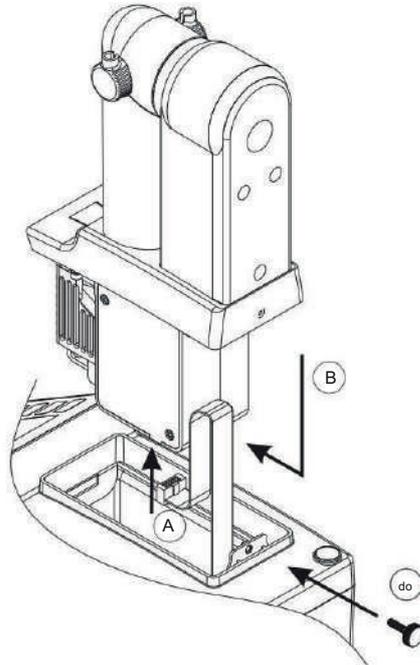
#### 1.4.4. CONJUNTO DEL TITULADOR

Nota: ¡Las operaciones de montaje deben completarse antes de conectar el titulador a la fuente de alimentación!

##### 1.4.4.1. CONEXIÓN DE LA BOMBA

Para conectar la bomba dosificadora, siga estos pasos:

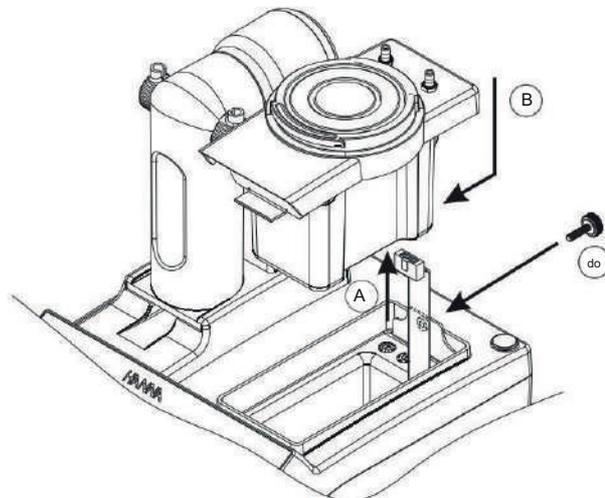
- Retire el cable de la bomba del interior del compartimento izquierdo.
- Conecte el cable a la bomba como se muestra a continuación (A). El conector de la bomba se encuentra en la parte inferior de la bomba.
- Introduzca la bomba en el titulador (B) y deslícela hacia la parte delantera de la carcasa hasta que encaje firmemente.
- Fije la bomba con el tornillo de bloqueo (C).



##### 1.4.4.2. CONEXIÓN DE LA BOMBA DE AIRE Y EL AGITADOR

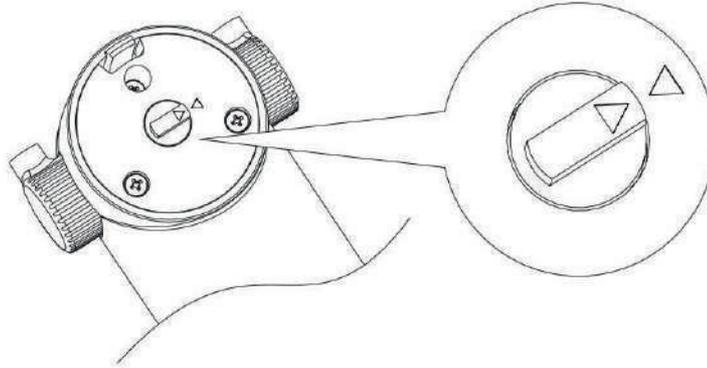
**MAGNÉTICO.** Para conectar la bomba de aire y el agitador magnético,

- siga estos pasos:
- Retire el cable de la bomba de aire del interior del compartimento derecho.
  - Conecte el cable a la bomba de aire como se muestra a continuación (A). La bomba de aire y el agitador magnético se encuentran en la parte inferior del conjunto.
  - 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).

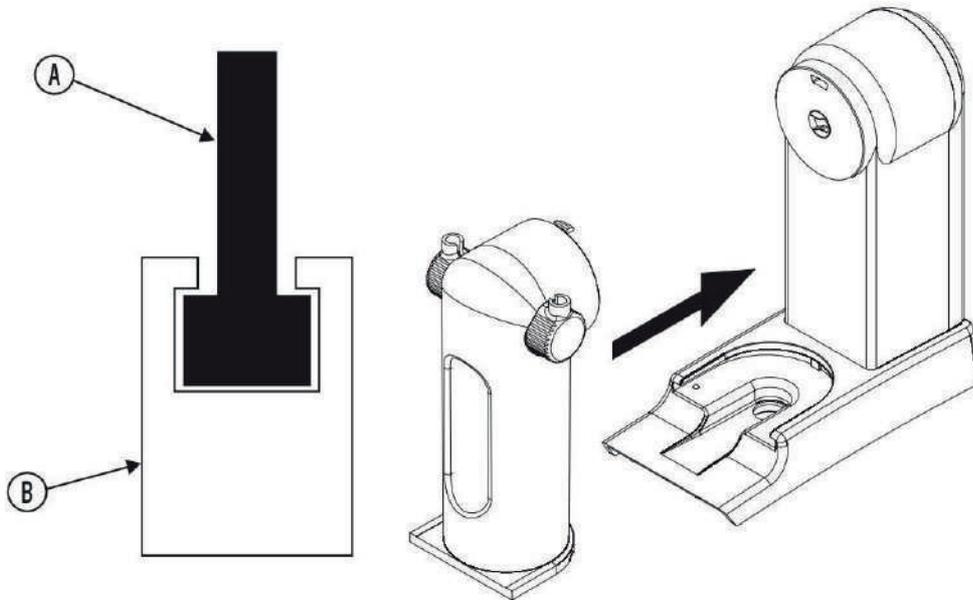


### 1.4.4.3. COLOCACIÓN DE LA BURETA

Asegúrese de que la marca de la tapa de accionamiento de la válvula y el cuerpo de la bureta estén alineados como se muestra a continuación.



Asegurándose del correcto acoplamiento entre el émbolo de la jeringa (A) y el pistón de la bomba (B), deslice la bureta en el soporte de la bomba de bureta.



#### 1.4.4.4. MONTAJE DEL VASO DE PRECINTO Para

montar el vaso de precipitados, siga los pasos a continuación: • Alinee el soporte

del vaso de precipitados (D) con la placa base y fíjelo girando en el sentido de las agujas del reloj. • Coloque el anillo del vaso de

precipitados (C) sobre el soporte del vaso de precipitados (D) con las muescas hacia arriba. • Inserte el vaso de

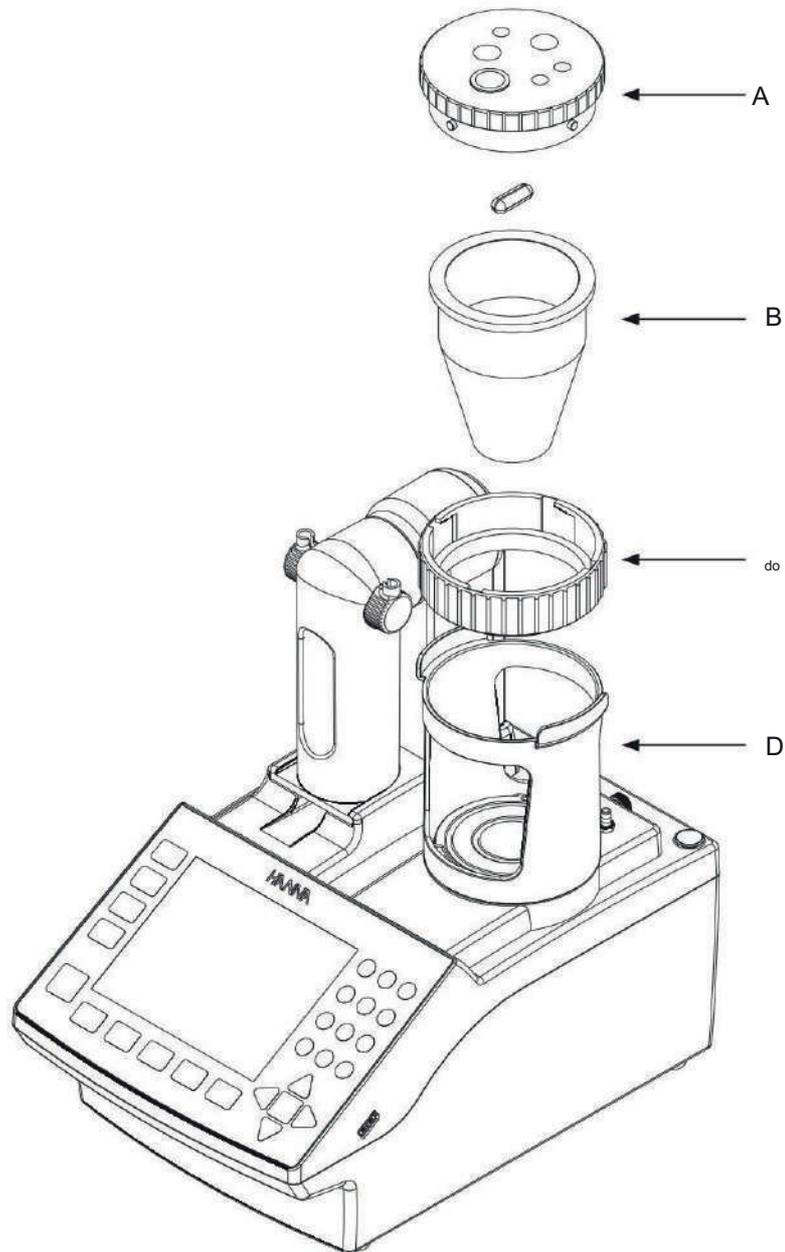
precipitados de vidrio (B) en el anillo del vaso de precipitados (C). • Añada la barra

agitadora al vaso de precipitados de vidrio (B). • Coloque con

cuidado la tapa del vaso de precipitados (A) sobre el vaso de precipitados (B). Asegúrelo en su lugar empujando la tapa del vaso de precipitados a través del anillo del vaso

de precipitados (C) con las 4 muescas del anillo del vaso de precipitados alineadas con los 4 pasadores de acero de la tapa del vaso de precipitados. •

Gire el anillo del vaso de precipitados (C) en el sentido contrario a las agujas del reloj para bloquear la tapa en su lugar.

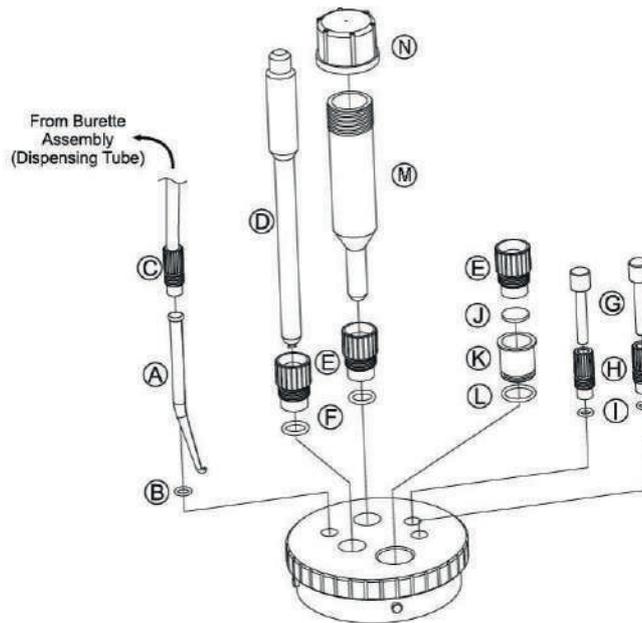


Hola933  
ESCALA 1:2

## 1.4.4.5. TAPA DEL VASO DE PRECIPITADO

¡Advertencia! ¡No apriete demasiado los accesorios! Esto podría causar daños permanentes a las juntas tóricas y a la tapa del vaso.

Para ensamblar la tapa del vaso medidor siga los pasos a continuación:



## 1.4.4.5.1. PUNTA DISPENSADORA ANTIDIFUSIÓN Y TUBO DISPENSADOR

Para instalar la punta antidifusión y el tubo dispensador siga los pasos a continuación:

- Empuje la punta dispensadora (A) a través de la junta tórica de la punta dispensadora (B) hasta que la junta tórica esté en el borde de la punta dispensadora.

Inserte la punta a través del puerto apropiado (el HI933 se envía con la punta dispensadora y la junta tórica instaladas).

- Coloque la punta de modo que la parte angulada apunte hacia el centro del conjunto. • Fije el tubo dispensador (C) del conjunto de la bureta al puerto de la punta dispensadora mediante el conector. Asegúrese de que

La punta permanece orientada hacia el centro del vaso.

## 1.4.4.5.2. ELECTRODO KARL FISCHER Para instalar

el electrodo Karl Fischer en la tapa del vaso de precipitados siga los pasos a continuación:

- Inserte con cuidado el electrodo (D) a través de un conector de 10 mm (E) y una junta tórica de 10 mm (F). • Inserte el electrodo a través del puerto correspondiente en la tapa del vaso. • Alinee

los pasadores con el centro del vaso y fije el conector de 10 mm (E) a la tapa. El electrodo debe estar lo más profundo posible en el vaso sin tocar la barra agitadora.

## 1.4.4.5.3. SISTEMA DE MANEJO DE DISOLVENTES Para

conectar los tubos de la botella de disolvente o de la botella de residuos, siga estos pasos: • Afloje el

conector de 5 mm (H) del puerto de disolvente o de residuos. • Retire el tapón o los tapones deseados (G). • Inserte el tubo de PTFE azul de los

conjuntos de la botella de disolvente o de residuos a través de los conectores de 5 mm (H) y

Apriete las juntas tóricas (I) hasta que se vea aproximadamente 1 cm de tubo dentro del

vaso. • Apriete los conectores de 5 mm (H) hasta que queden bien ajustados. Esto hará que las juntas tóricas (I) sellen alrededor de los tubos.

#### 1.4.4.5.4. TAPÓN DEL PUERTO DE MUESTRA

El HI933 se entrega con el tapón del puerto de muestra montado e instalado. Para reemplazar el septum de goma, siga estos pasos:

- Inserte un tabique de goma rojo (J) en el soporte del tabique (K).
- Fije el tabique con un accesorio de 10 mm (E).
- Coloque la junta tórica del tapón del puerto de muestra (L) en la parte inferior del soporte del tabique (K).
- Inserte el tapón del puerto de muestra ensamblado en el puerto dedicado de la parte superior del vaso de precipitados.

#### 1.4.4.5.5. CARTUCHO DESECANTE

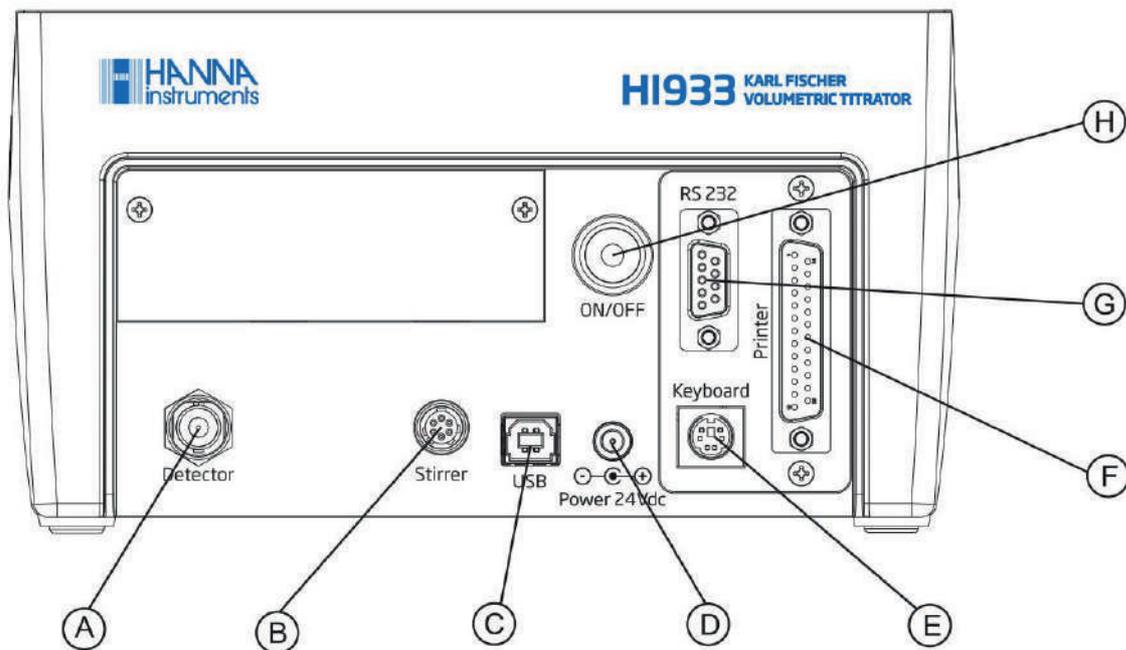
- Inserte el vástago de un cartucho desecante (M) sin tapa dentada para manguera (N) a través de un conector de 10 mm (E) y

Junta tórica de mm (F).

- Insertar en el puerto apropiado de la parte superior del vaso.
- Fijar a la parte superior del vaso con el racor de 10 mm.

#### 1.4.4.5.6. CONEXIONES ELÉCTRICAS

- Conecte el electrodo KF al conector BNC (A).
- Conecte el cable del adaptador de corriente al conector de entrada de alimentación (D).



	Función	Tipo de conector
	Un detector	Conector BNC
B	Agitador	Conector de 6 pines
	Interfaz USB C	Estándar USB B
	Conector de entrada de alimentación D (24 VCC)	Conector de alimentación de CC
	Teclado externo de PC	Mini DIN de 6 pines (PS2 estándar)
F	Impresora	Zócalo DB-25
	Interfaz G RS232 (Interfaz de equilibrio)	Zócalo DB-9
H	Interruptor de encendido	

#### 1.4.4.6. CONJUNTO DE BOTELLA DE TITULANTE, DISOLVENTE Y RESIDUOS

Los conjuntos de tapas de botellas están equipados con cartuchos desecantes que contienen gel de sílice indicador que garantiza que el aire que pasa a través del sistema de manipulación de solvente se haya secado.

El desecante tiene una capacidad limitada para absorber la humedad y suele agotarse después de 2 a 4 semanas. El gel de sílice, con o sin indicador, puede regenerarse a 150 °C.

Las tapas de las botellas están hechas de PTFE y han sido diseñadas para acomodar botellas de reactivos con tapas roscadas tipo GL-45.

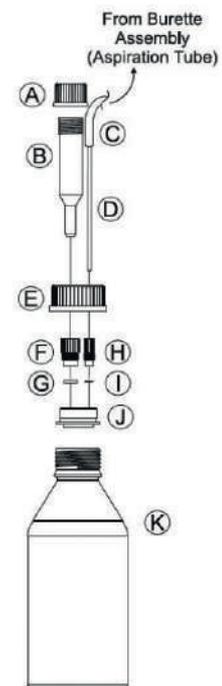
Los conjuntos de tapas de botellas de desechos y solventes incluyen un tubo de PTFE azul para el manejo de solvente Karl Fischer líquido y un tubo flexible transparente a base de silicona para usar con la bomba de aire.

##### 1.4.4.6.1. CONJUNTO DE BOTELLA DE TITULANTE (HI900530)

Precaución: La mayoría de los titulantes Karl Fischer emiten vapores nocivos. Consulte la hoja de datos de seguridad (MSDS) del fabricante para obtener instrucciones de manejo seguro.

Para ensamblar el frasco titulante, siga los pasos a continuación:

- Inserte la parte superior de PTFE (J) en una tapa de rosca GL45 (E).
- Inserte un cartucho desecante (B) sin tapa dentada para manguera (A) a través de un conector de 10 mm (F) y una junta tórica de 10 mm (G).
- Inserte y atornille el conjunto del cartucho desecante en el orificio correspondiente de la tapa de PTFE blanca (J). Fijelo con un racor de 10 mm (F).
- Asegúrese de que el protector del tubo (C) esté instalado en el tubo de aspiración (D).
- Inserte el tubo de aspiración de la bureta (D) en el conector de 3 mm correspondiente (H) y Coloque la junta tórica de 3 mm (I).
- Inserte y enrosque el conector del tubo de aspiración en el orificio correspondiente de la tapa.
- Empuje el tubo de aspiración completamente dentro del frasco de titulante hasta que solo quede el protector del tubo. (C) es visible fuera de la botella de titulante (K).
- Enrosque la tapa GL45 (E) con el conjunto completo en la botella de titulante (K).

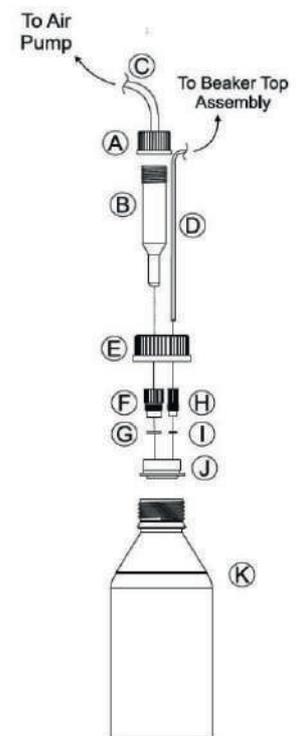


##### 1.4.4.6.2. CONJUNTO DE BOTELLA DE DISOLVENTE Y DESECHOS (HI900531)

Precaución: La mayoría de los disolventes Karl Fischer desprenden vapores nocivos. Consulte la hoja de datos de seguridad (MSDS) del fabricante para obtener instrucciones de manejo seguro.

Para ensamblar la botella de solvente o de desechos, siga los pasos a continuación:

- Inserte una tapa de PTFE (J) en una tapa GL45 (E).
- Enrosque la tapa del desecante con la espiga de manguera roscada (A).
- Inserte un cartucho desecante (B) con tapa dentada para manguera (A) a través de un conector de 10 mm (F) y una junta tórica de 10 mm (G).
- Inserte y atornille el conector desecante en el orificio correspondiente. Fije el conjunto del cartucho desecante a la tapa de PTFE (J) con un conector de 10 mm (F).
- Inserte el tubo de disolvente/desechos (D) en el conector de 5 mm (H) y coloque la junta tórica (I).
- Inserte y enrosque el conector del tubo en el orificio correspondiente de la tapa.
- Enrosque la tapa GL45 (E) con el conjunto completo en la botella de titulante (K).
- Conecte el tubo de aire (C) a la tapa del desecante (A) y ajústelo a la posición correspondiente de la bomba de aire. La posición "Llenar" se conecta al conjunto de la botella de disolvente. La posición "Vaciar" se conecta al conjunto de la botella de residuos.

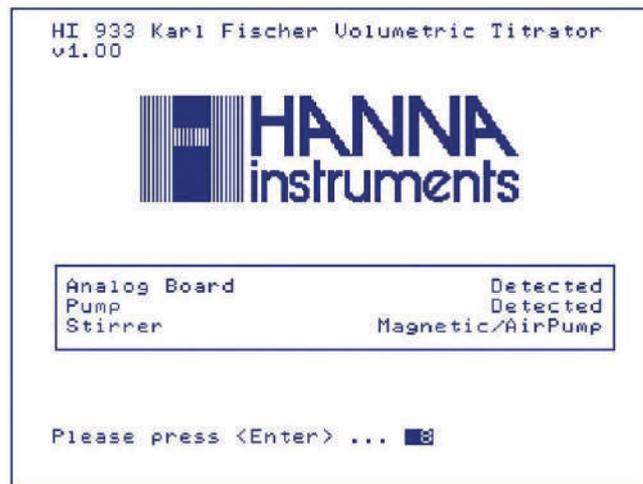


## 2. INTERFAZ DE USUARIO

### 2.1. PUESTA EN MARCHA

Una vez ensamblado e instalado el instrumento, siga los pasos a continuación para iniciar el titulador: •

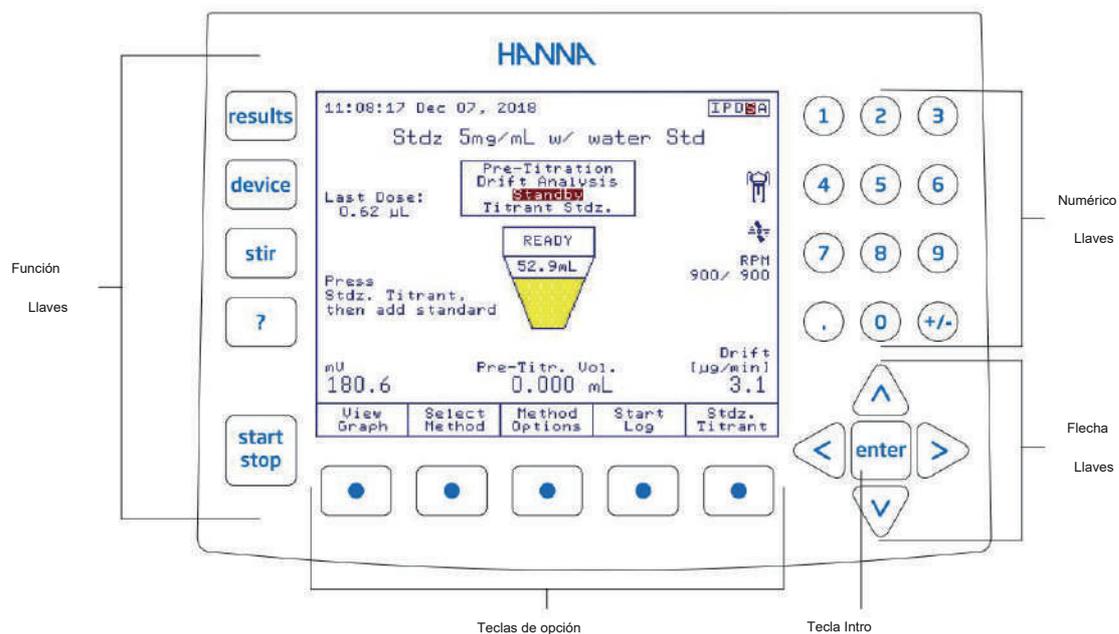
- Conecte el titulador a una toma de corriente con el adaptador de corriente suministrado.
- Encienda el titulador con el interruptor de encendido ubicado en la parte posterior del instrumento.
- Espere a que el titulador finalice el proceso de se inicie.  • Presione inicialización cuando se le solicite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



Nota: Todos los procesos de inicialización deben completarse correctamente. Si alguno 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 está agrupado en cinco categorías, como se detalla a continuación:



### 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:



Inicia o detiene un proceso de titulación



Enciende y apaga el agitador seleccionado



Reservado



Acceda al menú de parámetros de datos (informes, GLP, información del medidor, configuración de informes)



Muestra 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 presionando

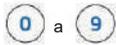


### 2.2.3. TECLAS DE FLECHA

Estas teclas tienen las siguientes funciones:

- Mueva el cursor en pantalla.
- Aumente y disminuya la velocidad del agitador y otros ajustes.
- Seleccionar un carácter (sólo pantalla alfanumérica).
- Navegar por las opciones del menú.

### 2.2.4. TECLAS NUMÉRICAS



Teclas utilizadas para entradas numéricas.



Alterna entre valores positivos y negativos.



Se utiliza para el punto decimal.

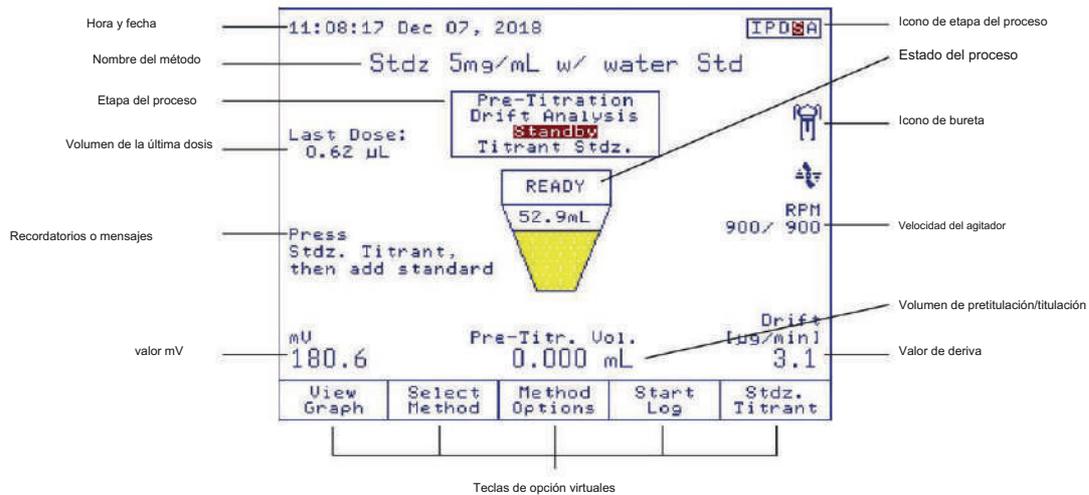
### 2.2.5. TECLA ENTER

Esta tecla tiene las siguientes funciones:

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

### 2.3. PANTALLA

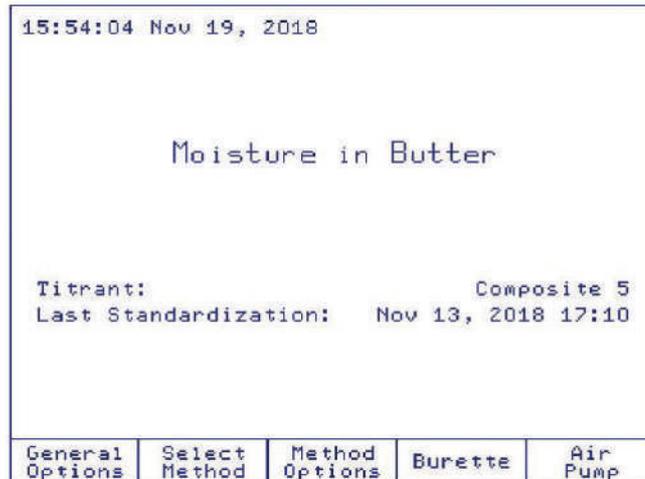
El titulador cuenta con una gran pantalla gráfica a color. A continuación se muestra la pantalla principal con breves explicaciones de sus segmentos.



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

#### 2.3.1. LA PANTALLA INACTIVA

Después del arranque y la inicialización, la primera pantalla que se muestra es la pantalla inactiva.



Campos de pantalla inactiva:

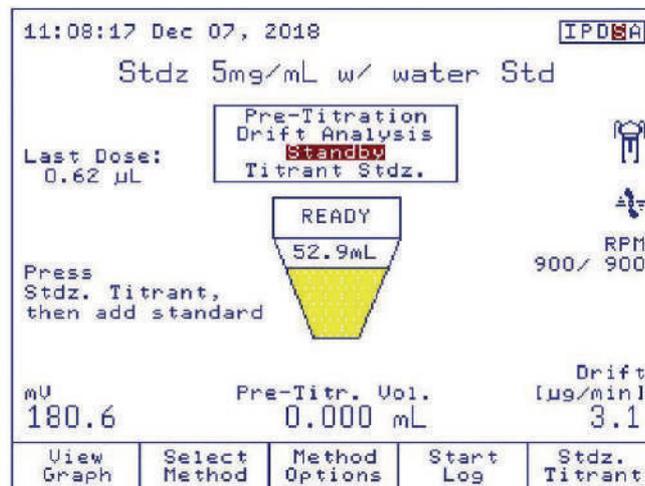
- Nombre del método:** Muestra el nombre del método seleccionado.
- Hora y fecha:** Muestra la fecha y hora actuales.
- Información del agitador:** La velocidad real/configurada del agitador se muestra en RPM. Cuando el agitador está apagado, no se muestra su información.
- Titulante:** muestra el nombre del titulante actual.
- Última estandarización:** muestra la fecha y hora de estandarización del titulante.
- Recordatorios:** Indica cuándo es necesario realizar una tarea y muestra mensajes de error o advertencia.

## 2.3.2. LA PANTALLA DE PROCESO

Cuando el usuario presiona pantalla.



Mientras está en modo inactivo, se inician todos los procesos relacionados con la titulación. El titulador muestra el proceso.



Campos de la pantalla de proceso:

Nombre del método:	Muestra el nombre del método seleccionado.
Hora y fecha:	Muestra la fecha y hora actuales.
Campo de etapa del proceso:	Muestra el proceso actual (Pre-titulación, Análisis de deriva, En espera, Análisis de muestra / Estandarización de titulante).
Estado del proceso:	Muestra el estado del proceso con un dibujo descriptivo.
lectura de mV:	Muestra el potencial del electrodo KF.
Titulante dispensado:	Muestra el volumen total de titulante dispensado.
Última dosis:	Muestra el último volumen de dosis de titulante.
Valor de deriva:	Muestra el valor de deriva (cuando está disponible).
Información del agitador:	La velocidad real/establecida del agitador se muestra en RPM.
Estado de la bureta:	Se muestra un dibujo descriptivo que indica que la bureta está activa y no se puede quitar.
Recordatorios:	Indica cuándo es necesario realizar una tarea y muestra mensajes de error o advertencia.

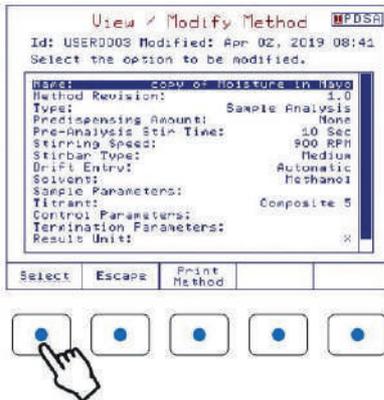
## 2.4. NAVEGACIÓN POR MENÚS

## 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

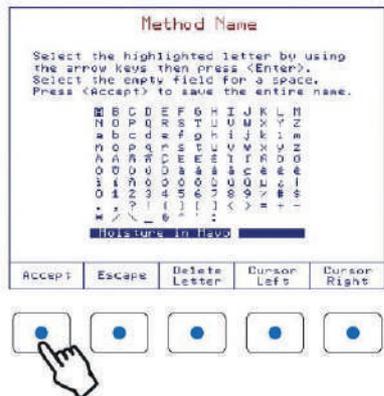


Para seleccionar un elemento de la pantalla del menú, utilice las teclas de flecha  y  para mover el cursor.

Cuando el menú es más grande que la pantalla, una barra de desplazamiento está activa en el lado derecho.

Para activar el elemento de menú seleccionado, presione  o .

## 2.4.3. INTRODUCCIÓN DE TEXTO



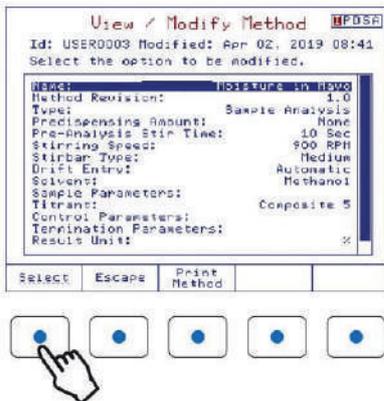
Para ingresar texto en un cuadro de entrada alfanumérico, primero borre el texto anterior utilizando las teclas .

de flecha. Para ingresar una letra, resáltela utilizando las teclas de flecha y luego  Utilice el

presione el mismo procedimiento para ingresar el nombre completo.

Para editar, utilice las teclas  y .

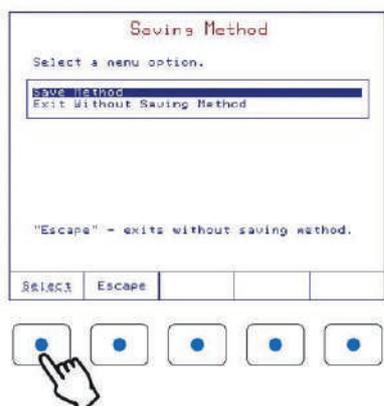
Cuando finalice la edición, presione .



El nombre del método se actualizará y se mostrará en el campo de nombre de la pantalla Ver/Modificar método.

Cuando se hayan configurado todos los parámetros deseados, presione .

## 2.4.4. GUARDAR MODIFICACIONES



La pantalla "Método de guardado" permite guardar las modificaciones.

Para salir sin guardar, pulse  o seleccione "Salir sin guardar".

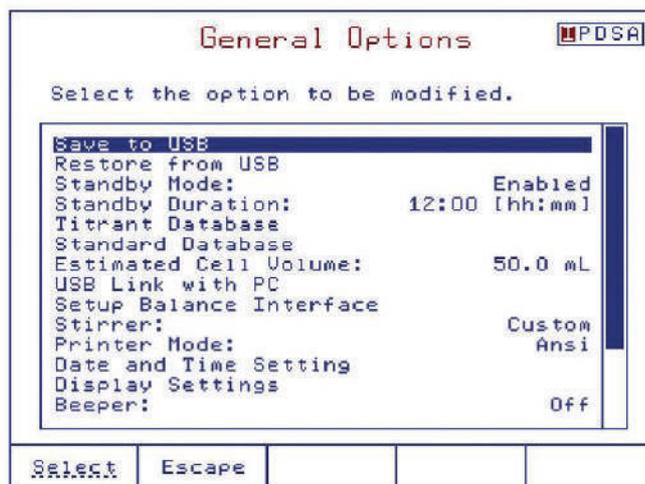
Opción y luego presione  Para guardar las modificaciones, resalte la opción Guardar método y luego presione .

Nota: Para acceder al menú de ayuda contextual, pulse  en cualquier momento. La ayuda está relacionada con la pantalla mostrada.

Pulse  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 para acceder a esta  pantalla. En modo pre-titulación, en espera o durante una titulación, pulse la tecla <<Inicio>> en un teclado PS/2 para acceder a esta pantalla.



#### 3.1. GUARDAR ARCHIVOS EN UN DISPOSITIVO DE ALMACENAMIENTO USB

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

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



En el titulador, los tipos de archivos disponibles son:

- Archivos de métodos estándar - HIXXXXY.MTD (por ejemplo: HI8001EN.MTD, HI8101EN.MTD)
- Archivos de métodos de usuario - USERXXX.MTD (por ejemplo: USER0001.MTD)
- Archivos de informes de usuario - DR\_xxxx.RPT, KF\_xxxx.RPT (por ejemplo: DR\_00001.RPT, KF\_00001.RPT)

deriva/titulación Inserte el dispositivo de almacenamiento USB en el puerto USB en el lado derecho del titulador.

Utilice  y  las teclas para seleccionar el tipo de archivo. Se mostrarán el número y el nombre de los archivos.

Utilice  y  las teclas para desplazarse por la lista.

Las teclas de opción permiten las siguientes operaciones:

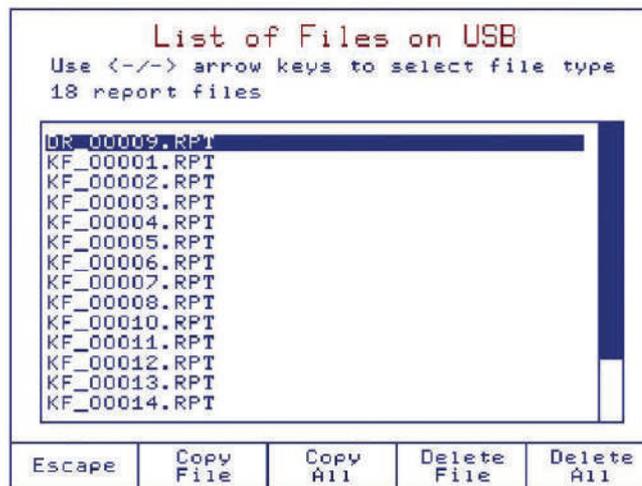
Escape	Regresa a la pantalla Opciones generales.
Copy File	Copia el archivo resaltado del titular al dispositivo de almacenamiento USB.
Copy All	Copia todos los archivos mostrados actualmente desde el titular al dispositivo de almacenamiento USB.
Delete File	Elimina el archivo resaltado.
Delete All	Elimina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

Nota: Los archivos guardados se almacenarán en la memoria USB en la carpeta HI933, de la siguiente manera:

- Métodos: Unidad USB\HI933\Métodos\\*.mtd
- Informes: Unidad USB\HI933\Informes\\*.rpt

### 3.2. RESTAURAR ARCHIVOS DESDE UN DISPOSITIVO DE ALMACENAMIENTO USB

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



Los tipos de archivos que se pueden transferir son:

Archivos de métodos estándar	-	HIXXXXXY.MTD (por ejemplo: HI8001EN.MTD, HI8101EN.MTD)
Archivos de métodos de usuario	-	USERXXXX.MTD (por ejemplo: USER0001.MTD)
Archivos de informes de derivación/titulación	-	DR_xxxx.RPT, KF_xxxx.RPT (por ejemplo: DR_00001.RPT, KF_00001.RPT)

deriva/titulación Inserte el dispositivo de almacenamiento USB en el puerto USB en el lado derecho del titular.

Utilice las teclas para  y  para seleccionar el tipo de archivo. Se mostrarán el número y el nombre de los archivos.

Utilice las teclas  y  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 desde el almacenamiento USB al titular.
Copy All	Copia todos los archivos mostrados actualmente desde el almacenamiento USB al titular.
Delete File	Elimina el archivo resaltado.
Delete All	Elimina todos los archivos mostrados actualmente.

Nota: Para restaurar archivos desde una memoria USB, asegúrese de que los métodos y/o informes que desea transferir estén correctos.

Los titulares están en la carpeta correcta:

- Métodos: Unidad USB\HI933\Métodos\\*.mtd
- Informes: Unidad USB\HI933\Informes\\*.rpt

### 3.3. MODO DE ESPERA

Opción: Deshabilitado o Habilitado

Al habilitar esta opción, el titulador regresará al modo de espera automáticamente una vez completada la titulación.

Standby Mode				
Select the option for standby mode.				
<div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">           Disabled  <b>Enabled</b> </div>				
Select	Escape			

### 3.4. DURACIÓN DEL MODO DE ESPERA

Opción: 10 minutos a 72 horas

El usuario puede ingresar el período de tiempo durante el cual la celda se mantiene seca y lista para el análisis posterior una vez finalizada la titulación.

Standby Duration				
Enter time period (at least 10 min.) for which titrator will run in standby mode.				
hours		minutes		
<b>12</b>		00		
Low Limit: 00:10				
High Limit: 72:00				
Press <Next> to move to the next entry.				
Accept	Escape	Delete Digit	Next	

El agitador externo se detecta automáticamente cuando se conecta.

### 3.5. BASE DE DATOS DE TITULANTE

Esta pantalla permite al usuario almacenar información sobre los titulantes, incluido el nombre y la información de estandarización.

**Titrant Database**

Select the KF titrant to be modified.

KF Titrant	
Composite 2	
Composite 1	

Titrant Type:	One-component
Nominal Titrant Conc.:	2.0000 mg/mL
Standardized Titrant Conc.:	2.0000 mg/mL
Date/Time:	Jan 22, 2018 12:18
Titrant Age Reminder:	Disabled

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

El valorante del método seleccionado no se puede modificar desde esta pantalla. Para obtener más información sobre la funcionalidad completa de la base de datos, consulte la sección "Opciones del método".

### 3.6. BASE DE DATOS ESTÁNDAR

Esta pantalla permite al usuario almacenar información sobre los estándares, incluido el nombre y la concentración.

**Standard Database**

Select the KF standard to be modified.

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

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

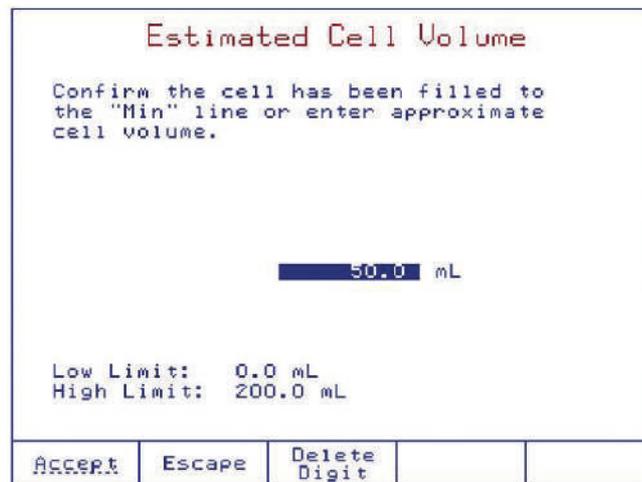
Escape	Edit	New Standard	Delete
--------	------	--------------	--------

El estándar del método seleccionado no se puede modificar desde esta pantalla. Para obtener más información sobre la funcionalidad completa de la base de datos, consulte la sección "Opciones de método".

### 3.7. VOLUMEN CELULAR ESTIMADO

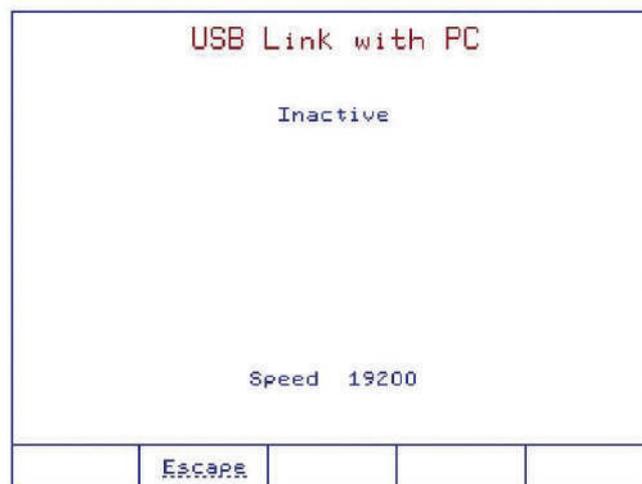
Opción: 0,0 mL a 200,0 mL

Utilice el teclado numérico para ingresar el volumen estimado de solución en el vaso de titulación.



### 3.8. ENLACE 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 del enlace USB con la PC.

"Activo" significa que el titulador está utilizando la comunicación USB con la PC y no con otro dispositivo.

"Listo" muestra que el titulador puede comunicarse con la PC.

Durante la transferencia de cualquier información entre la PC y el titulador, se muestra "Transmitir" y el estado.

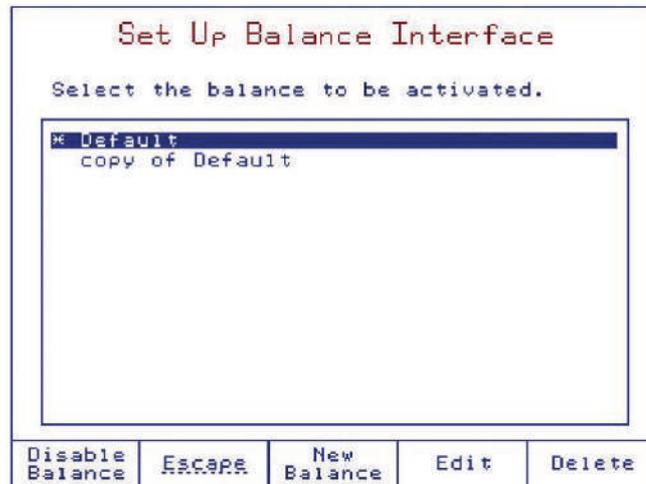
Nota: Para que nuestros usuarios puedan acceder a la última versión del software Hanna Instruments compatible con PC, hemos puesto

los productos a disposición para su descarga en <http://software.hannainst.com>. Seleccione el código del producto y haga clic en

"Descargar ahora". Una vez completada la descarga, utilice el archivo setup.exe para instalar el software.

## 3.9. CONFIGURACIÓN DE LA INTERFAZ DE EQUILIBRIO

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



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

Enable Balance	Habilita el saldo seleccionado.
Disable Balance	Desactiva la balanza seleccionada (la adquisición automática de peso no estará disponible).
Escape	Regresa a la pantalla Opciones generales.
New Balance	Agrega un nuevo saldo a la lista.
Edit	Personaliza los parámetros de comunicación serial. Se abrirá la pantalla de configuración de la balanza.
Delete	Elimina el saldo resaltado.

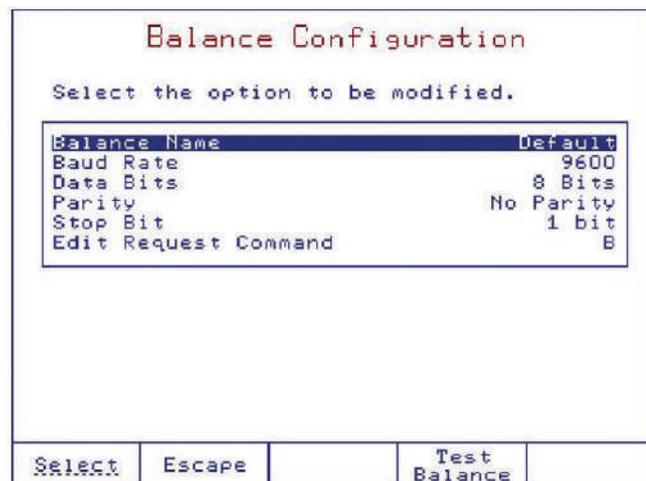
Nota: Debe haber al menos un saldo en la lista.

Asegúrese de que la configuración de la balanza coincida con la de su balanza (velocidad en baudios, bits de datos, paridad, número de bit de parada, sintaxis del comando de solicitud). Podría ser necesario cambiar la configuración de su balanza. Los usuarios deben consultar el manual de instrucciones de su balanza.

Antes de salir de esta pantalla asegúrese de que la conexión con la balanza esté funcionando correctamente presionando el botón



llave.



### 3.10. AGITADOR

Opción: Interno, Externo, Personalizado

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

```
Stirrer

Select the option.

Internal
External
Custom

Select  Escape
```

### 3.11. MODO IMPRESORA

Opción: Ansi, Ascii, Texto

```
Printer Mode

Select the option.

Ansi
Ascii
Text

Select  Escape
```

Modo ANSI: Utilice este modo cuando la impresora esté configurada como ANSI. En este caso, todos los caracteres/símbolos acentuados disponibles en el titulador se imprimirán en la impresora.

Modo ASCII: Utilice este modo cuando la impresora esté configurada como ASCII. En este caso, solo se mostrarán algunos caracteres o símbolos acentuados. disponible en el titulador se imprimirá en la impresora.

Modo de texto: este modo se recomienda cuando el usuario no necesita imprimir caracteres acentuados.

### 3.12. AJUSTE DE FECHA Y HORA

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

Utilice las teclas  y o  las teclas numéricas para modificar la fecha y la hora.

Prensa  para mover el cursor al siguiente campo.

Prensa  o  para cambiar el formato de hora.



### 3.13. CONFIGURACIÓN DE PANTALLA

Esta pantalla permite al usuario personalizar la configuración de visualización.

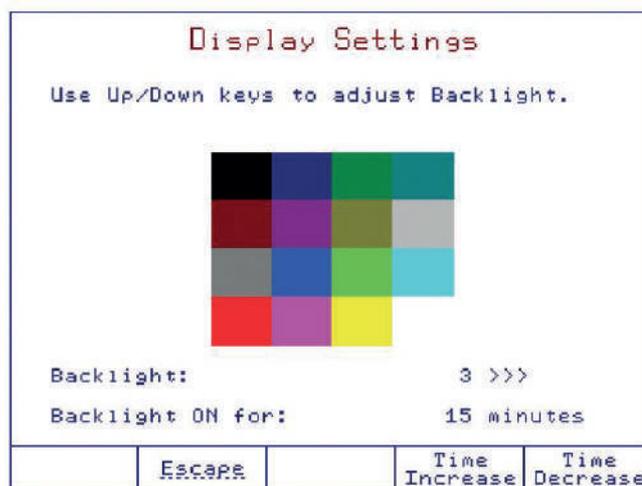
Teclas de opción:

 Aumenta el intervalo de tiempo del protector de luz de fondo

 Disminuye el intervalo de tiempo del protector de luz de fondo

La intensidad de la luz de fondo se puede ajustar utilizando  y  Hay 8 niveles llaves.

de intensidad de luz de fondo, que van de 0 a 7.



La paleta de colores mostrada permite seleccionar la intensidad de luz de fondo adecuada.

La opción de ahorro de luz de fondo protege la pantalla durante los períodos de espera, cuando no se presiona ninguna tecla durante un tiempo determinado.

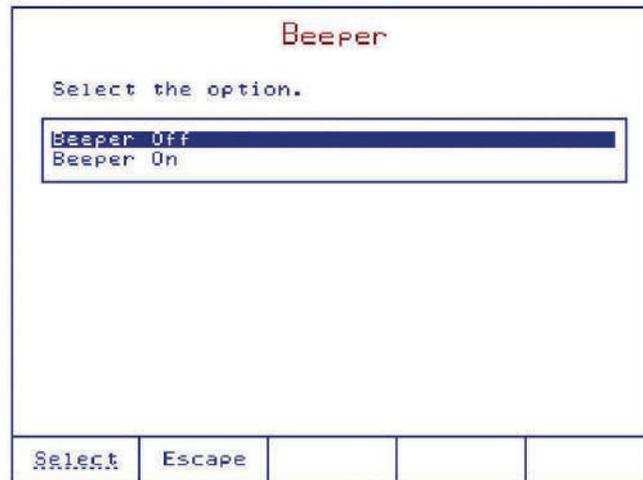
Si la luz de fondo está apagada, cualquier pulsación de tecla reactivará la luz de fondo sin realizar ninguna acción.

El intervalo de duración del protector de luz de fondo es de entre 1 y 60 minutos. Para desactivarlo, aumente el tiempo al máximo permitido. Aparecerá la indicación "Off".

### 3.14. ZUMBADOR

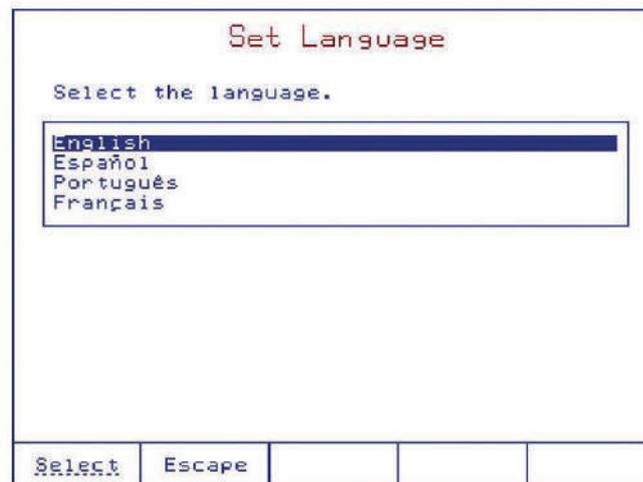
Opción: Activado o

Desactivado Si está habilitado (activado), sonará una alerta audible después de que se complete una titulación, cuando se presione una tecla no válida o cuando ocurra un error crítico durante la titulación.



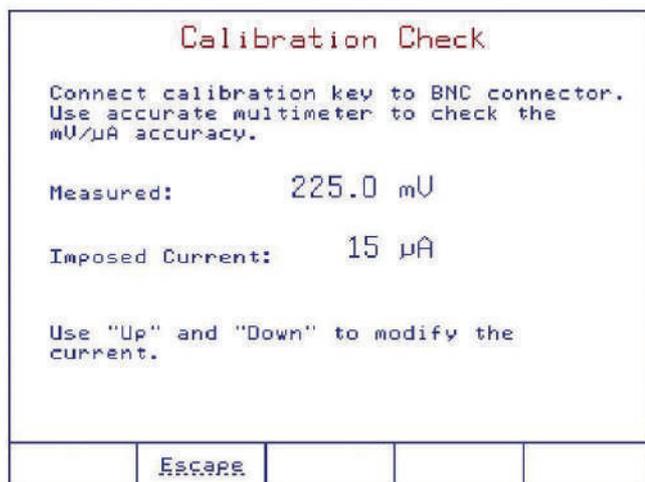
### 3.15. LENGUAJE

Opción: English, Español, Português, Français



### 3.16. COMPROBACIÓN DE CALIBRACIÓN

Esta pantalla permite al usuario 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 HI900941 y un multímetro mV/µA (no incluido).

Desconecte el electrodo KF, luego conecte la llave de calibración HI900941 a la entrada del electrodo (conector BNC).

Para comprobar la entrada mV:

Coloque el multímetro en modo mV.

Cambie la tecla de calibración al modo mV presionando el botón rojo.

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

Utilice las teclas  y  para cambiar la corriente impuesta (lista predefinida).

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 µA:

Coloque el multímetro en modo µA.

Cambie la tecla de calibración al modo µA presionando el botón rojo.

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

La lectura en el multímetro debe estar de acuerdo con el valor µA prescrito en la pantalla del titulador.

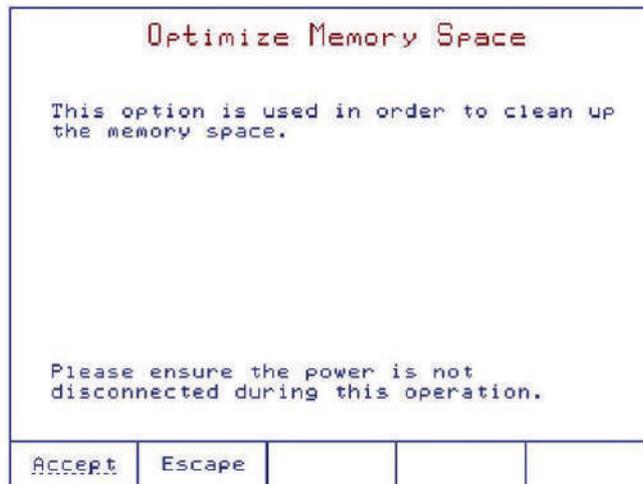
### 3.17. RESTABLECER A LA CONFIGURACIÓN PREDETERMINADA

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



### 3.18. OPTIMIZAR EL ESPACIO DE MEMORIA

Esta pantalla permite al usuario ejecutar una utilidad de desfragmentación de memoria para aumentar la velocidad de acceso a la memoria caché. Presione **Accept** y luego reinicie el titulador. No desconecte la alimentación durante esta operación.



### 3.19. ACTUALIZACIÓN DEL 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 "Setup933" a un dispositivo de almacenamiento USB.
- Inserte el dispositivo de almacenamiento USB en el titulador.

Vaya a Opciones generales y luego a Actualizar software. El titulador mostrará la versión actual y la nueva del software.

- Prensas **Accept** Cuando se le solicite, retire el dispositivo de almacenamiento USB y reinicie el titulador.

## 4. MÉTODOS DE TITULACIÓN

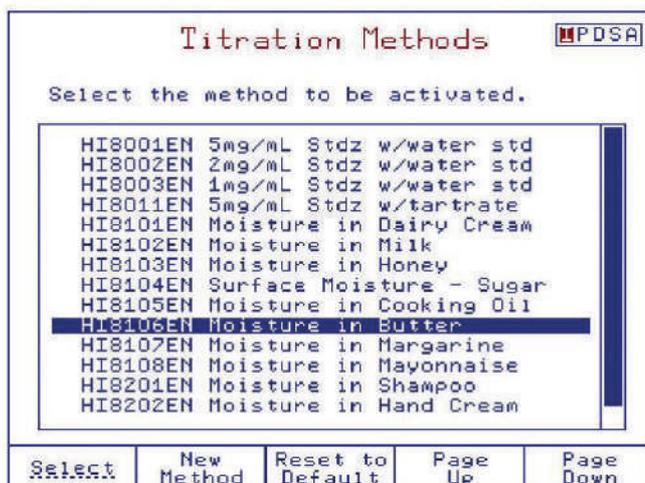
Todos los parámetros necesarios para completar un análisis se agrupan en un método.

El titulador se suministra con un paquete de métodos estándar, estos métodos han sido desarrollados por Hanna Instruments y pueden utilizarse para crear métodos de usuario.

Los métodos estándar y de usuario se pueden actualizar, guardar o eliminar conectando el titulador a una PC mediante la aplicación para PC HI900 o una unidad flash USB.

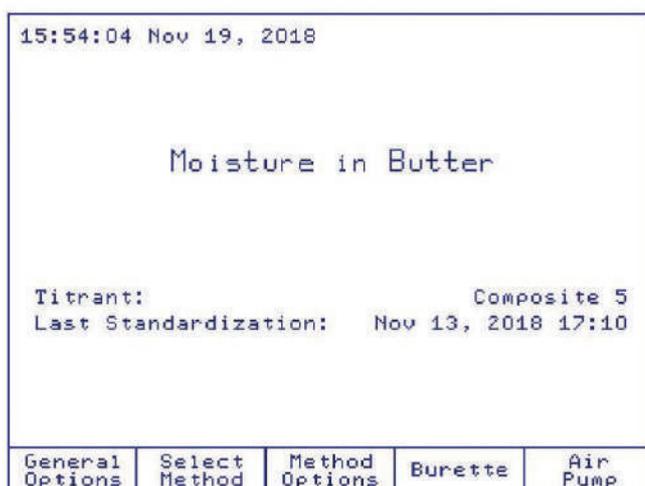
### 4.1. SELECCIÓN DE MÉTODOS

Para seleccionar un método, presione  Desde la pantalla principal, se mostrará una lista de 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 la  El nombre del método seleccionado se mostrará en pantalla principal.



### 4.2. MÉTODOS ESTÁNDAR

Los métodos estándar se desarrollan para los tipos de análisis más comunes.

El usuario sólo puede modificar parámetros específicos del método (consulte la sección [Opciones del método](#)).

Además, los métodos estándar se pueden utilizar como plantilla para crear nuevos métodos de usuario.

#### 4.2.1. ACTUALIZACIÓN DE LOS MÉTODOS ESTÁNDAR

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

Desde el dispositivo de almacenamiento USB:

- Inserte el dispositivo de almacenamiento USB en el puerto USB, ubicado en el lado derecho del titulador.
- Presione **General Options** desde la pantalla principal.
- Usando las teclas **▲** y **▼** resalte la opción Restaurar desde dispositivo de almacenamiento USB y seleccione las teclas **Select** navegue por **▶**.
- Se **◀** y **▶** los tipos de archivo para encontrar los "archivos del método estándar". La lista con los archivos disponibles...  
mostrarán los métodos estándar usados.
- Presione el **Copy File** o **Copy All** Clave para actualizar el titulador con los métodos estándar.
- Prensa **Escape** para regresar a la pantalla Opciones generales.

Desde PC:

Puede actualizar el titulador con métodos estándar desde una PC usando la aplicación para PC **HI900** (consulte [Opciones generales](#) sección).

#### 4.2.2. ELIMINACIÓN DE MÉTODOS ESTÁNDAR

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

Desde la pantalla de Opciones generales:

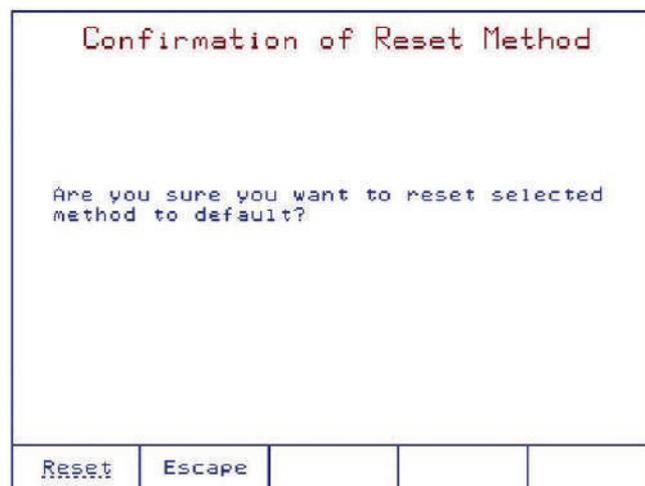
- Con las teclas **▲** y **▼** resalte la opción Guardar en USB y pulse. Con las teclas **Select** **▶** y **▶** navegue por el menú de tipos de archivo para encontrar "archivos de método estándar".  
Se mostrarán los métodos estándar disponibles.
- Presione el **Delete** o **Delete All** Claves para eliminar métodos estándar innecesarios.
- Presione **Escape** para volver a la pantalla Opciones generales.

Desde PC:

Los métodos estándar innecesarios se pueden eliminar del titulador mediante la aplicación para PC **HI900** (consulte [Opciones generales](#) sección).

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

Puede restaurar los métodos estándar a la configuración predeterminada resaltando un método estándar y presionando **Reset to Default**.



### 4.3. MÉTODOS DE USUARIO

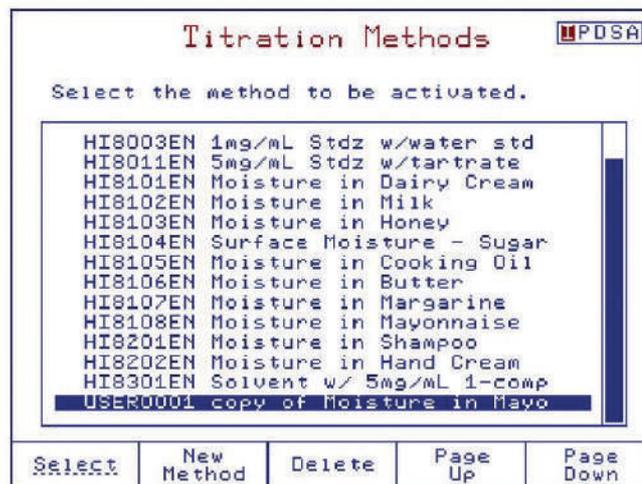
Estos métodos son definidos por el usuario (generalmente modificando un método estándar).

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 desde un método de usuario estándar o generado previamente y siga estos pasos:

- Presione  desde la pantalla principal.
- Uso de  y  teclas, resalte un método existente de la lista de métodos.
- Presione . Se generará un nuevo método de usuario.
- Presione  para activar el método de usuario recientemente generado.



Nota: Solo se puede instalar un número limitado de métodos en el titulador. El titulador admite 100 métodos (estándar y de usuario). Al alcanzar el límite, se muestra un mensaje de advertencia.

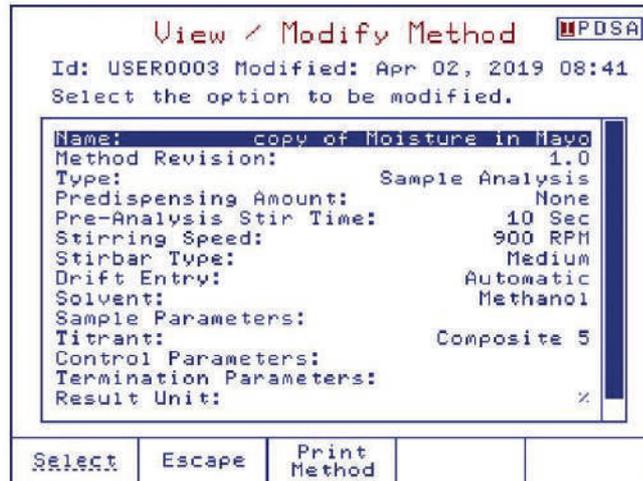
#### 4.3.2. ELIMINACIÓN DE MÉTODOS DE USUARIO

Para eliminar un método de usuario, pulse  en la pantalla principal. Resalte el método que desea eliminar y aparecerá una pantalla para confirmar la prensa  eliminación. Pulse de nuevo para confirmar  o pulse  para cancelar. 



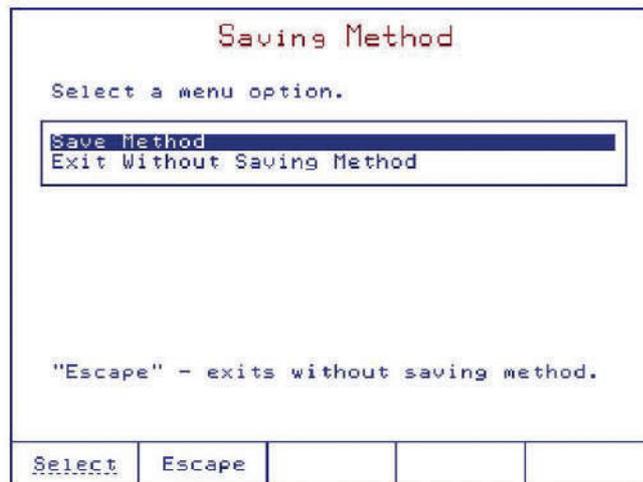
## 4.4. MÉTODO DE VISUALIZACIÓN/MODIFICACIÓN

Para modificar los parámetros del método, Method Options Desde la pantalla principal. Una lista de todos los parámetros de las teclas ^ y v presione y se mostrará el método. Presione Select y seleccione las opciones para resaltar la opción que desea modificar y elegir Select.



Para salir de la pantalla Ver/Modificar método, presione las Escape tecla y resalte Guardar método y presione Select Para salvar modificaciones.

Presione Escape para descartar los cambios.



## 4.5. OPCIONES DE MÉTODO

Nota: Solo se pueden cambiar ciertas opciones de método para los métodos estándar.

## 4.5.1. Opción

NOMBRE: Hasta 24 caracteres

Method Name

Select the highlighted letter by using the arrow keys then press <Enter>. Select the empty field for a space. Press <Accept> to save the entire name.

A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M
N	O	P	Q	R	S	T	U	V	W	X	Y	Z
a	b	c	d	e	f	g	h	i	j	k	l	m
n	o	p	q	r	s	t	u	v	w	x	y	z
À	Á	Â	Ã	Ä	Å	Æ	Ç	È	É	Ê	Ë	Ì
Í	Î	Ï	Ñ	Ò	Ó	Ô	Õ	Ö	Ù	Ú	Û	Ü
Ý	ÿ	ÿ	ÿ	ÿ	ÿ	ÿ	ÿ	ÿ	ÿ	ÿ	ÿ	ÿ
0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	%	#	\$
.	,	?	!	(	)	[	]	<	>	=	+	-
*	/	\	_	~	^	'	:					

Water in Butter

Accept	Escape	Delete Letter	Cursor Left	Cursor Right
--------	--------	---------------	-------------	--------------

## 4.5.2. REVISIÓN DEL MÉTODO

Opción: Hasta 3 caracteres

Method Revision

Select the highlighted letter by using the arrow keys then press <Enter>. Select the empty field for a space. The revision string format is "X.X".

A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M
N	O	P	Q	R	S	T	U	V	W	X	Y	Z
a	b	c	d	e	f	g	h	i	j	k	l	m
n	o	p	q	r	s	t	u	v	w	x	y	z
À	Á	Â	Ã	Ä	Å	Æ	Ç	È	É	Ê	Ë	Ì
Í	Î	Ï	Ñ	Ò	Ó	Ô	Õ	Ö	Ù	Ú	Û	Ü
Ý	ÿ	ÿ	ÿ	ÿ	ÿ	ÿ	ÿ	ÿ	ÿ	ÿ	ÿ	ÿ
0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	%	#	\$
.	,	?	!	(	)	[	]	<	>	=	+	-
*	/	\	_	~	^	'	:					

1.0

Accept	Escape	Delete Letter	Cursor Left	Cursor Right
--------	--------	---------------	-------------	--------------

#### 4.5.3. TIPO DE MÉTODO

Opción: Análisis de muestra o estandarización del titulante

Method Type

Choose the method application type.

Sample Analysis  
Titrant Standardization

Select Escape

#### 4.5.4. CANTIDAD DE PREDISPENSIÓN

Opción: 0% a 90% Si

se conoce el contenido de agua aproximado, el tiempo de titulación se puede acortar agregando una fracción grande del titulante al inicio.

Predispensing Amount

Enter the percentage of titrant volume that will be predispensed.

40 %

Low Limit: 0 %  
High Limit: 90 %

Accept Escape Delete Digit

Para desactivar esta función, configure la cantidad de predispensación en 0%.

#### 4.5.5. TIEMPO DE AGITACIÓN PRE-ANÁLISIS

Opción: 0 a 1000 segundos

Para evitar resultados erróneos o puntos finales inalcanzables al analizar muestras con solubilidad limitada, la muestra debe estar completamente disuelta en el solvente antes de comenzar una titulación.

Una vez agregada la muestra al vaso de valoración, el titulador se agitará durante el período de tiempo establecido antes de agregar cualquier titulador (excluyendo el predispensado) a la celda.

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

#### 4.5.6. VELOCIDAD DEL AGITADOR

Opción: 200 a 2000 RPM

<b>Stirring Speed</b>				
Enter the speed of the stirrer during the titration.				
500 RPM				
Low Limit: 200 RPM High Limit: 2000 RPM				
Accept	Escape	Delete Digit		

El agitador permanecerá encendido mientras el método esté activo. Cuando el agitador esté en funcionamiento, la velocidad se puede ajustar en cualquier

momento utilizando los botones   llaves.

## 4.5.7. TIPO DE BARRA AGITADORA

Opción: Hasta 10 caracteres

**Stirbar Type**

Select the highlighted letter by using the arrow keys then press <Enter>. Select the empty field for a space. Press <Accept> to save the stirbar type.

B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M													
N	O	P	Q	R	S	T	U	V	W	X	Y	Z												
a	b	c	d	e	f	g	h	i	j	k	l	m												
n	o	p	q	r	s	t	u	v	w	x	y	z												
À	Á	Â	Ã	Ä	Å	Æ	Ç	È	É	Ê	Ë	Ì	Í	Î	Ï	Ñ	Ò	Ó	Ô	Õ	Ö	×	#	\$
0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	0	u	z	i	\$										
.	,	?	!	(	)	[	]	<	>	=	+	-												
*	/	\	_	&	^	:																		

Medium

Accept	Escape	Delete Letter	Cursor Left	Cursor Right
--------	--------	---------------	-------------	--------------

## 4.5.8. ENTRADA DE DERIVA

Opción: Automático o Usuario

**Drift Entry**

Choose the drift entry mode.

Automatic	
User	

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

Automático: La tasa de deriva se calculará automáticamente después de la titulación previa del disolvente.

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.

**User Drift Value**

Enter the background drift value for final result correction.

8.0 µg/min

Low Limit: 0.0 µg/min  
High Limit: 10.0 µg/min

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

## 4.5.9. NOMBRE DEL DISOLVENTE

Opción: Hasta 15 caracteres

**Solvent Name**

Select the highlighted letter by using the arrow keys then press <Enter>. Select the empty field for a space. Press <Accept> to save the entire name.

█	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M
N	O	P	Q	R	S	T	U	V	W	X	Y	Z
a	b	c	d	e	f	g	h	i	j	k	l	m
n	o	p	q	r	s	t	u	v	w	x	y	z
À	Á	Â	Ã	Ä	Å	Æ	Ç	È	É	Ê	Ë	Ì
Í	Î	Ï	Ñ	Ò	Ó	Ô	Õ	Ö	Ù	Ú	Û	Ü
Ý	ÿ	ı	ı	ı	ı	ı	ı	ı	ı	ı	ı	ı
0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	%	#	\$
.	,	?	!	(	)	[	]	<	>	=	+	-
*	/	\	_	^	'	:	:	:	:	:	:	:

Methanol

Accept	Escape	Delete Letter	Cursor Left	Cursor Right
--------	--------	---------------	-------------	--------------

## 4.5.10. PARÁMETROS DE MUESTRA (SOLO ANÁLISIS DE MUESTRA)

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

**Sample Parameters**

Select the option to be modified.

Sample Determ.:	External Dissolution
Sample Name:	Butter
Sample Size:	0.7500 g
External Solvent Size:	40.0000 g
External Solvent Conc.:	0.0100 %
Dissoluted Sample Size:	3.0000 g

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

## 4.5.10.1. DETERMINACIÓN DE LA

MUESTRA Opción: Normal, Extracción externa, Disolución externa

**Sample Determination**

Select the sample determination mode.

Normal
External Extraction
External Dissolution

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

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

**Extracción externa:** La muestra es insoluble en el disolvente y es necesaria una extracción externa con agua.

**Disolución externa:** La muestra presenta 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 de disolvente.

Consulte la sección [Optimización](#) para obtener más detalles.

#### 4.5.10.1.1. NORMAL

**Sample Parameters**

Select the option to be modified.

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

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

**Nombre de muestra**

Opción: Hasta 15 caracteres

**Sample Name**

Select the highlighted letter by using the arrow keys then press <Enter>. Select the empty field for a space. Press <Accept> to save the sample name.

␣	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M
N	O	P	Q	R	S	T	U	V	W	X	Y	Z
a	b	c	d	e	f	g	h	i	j	k	l	m
n	o	p	q	r	s	t	u	v	w	x	y	z
À	Á	Â	Ã	Ä	Å	Æ	Ç	È	É	Ê	Ë	Ì
Í	Î	Ï	Ñ	Ò	Ó	Ô	Õ	Ö	Ù	Ú	Û	Ü
Ý	à	á	â	ã	ä	å	ç	è	é	ê	ë	ì
í	î	ï	ñ	ò	ó	ô	õ	ö	ù	ú	û	ü
ý	1	2	3	4	5	6	7	8	9	%	#	\$
*	,	?	!	(	)	[	]	<	>	=	+	-
x	/	\	_	~	^	'	:					

■ Mayonnaise

Accept	Escape	Delete Letter	Cursor Left	Cursor Right
--------	--------	---------------	-------------	--------------

## Tipo de muestra

Opción: Masa, Volumen, Piezas

Sample Type							
Choose the sample amount type.							
<table border="1"> <tr> <td>Mass</td> </tr> <tr> <td>Volume</td> </tr> <tr> <td>Pieces</td> </tr> </table>					Mass	Volume	Pieces
Mass							
Volume							
Pieces							
Select	Escape						

## Opción de

tamaño de muestra : 0,0010 a 100,0000 g, 0,0010 a 100,0000 mL, 1 a 100 piezas.

Sample Size						
Enter the sample size in current unit.						
<table border="1"> <tr> <td>0.7500</td> <td>g</td> </tr> </table>					0.7500	g
0.7500	g					
Low Limit: 0.0010 g High Limit: 100.0000 g						
Accept	Escape	Delete Digit				

Sample Size						
Enter the sample size in current unit.						
<table border="1"> <tr> <td>1</td> <td>pcs</td> </tr> </table>					1	pcs
1	pcs					
Low Limit: 1 pcs High Limit: 100 pcs						
Accept	Escape	Delete Digit				

Densidad de la muestra (solo por volumen)

Opción: 0,200 a 3,000 g/mL

**Sample Density**

Enter the value of sample density.

1.000 g/mL

Low Limit: 0.200 g/mL  
High Limit: 3.000 g/mL

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

#### 4.5.10.1.2. EXTRACCIÓN EXTERNA

**Sample Parameters**

Select the option to be modified.

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

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

Nombre de muestra

Opción: Hasta 15 caracteres

**Sample Name**

Select the highlighted letter by using the arrow keys then press <Enter>. Select the empty field for a space. Press <Accept> to save the sample name.

␣	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M
N	O	P	Q	R	S	T	U	V	W	X	Y	Z
a	b	c	d	e	f	g	h	i	j	k	l	m
n	o	p	q	r	s	t	u	v	w	x	y	z
À	Á	Â	Ã	Ä	Å	Æ	Ç	È	É	Ê	Ë	Ì
Í	Î	Ï	Ñ	Ò	Ó	Ô	Õ	Ö	Ù	Ú	Û	Ü
Ý	Þ	ß	à	á	â	ã	ä	å	æ	ç	è	é
ê	ë	ì	í	î	ï	ñ	ò	ó	ô	õ	ö	ù
ú	û	ü	ý	þ	ß		!	"	#	\$	%	&
'	(	)	*	+	,	;	:	<	>	=	?	~

Mayonnaise

Accept	Escape	Delete Letter	Cursor Left	Cursor Right
--------	--------	---------------	-------------	--------------

Opción de

tamaño de muestra : 0,0010 a 100,0000 g

<b>Sample Size</b>				
Enter the sample size in current unit.				
0.2500 g				
Low Limit: 0.0010 g				
High Limit: 100.0000 g				
Accept	Escape	Delete Digit		

Opción de tamaño de

disolvente externo : 0,0010 a 100,0000 g

<b>External Solvent Size</b>				
Enter the size of the solvent used to prepare the supernatant.				
40.0000 g				
Low Limit: 0.0010 g				
High Limit: 100.0000 g				
Accept	Escape	Delete Digit		

Opción de concentración de

disolvente externo : 0,0100 a 100,0000 %

<b>External Solvent Concentration</b>				
Enter the solvent concentration used to prepare the supernatant.				
0.0100 %				
Low Limit: 0.0100 %				
High Limit: 100.0000 %				
Accept	Escape	Delete Digit		

Tamaño de la muestra extraída

Opción: 0,0010 a 100,0000 g

**Extracted Sample Size**

Enter the extracted sample size used to prepare the supernatant.

1.0000 g

Low Limit: 0.0010 g  
High Limit: 100.0000 g

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

#### 4.5.10.1.3. DISOLUCIÓN EXTERNA

**Sample Parameters**

Select the option to be modified.

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

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

Nombre de muestra

Opción: Hasta 15 caracteres

**Sample Name**

Select the highlighted letter by using the arrow keys then press <Enter>. Select the empty field for a space. Press <Accept> to save the sample name.

␣	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M
N	O	P	Q	R	S	T	U	V	W	X	Y	Z
a	b	c	d	e	f	g	h	i	j	k	l	m
n	o	p	q	r	s	t	u	v	w	x	y	z
À	Á	Â	Ã	Ä	Å	Æ	Ç	È	É	Ê	Ë	Ì
Í	Î	Ï	Ñ	Ò	Ó	Ô	Õ	Ö	×	è	é	ê
í	î	ï	ñ	ò	ó	ô	õ	ö	ù	ú	û	ü
0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	%	#	\$
.	,	?	!	(	)	[	]	<	>	=	+	-
*	/	\	_	^	'	:	:	:	:	:	:	:

Mayonnaise

Accept	Escape	Delete Letter	Cursor Left	Cursor Right
--------	--------	---------------	-------------	--------------

Opción de

tamaño de muestra : 0,0010 a 100,0000 g

<b>Sample Size</b>				
Enter the sample size in current unit.				
0.2500 g				
Low Limit: 0.0010 g				
High Limit: 100.0000 g				
Accept	Escape	Delete Digit		

Opción de tamaño de

disolvente externo : 0,0010 a 100,0000 g

<b>External Solvent Size</b>				
Enter the size of the solvent used to prepare the supernatant.				
40.0000 g				
Low Limit: 0.0010 g				
High Limit: 100.0000 g				
Accept	Escape	Delete Digit		

Opción de concentración de

disolvente externo : 0,0100 a 100,0000 %

<b>External Solvent Concentration</b>				
Enter the solvent concentration used to prepare the supernatant.				
0.0100 %				
Low Limit: 0.0100 %				
High Limit: 100.0000 %				
Accept	Escape	Delete Digit		

Tamaño de la muestra disuelta

Opción: 0,0010 a 100,0000 g

**Dissoluted Sample Size**

Enter the dissoluted sample size used to  
prepare the supernatant.

1.0000 g

Low Limit: 0.0010 g  
High Limit: 100.0000 g

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

#### 4.5.11. ESTÁNDAR (SOLO ESTANDARIZACIÓN DE TITULANTE)

Esta pantalla permite al usuario crear una base de datos con estándares y personalizar parámetros relacionados.

Utilizando las teclas  y  resalte el estándar de la lista existente y presione  para elegirlo.

**Standard Database**

Select the KF standard to be modified.

KF Standard

Liquid 10 mg/g

Liquid 1.0 mg/g

Liquid 0.1 mg/g

Sodium Tartrate

Water Content: 10.0000

Concentration Unit: mg/g

Type: Liquid by mass

Standard Density: 1.000 g/mL

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

Prensa  Si desea utilizar el estándar seleccionado para la estandarización del titulante,

Prensa  vuelva a la pantalla Ver/Modificar métodos.

Prensa  Si desea editar los parámetros estándar de Karl Fischer.

Prensa  Si desea crear y agregar un nuevo estándar a la base de datos del estándar Karl Fischer.

Prensa  si desea eliminar un estándar de Karl Fischer de la lista predefinida.

Los métodos de estandarización de titulantes de Hanna están diseñados para usarse con estándares específicos. El HI933 seleccionará automáticamente el estándar apropiado al seleccionar dicho método. Si este estándar no está en la base de datos, se creará uno nuevo.

**KF Standard Options**

Select the option to be modified.

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

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

#### 4.5.11.1. NOMBRE ESTÁNDAR

Opción: hasta 15 caracteres

**Standard Name**

Select the highlighted letter by using the arrow keys then press <Enter>. Select the empty field for a space. Press <Accept> to save the entire name.

█	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M
N	O	P	Q	R	S	T	U	V	W	X	Y	Z
a	b	c	d	e	f	g	h	i	j	k	l	m
n	o	p	q	r	s	t	u	v	w	x	y	z
À	Á	Â	Ã	Ä	Å	Æ	Ç	È	É	Ê	Ë	Ì
Í	Î	Ï	Ñ	Ò	Ó	Ô	Õ	Ö	Ù	Ú	Û	Ü
Ý	à	á	â	ã	ä	å	ç	è	é	ê	ë	ì
í	î	ï	ñ	ò	ó	ô	õ	ö	ù	ú	û	ü
0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	%	#	\$
.	,	?	!	(	)			<	>	=	+	-
*	/	\	_	~	^	'	:					

█ Liquid 10 mg/g █

Accept	Escape	Delete Letter	Cursor Left	Cursor Right
--------	--------	---------------	-------------	--------------

#### 4.5.11.2. TIPO ESTÁNDAR

Opción: Sólido por masa, Líquido por masa o Líquido por volumen

**Standard Type**

Select the Karl Fischer standard type.

Solid by mass
Liquid by mass
Liquid by volume

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

## 4.5.11.3. UNIDAD DE CONCENTRACIÓN

Opción: %[P/P], ppm, mg/g o mg/mL

**Standard Concentration Unit**

Select the standard concentration unit.

×[W/W]
ppm
<b>mg/g</b>
mg/mL

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

## 4.5.11.4. CONTENIDO DE AGUA

Opción: 0,0100 a 1000,0000 mg/g

**Standard Concentration**

Enter the standard concentration.

**10.0000** mg/g

Low Limit: 0.0100 mg/g  
High Limit: 1000.0000 mg/g

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

#### 4.5.11.5. TAMAÑO ESTÁNDAR

Opción: 0,0010 a 50,0000 g Utilice

el teclado numérico para ingresar el tamaño (g o mL) que se utilizará en la estandarización.

Al iniciar una nueva estandarización, el titulador solicitará la masa o el volumen exactos. El tamaño del estándar se puede obtener automáticamente de una balanza compatible cuando esta función está activada.

<b>Standard Size</b>				
Enter the value for standard size.				
0.0000 g				
Low Limit: 0.0010 g				
High Limit: 50.0000 g				
Accept	Escape	Delete Digit		

#### 4.5.11.6. DENSIDAD ESTÁNDAR (SOLO POR VOLUMEN)

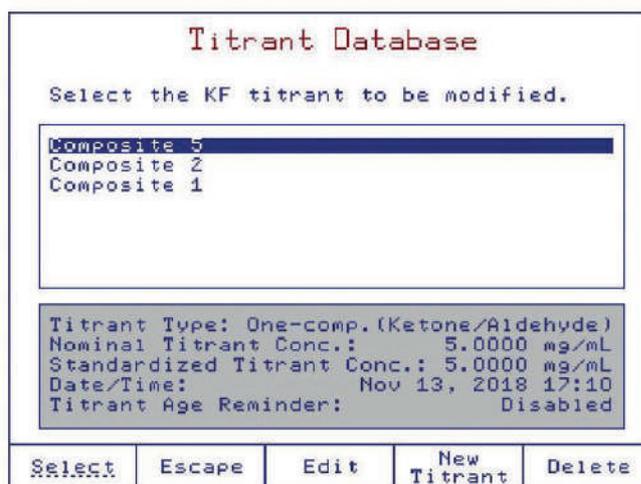
Opción: 0,200 a 3,000 g/mL

<b>Standard Density</b>				
Enter the value of standard density.				
1.000 g/mL				
Low Limit: 0.200 g/mL				
High Limit: 3.000 g/mL				
Accept	Escape	Delete Digit		

## 4.5.12. TITULANTE

El usuario puede acceder a la base de datos de titulantes Karl Fischer y personalizar los parámetros relacionados.

las teclas  y  teclas, resalte el valorante de la lista existente y presione. Usando  para elegirlo.



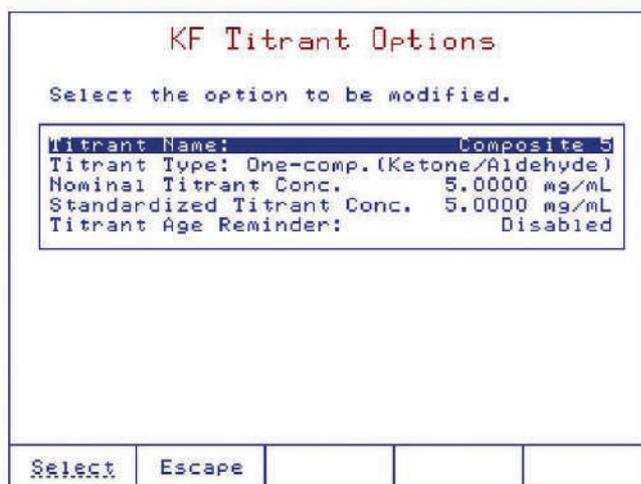
Prensa  Si desea utilizar el titulante seleccionado para la estandarización del titulante,

Prensa  vuelva a la pantalla Ver/Modificar métodos para editar

Prensa  los parámetros del titulante.

Prensa  para crear un nuevo titulante.

Prensa  para eliminar el titulante de la base de datos.



Los métodos de estandarización de titulantes que ofrece Hanna están diseñados para funcionar con concentraciones específicas de titulantes. El [HI933](#)

Seleccionará automáticamente un titulante adecuado al seleccionar dicho método. Si no hay ningún titulante utilizable en la base de datos, se creará uno nuevo.

## 4.5.12.1. NOMBRE DEL TITULANTE

Opción: hasta 15 caracteres

**Titrant Name**

Select the highlighted letter by using the arrow keys then press <Enter>. Select the empty field for a space. Press <Accept> to save the entire name.

B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	
N	O	P	Q	R	S	T	U	V	W	X	Y	Z
a	b	c	d	e	f	g	h	i	j	k	l	m
n	o	p	q	r	s	t	u	v	w	x	y	z
À	Á	Â	Ã	Ä	Å	Æ	Ç	È	É	Ê	Ë	Ì
Í	Î	Ï	Ñ	Ò	Ó	Ô	Õ	Ö	Ù	Ú	Û	Ü
Ý	ÿ	ÿ	ÿ	ÿ	ÿ	ÿ	ÿ	ÿ	ÿ	ÿ	ÿ	ÿ
0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	%	#	\$
.	,	?	!	(	)	[	]	<	>	=	+	-
*	/	\	_	~	^	'	:	<	>	=	+	-

Composite 5

Accept	Escape	Delete Letter	Cursor Left	Cursor Right
--------	--------	---------------	-------------	--------------

## 4.5.12.2. TIPO DE TITULANTE

Opciones: Un componente, Un componente (Cetona/Aldehído), Dos componentes (Metanol), Dos componentes (Etanol) u Otros

**Titrant Type**

Select the Karl Fischer titrant type.

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

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

## 4.5.12.3. CONCENTRACIÓN NOMINAL DE TITULANTE

Opción: 0,0010 a 20,0000 mg/mL

**Nominal Titrant Conc.**

Enter the nominal titrant concentration.

5.0000 mg/mL

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

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

## 4.5.12.4. CONCENTRACIÓN DE TITULANTE ESTANDARIZADA

**Standardized Titrant Conc.**

Enter the standardized titrant conc.

5.0000 mg/mL

Low Limit: 4.0000 mg/mL  
High Limit: 6.0000 mg/mL

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

## 4.5.12.5. RECORDATORIO DE EDAD DEL

TITULANTE Opción: Desactivado,

0 a 31 días Aparecerá un recordatorio programable cuando sea el momento de verificar la concentración del titulante o de cambiar el titulante.

**Titrant Age Reminder**

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

days      hours      minutes  
2            00            00

Press <Next> to move to the next entry.

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

## 4.5.13. PARÁMETROS DE CONTROL EI

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

**Control Parameters**

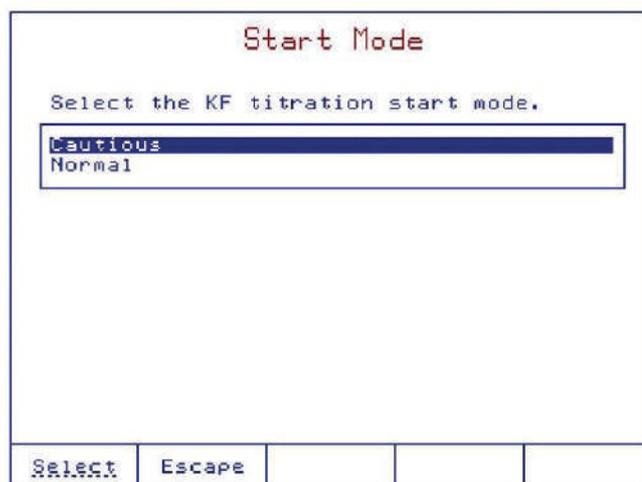
Select the option to be modified.

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

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

## 4.5.13.1. MODO DE INICIO

Opción: Cauteloso o Normal



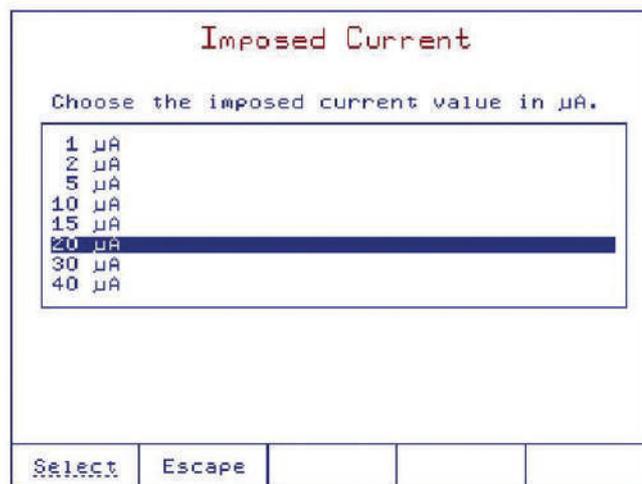
Precaución: La dosificación del titulante comienza con la dosis mínima para evitar una titulación excesiva.

Normal: La dosificación del titulante comienza con el valor medio entre el mínimo y el máximo (es decir, dosis mínima 5  $\mu\text{L}$ , dosis máxima 25  $\mu\text{L}$ , la primera dosis será de 15  $\mu\text{L}$ ).

## 4.5.13.2. CORRIENTE IMPUESTA

Opción: 1  $\mu\text{A}$ , 2  $\mu\text{A}$ , 5  $\mu\text{A}$ , 10  $\mu\text{A}$ , 15  $\mu\text{A}$ , 20  $\mu\text{A}$ , 30  $\mu\text{A}$  o 40  $\mu\text{A}$

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.

## 4.5.13.3. PARÁMETROS DE DOSIFICACIÓN

Opción: 0,125 a 4000  $\mu\text{L}$

```
Dosing Parameters
Enter the minimum and maximum dose.

0.500 µL - min Vol

40.000 µL - max Vol

Press <Next> to move to the next entry.

ACCEPT  Escape  Delete
Digit    Next
```

## 4.5.13.4. MODO DE DOSIFICACIÓN MÁXIMA

Opción: Deshabilitado o Habilitado

Cuando está habilitado, el titulador utilizará un algoritmo de dosificación que garantiza una titulación más rápida al cambiar el modo de dosificación si el mV está lejos del punto final.

El algoritmo utilizará la dosis máxima si la diferencia entre el valor de mV y el punto final es superior a 150 mV.

Deshabilite esta opción si desea una mayor precisión.

```
Max Dosing Mode

Select the option for max dosing mode.

Disabled
Enabled

Select  Escape
```

## 4.5.13.5. INCREMENTO TEMPORIZADO

Utilice el  y  Teclas para introducir el periodo de tiempo entre dos dosis sucesivas.

**Timed Increment**

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

0.5 seconds
<b>1 second</b>
2 seconds
3 seconds
4 seconds
5 seconds

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

## 4.5.13.6. VALOR DEL PUNTO FINAL

Opción: 5,0 a 600,0 mV

Utilice el teclado numérico para ingresar el valor de mV en el que se alcanzó el punto de equivalencia de titulación (punto final).

Este valor también se utiliza para determinar cuándo se completa la pretitulación.

**End Point Value**

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

**180.0** mV

Low Limit: 5.0 mV  
High Limit: 600.0 mV

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

#### 4.5.13.7. PROMEDIO DE SEÑAL

Opción: 1 a 10 lecturas

El titulador tomará la última lectura y la colocará en una ventana móvil junto con las últimas 2, 3, etc. (según la opción seleccionada). El promedio de estas lecturas se muestra y se utiliza para los cálculos. Promediar más lecturas es útil cuando se recibe una señal ruidosa del electrodo.

Si se selecciona 1 lectura esta opción estará deshabilitada.

```
Signal Averaging
Select the number of readings to be
averaged.
1 Reading
2 Readings
6 Readings
4 Readings
5 Readings
6 Readings
7 Readings
8 Readings
9 Readings
10 Readings
Select  Escape  [ ]  [ ]  [ ]
```

#### 4.5.13.8. CAUDAL

Opción: 0,3 a 10,0 mL/min (para bureta de 5 mL)

```
Flow Rate
Enter the titrant flow rate.
5.0 mL/min
Low Limit: 0.3 mL/min
High Limit: 10.0 mL/min
Accept  Escape  Delete Digit  [ ]  [ ]
```

Nota: El titulador detectará automáticamente el tamaño de la bureta y mostrará el volumen límite alto correcto.

El caudal se establece para todas las operaciones de bureta.

#### 4.5.14. PARÁMETROS DE TERMINACIÓN

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

Termination Parameters				
Select the option to be modified.				
Maximum Duration:	1200	sec		
Maximum Titrant Volume:	10.000	mL		
Termination Criterion:	Relative Drift			
Relative Drift:	7.0	µg/min		
Select	Escape			

##### 4.5.14.1. DURACIÓN MÁXIMA

Opción: 10 a 3600 segundos.

Si no se alcanza el punto final de la titulación, esta se detendrá tras la duración máxima. Aparecerá el mensaje de error «Valor fuera de rango» en la pantalla.

Maximum Duration				
Enter the time period after the titration is automatically stopped.				
	1200	seconds		
Low Limit:	10	seconds		
High Limit:	3600	seconds		
Accept	Escape	Delete Digit		

## 4.5.14.2. VOLUMEN MÁXIMO DE TITULANTE

Opción: 0,100 a 50,000 mL

El volumen máximo de titulante utilizado en la titulación debe ajustarse según el análisis. Si no se alcanza el punto final de la titulación, esta se detendrá una vez dispensado el volumen máximo de titulante. Aparecerá el mensaje de error ("Límites excedidos") en la pantalla.

<b>Maximum Titrant Volume</b>				
Enter the maximum titrant volume to be dispensed.				
10.0000 mL				
Low Limit: 0.100 mL				
High Limit: 50.000 mL				
Accept	Escape	Delete Digit		

## 4.5.14.3. CRITERIO DE TERMINACIÓN

Opción: Punto final mV, Deriva absoluta o Deriva relativa

<b>Termination Criterion</b>							
Select titration termination criterion.							
<table border="1" style="width: 100%;"> <tr> <td>mV End Point</td> </tr> <tr> <td>Absolute Drift</td> </tr> <tr> <td>Relative Drift</td> </tr> </table>					mV End Point	Absolute Drift	Relative Drift
mV End Point							
Absolute Drift							
Relative Drift							
Select	Escape						

Punto final mV	La titulación finaliza cuando el potencial permanece por debajo de un valor de punto 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.

## 4.5.14.4. 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 de tiempo especificado.

End Point Stability Time				
Enter the time period necessary to validate the titration end point.				
4 seconds				
Low Limit: 1 seconds High Limit: 30 seconds				
Accept	Escape	Delete Digit		

## 4.5.14.5. DERIVA ABSOLUTA

Opción: 0,0 a 40,0  $\mu\text{g}/\text{min}$

Absolute Drift				
Enter the drift value to be used by the termination criterion.				
15.0 $\mu\text{g}/\text{min}$				
Low Limit: 0.0 $\mu\text{g}/\text{min}$ High Limit: 40.0 $\mu\text{g}/\text{min}$				
Accept	Escape	Delete Digit		

## 4.5.14.6. DERIVA RELATIVA

Opción: 0,0 a 40,0  $\mu\text{g}/\text{min}$

Relative Drift				
Enter the drift value to be used by the termination criterion.				
15.0 $\mu\text{g}/\text{min}$				
Low Limit: 0.0 $\mu\text{g}/\text{min}$ High Limit: 40.0 $\mu\text{g}/\text{min}$				
Accept	Escape	Delete Digit		

## 4.5.15. UNIDAD DE RESULTADO

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

## 4.5.16. CIFRAS SIGNIFICATIVAS

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

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

## 4.6. IMPRESIÓN

Para imprimir los parámetros del método, presione  desde la pantalla principal.

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

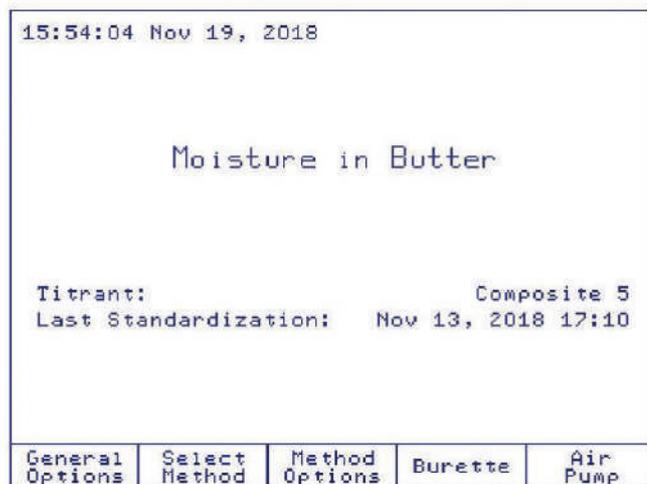
Presione Si no hay ninguna impresora conectada al conector dedicado, o si la impresora está fuera de línea, aparecerá un mensaje de error en la pantalla (consulte la sección [Conexión de una impresora](#) para obtener detalles sobre cómo conectar una impresora al titulador).

## 5. MODO DE TITULACIÓN

### 5.1. INACTIVO

El titulador entra en modo inactivo al encenderse. Desde este modo, se puede acceder a todas las funciones y configuraciones del software del HI933. Esto incluye todos los parámetros del método ajustables por el usuario, el sistema de manejo de disolventes, la transferencia de archivos, las comprobaciones de calibración, las actualizaciones de software, las opciones de interfaz con PC y accesorios, así como las opciones de bureta.

Para acceder al menú de titulación (pantalla de proceso), presione



La titulación (análisis de muestra o estandarización del titulante) se realiza con el método seleccionado.

Asegúrese de que el método seleccionado esté personalizado de acuerdo con las características específicas de la aplicación.

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

- Todos los sistemas conectados (p. ej., el sistema de disolvente) están correctamente ensamblados.
- La cantidad correcta de disolvente 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:

- Pretitulación de disolventes
- Análisis de deriva (solo entrada de determinación automática)

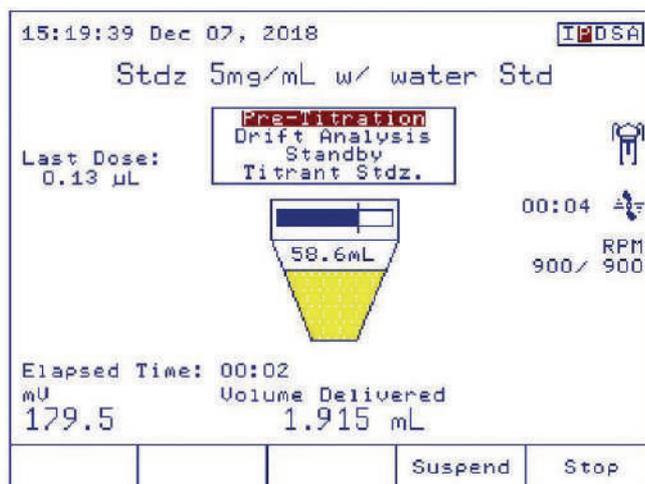
Al finalizar el análisis de deriva, el titulador entra en modo de espera. En este punto, se puede iniciar la titulación.

## 5.2. PRE-TITULACIÓN

En la pre-titulación, se elimina 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 disolvente.

El HI933 hace reaccionar el agua residual añadiendo titulante hasta alcanzar el potencial de punto final especificado. Este ajuste está asociado al método seleccionado. Una vez estabilizado el potencial del electrodo, el titulador pasa a la etapa de determinación de la velocidad de deriva.

Cuando se inicia la pretitulación, el agitador se enciende automáticamente y el usuario no puede cambiar el método seleccionado ni acceder a los parámetros del método.



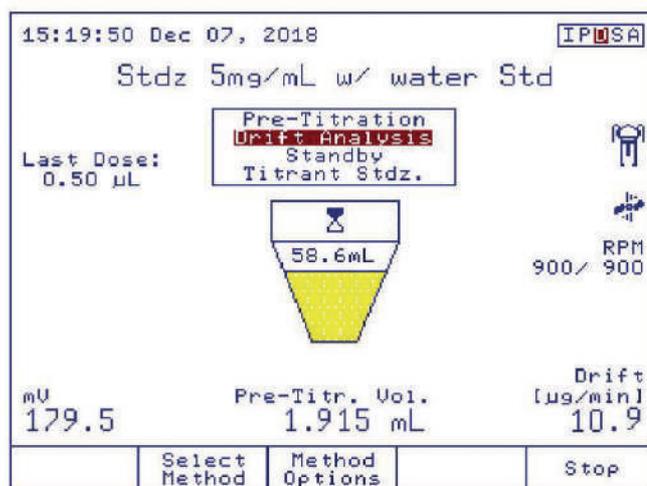
Nota: Si la pretitulación dura más de 30 minutos, el titulador pasa al modo de espera. Es posible que se hayan producido errores en el sistema de titulación (vaso mal sellado, titulante incorrecto o ausente, electrodo desconectado o defectuoso, etc.). Revise el sistema y reinicie la pretitulación.

## 5.3. ANÁLISIS DE DERIVA (SOLO ENTRADA DE DETERMINACIÓN AUTOMÁTICA)

En este modo, el HI933 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 contabilizando el número de dosis sucesivas y muy pequeñas de titulante necesarias para mantener la sequedad del disolvente durante un minuto. El HI933 calcula y registra la velocidad de filtración de agua en la celda en µg/min.

El HI933 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 deriva, si el titulador no puede mantener la sequedad de la celda, vuelve a la titulación previa.

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

#### 5.4. ESPERA

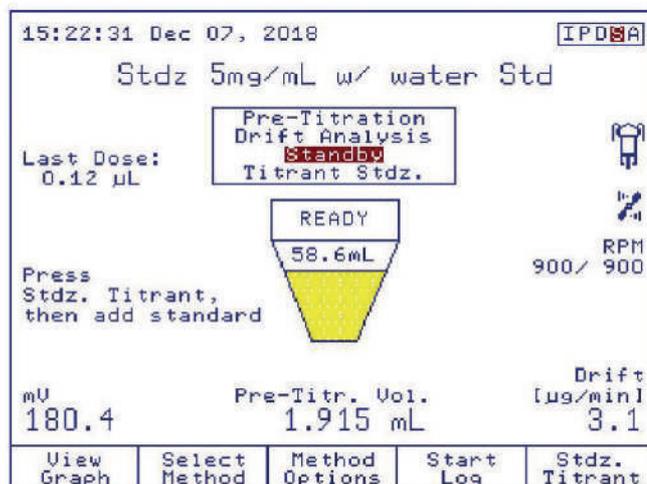
Una vez determinada la tasa de deriva, el HI933 pasa al modo de espera. En este modo, se mantiene la sequedad de la celda de titulación y la tasa de deriva se monitoriza y actualiza continuamente.

Desde el modo de espera se puede iniciar una sesión de análisis de muestra, estandarización de titulante o registro de tasa de deriva, así como también la selección de métodos, personalización de parámetros de métodos y opciones generales (sólo teclado externo, presionando <<Inicio>>).

Tras la configuración inicial del titulador y antes de la primera titulación o estandarización, se debe dejar que la velocidad de deriva se estabilice en modo de espera durante 45 minutos. Esto garantiza que la velocidad de deriva sea estable y refleje la velocidad real de entrada de vapor de agua en la celda, en lugar de representar un secado lento del aire entre el disolvente y la parte superior de la celda.

La estabilización se puede verificar examinando la curva de velocidad de deriva vs. tiempo, a la que solo se puede acceder desde el modo de espera.

Durante el modo de espera, si la deriva se vuelve inestable, el titulador volverá al modo de análisis de deriva.

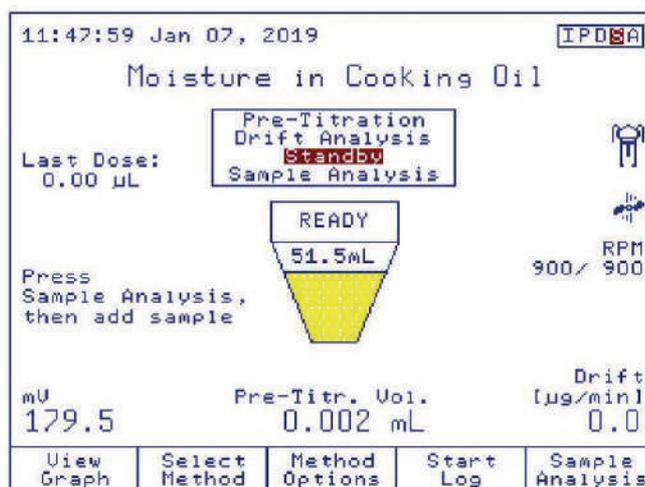


## 5.5. ANÁLISIS DE MUESTRAS

Mientras está en modo de espera,



presione **Nota**: Si el valor de deriva es cero, aparece un mensaje de advertencia para informar al usuario que el solvente puede estar sobrevalorado.



El usuario puede elegir continuar la titulación presionando la orden de

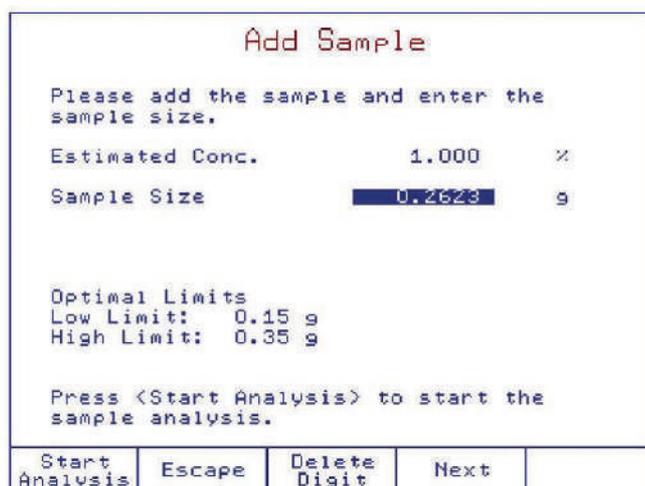


o para volver al modo de espera presionando



en

esperar hasta que la deriva se estabilice en un valor más alto.



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

## 5.5.1.1.1. TAMAÑO DE LA MUESTRA POR MASA

- 1) Mida la masa de la muestra en una balanza o en una jeringa.
- 2) Retire el tapón de muestra de la parte superior del vaso de precipitados para abrir el puerto de muestra, o inserte la aguja de la jeringa a través de él.  
el tabique.
- 3) Añada rápidamente la muestra a través del puerto de muestra o del septo. Tenga cuidado de no salpicar la muestra.  
el electrodo o la pared del vaso de precipitados.
- 4) Vuelva a colocar el tapón de muestra o retire la jeringa del tabique.

- 5) Determine la masa de la jeringa o balsa de pesaje "vacía".
- 6) Calcule la masa de la muestra agregada (reste la masa de la balanza o jeringa vacía de la masa de la balanza o jeringa llena).

7) Ingrese la masa calculada de la muestra.

#### 5.5.1.1.2. TAMAÑO DE LA MUESTRA POR VOLUMEN

- 1) Conecte una aguja larga (de aproximadamente 6 cm para un mejor control) a una jeringa de volumen de precisión lo suficientemente grande como para contener al menos un volumen de muestra completo.
- 2) Enjuague la jeringa y la aguja con la muestra varias veces extrayendo una pequeña porción de muestra, extendiendo completamente el émbolo, agitando para cubrir el interior de la jeringa y expulsando la muestra en un recipiente recolector de desechos.
- 3) Extraiga suficiente muestra con la jeringa para al menos una titulación.
- 4) Seque el exterior de la aguja con una toallita o un pañuelo de papel que no deje pelusa.
- 5) Inserte la aguja a través del tabique del puerto de muestra. Empuje la jeringa a través del tabique hasta el final de la
 

La aguja está aproximadamente a 1 cm de la superficie del disolvente.
- 6) Dispense de manera constante el volumen apropiado de muestra asegurándose de que la muestra se introduzca directamente en el solvente y no salpique ni se esparza sobre la pared del recipiente de titulación, el electrodo o la punta dispensadora.
- 7) Extraiga 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.
- 8) Retire la jeringa y la aguja del tabique teniendo cuidado de no tocar la aguja con el solvente u otros líquidos internos.
 

componentes celulares.
- 9) Ingrese el volumen de la muestra.

#### 5.5.1.1.3. TAMAÑO DE LA MUESTRA POR PIEZAS

- 1) Retire el tapón de muestra de la parte superior del vaso de precipitados para abrir el puerto de muestra.
- 2) Utilice una mano enguantada, pinzas o una balanza para agregar la cantidad adecuada de piezas al recipiente de titulación.
- 3) Vuelva a colocar el tapón de muestra.
- 4) Ingrese el número de piezas que se agregaron al recipiente de titulación.

#### 5.5.1.2. ADQUISICIÓN AUTOMÁTICA DE MASA A PARTIR DE ANALÍTICO (TAMAÑO DE LA MUESTRA SOLO POR MASA)

El tamaño de la muestra se puede adquirir automáticamente desde la balanza cuando se conecta al titulador mediante la interfaz RS232.

Sample Weighing				
Balance: Default				
Initial Weight: 0.2302 g				
Final Weight: -----				
Put weighing boat on the balance.				
Press <Accept> to update weight.				
Accept	Escape		Balance Setup	

## 5.5.2. PROCEDIMIENTO

- 1) Coloque la jeringa o la navecilla que contiene la muestra sobre la balanza.
- 2) Espere hasta que la lectura se haya estabilizado y presione 
- 3) Agregue la muestra en el recipiente del titulador.
- 4) Coloque la jeringa vacía o la navecilla de pesaje sobre la balanza.

Sample Weighing				
Balance: Default				
Initial Weight: 0.2302 g				
Final Weight: 0.0157 g				
Put empty weighing boat on the balance.				
Press <Accept> to update weight.				
Accept	Escape		Balance Setup	

- 5) Espere a que la lectura se estabilice y presione 

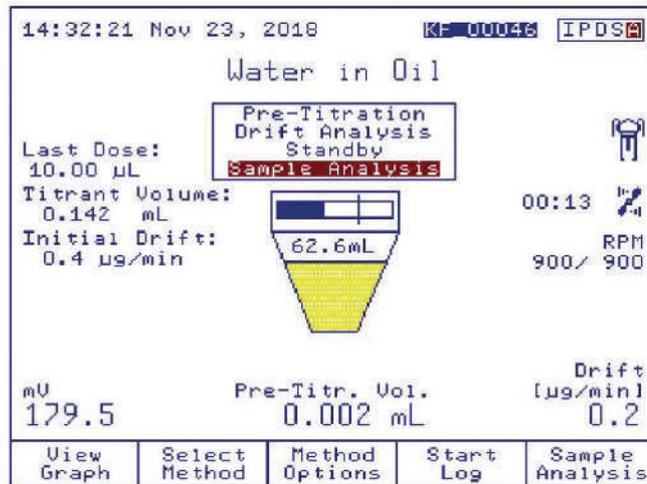
titulador regresa a la pantalla anterior y el tamaño de la muestra se actualiza automáticamente.

Add Sample				
Please add the sample and enter the sample size.				
Estimated Conc. 1.000 %				
Sample Size 0.2145 g				
Optimal Limits				
Low Limit: 0.15 g				
High Limit: 0.35 g				
Press <Start Analysis> to start the sample analysis.				
Start Analysis	Escape	Delete Digit	Next	

Presione  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 activada.  
habilitado (ver Configuración de interfaz de equilibrio).

## 5.5.3. ANÁLISIS DE MUESTRAS



Presiona  para detener la titulación manualmente y regresar al modo inactivo.

Presiona  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 presionando . La bureta dejará de dispensar. titulante.

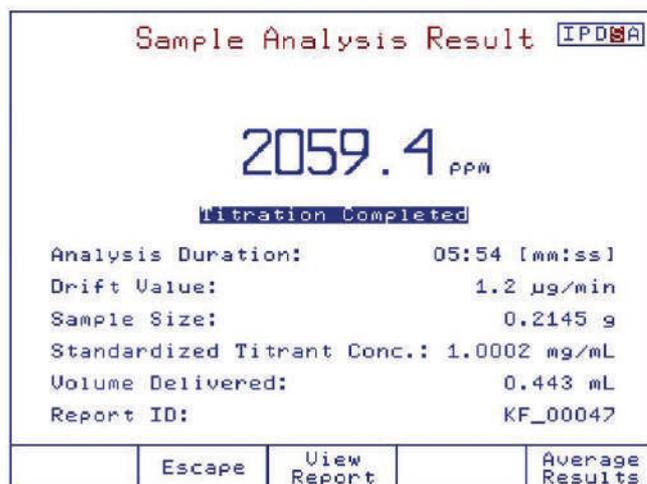
Para continuar con la titulación, presione .

## 5.5.5. VISUALIZACIÓN DE LA CURVA DE TITULACIÓN

Durante una titulación, la curva de titulación se puede visualizar en la pantalla Gráfico de titulación; al presionar ID, el informe  La titulación también se muestra dentro de la ventana del gráfico.

## 5.5.6. RESULTADOS

Cuando se alcanza 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 compensación, tamaño de la muestra, concentración de titulante, volumen de titulante dispensado, ID del informe de titulación).

Presione  para ver el informe de titulación.

Review Result				
KF_00046.RPT				
HI933 - Titration Report				
Method Name:	Water in Oil			
Time & Date:	14:32	Nov 23, 2018		
Titration ID:	KF_00046			
Nr	Volume[mL]	mV	Time	
0	0.0000	562.1	00:00:00	
1	0.0000	562.1	00:00:01	
2	0.0010	562.0	00:00:03	
3	0.0030	559.9	00:00:05	
4	0.0070	554.5	00:00:08	
5	0.0150	549.9	00:00:10	
View Graph	Escape	Print Report	Page Up	Page Down

Prensa  para ver la gráfica de titulación.

Prensa  para imprimir el informe.

### 5.5.7. HISTORIAL DE ANÁLISIS DE MUESTRAS

Presionando  Los resultados se agregarán al Historial de análisis de muestras para obtener un promedio de titulación resultados.

Utilice el  y  teclas para desplazarse por la lista de resultados.

Usar  para elegir las muestras que se utilizarán para promediar.

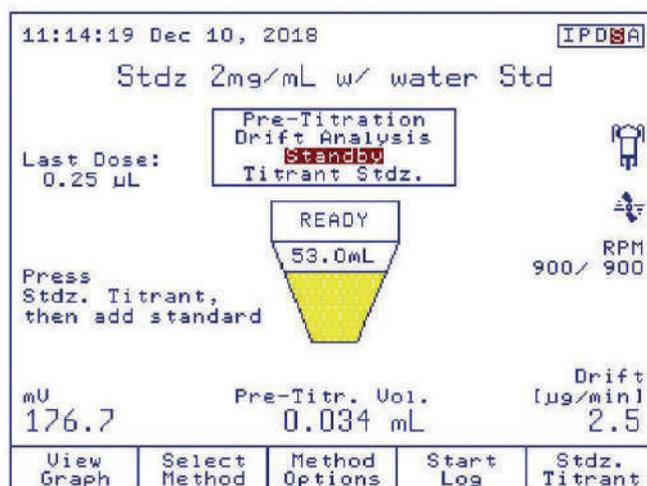
Sample Analysis History	
Date/Time	Sample Conc.[ppm]
* Nov 23, 2018 14:32	2149.2
* Nov 23, 2018 14:50	2159.3
* Nov 23, 2018 14:05	2132.3
Standardized Titrant Conc.: 1.0002 mg/mL	
Sample Size: 0.2145 g	
Average Sample Conc.: 2146.9 ppm	
Standard Deviation: 13.6675 ppm	
Unselect.	Escape
	Delete

Nota: Cuando no hay resultados seleccionados, aparecerán guiones en la Concentración promedio de muestra y en el Estándar.

Campos de desviación.

## 5.6. ESTANDARIZACIÓN DEL TITULANTE

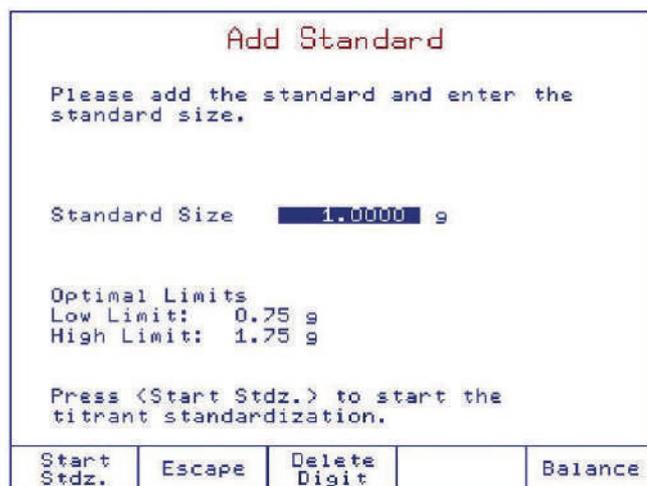
Mientras esté en modo de espera, presione 



Nota: Si el valor de deriva es cero, aparece un mensaje de advertencia para informar al usuario que el solvente puede estar sobrevalorado.

## 5.6.1. AÑADIR EL ESTÁNDAR

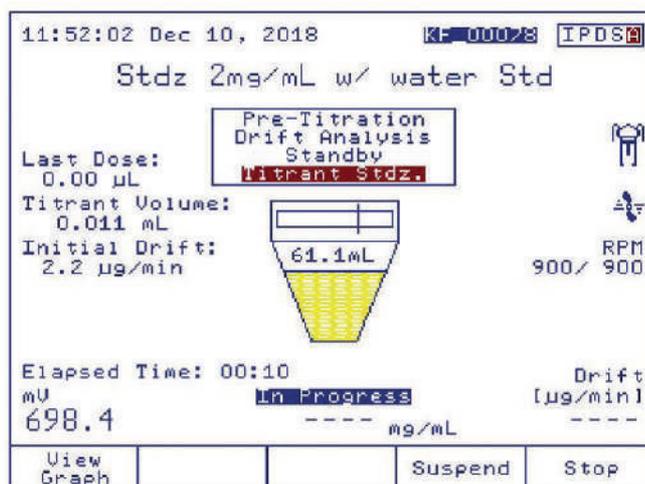
El usuario debe agregar el estándar al vaso de precipitados e ingresar el tamaño del estándar. Las unidades del tamaño de la muestra se determinan según la configuración del método.



Siga el mismo procedimiento que para agregar muestras (ver [Análisis de muestras](#)).

## 5.6.2. INICIAR LA ESTANDARIZACIÓN

Presiona  para comenzar la estandarización.



Nota: Durante la estandarización del titulante, el usuario tiene las mismas opciones que en un análisis de muestra (ver [Análisis de muestra](#)).

Una vez finalizada la estandarización del titulante, el usuario tiene dos opciones para actualizar la concentración del titulante:

Presionando  El titulante se actualiza con el resultado actual.

Presionando  El usuario puede promediar la concentración del titulante utilizando más resultados.



## 5.6.3. PROMEDIO DE LOS RESULTADOS DE ESTANDARIZACIÓN DEL TITULANTE

Presionando la  Los resultados se pueden agregar al historial de análisis de la muestra para obtener un promedio del titulante. concentración.

Titrant Standardization History	
Date/Time	Titer[mg/mL]
* Dec 10, 2018 12:40	2.2001
* Dec 10, 2018 12:46	2.2290
Standard Water Content: 0.9970 mg/g	
Standard Size: 2.9210 g	
Average Titer: 2.2145 mg/mL	
Standard Deviation: 0.0204 mg/mL	
Unselect	Escape
Update Titrant	Delete

Utilice el  y  teclas para desplazarse por la lista de resultados de concentración.

Usar  para elegir los resultados de concentración de titulante que se utilizarán para promediar.

Presiona  para actualizar la concentración con el promedio actual.

Nota: Cuando no hay resultados seleccionados, aparecerán guiones en la concentración promedio del titulante y el estándar.

campos de desviación.  no está disponible

## 6. FUNCIONES AUXILIARES

### 6.1. BOMBA DE AIRE

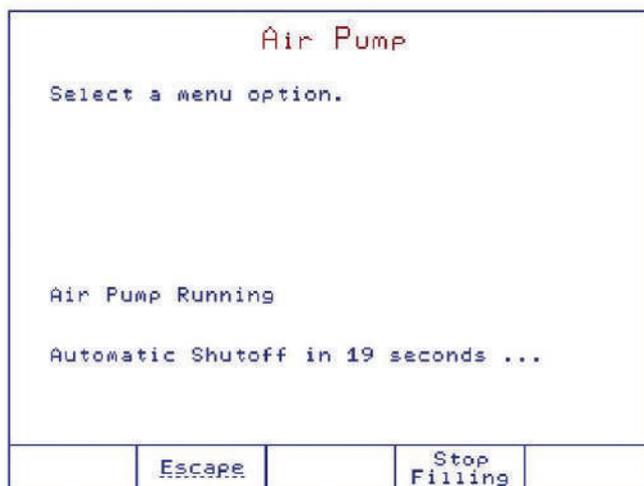
La bomba de aire se utiliza para agregar o eliminar el disolvente en el vaso de valoración sin exposición a la humedad atmosférica.

Para ingresar a la pantalla de Bomba de aire, presione  desde la pantalla inactiva.

#### 6.1.1. LLENADO DEL VASO DE PRECIPITADO

Para agregar disolvente al vaso de valoración:

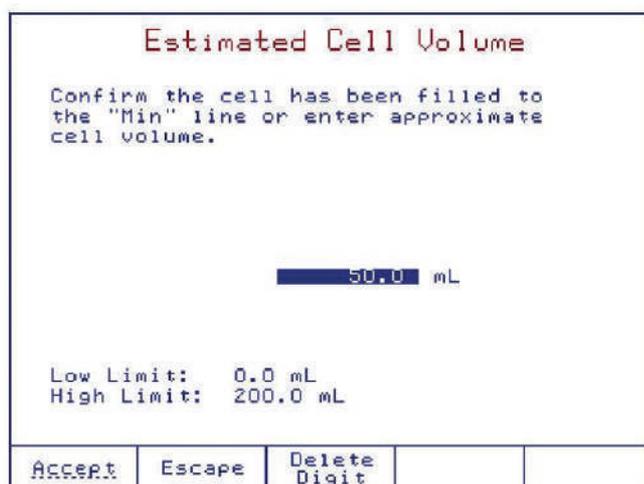
- 1) Presione  desde la pantalla Bomba de Aire; la bomba se pondrá en marcha y se añadirá el disolvente al vaso de precipitados. Si el disolvente no fluye o fluye muy lentamente, verifique que las tapas de las botellas estén correctamente ensambladas y bien selladas, y que el tubo de manejo de líquidos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



- 2) Cuando el nivel de solvente dentro de la celda de titulación alcanza la línea indicadora "Min", si no se presiona la tecla, la bomba  apagar el aire bomba. Si  de aire se apagará automáticamente después de 20 segundos.

- 3) El HI933 le pedirá al usuario que verifique que la celda de titulación se haya llenado hasta la línea "Min" (aproximadamente 50 ml).

Presione  para volver a la pantalla inactiva.



### 6.1.2. VACIADO DEL VASO DE PRECIPITADO

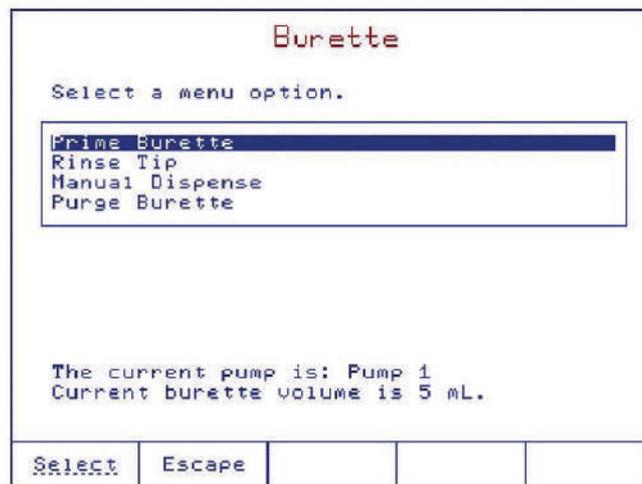
Para eliminar los residuos del vaso de valoración:

- 1) Afloje ligeramente el conector del tubo de desechos y deslícelo hacia abajo hasta que llegue al fondo del vaso de precipitados.
- 2) Desde la pantalla Bomba de aire, presione **Start Emptying** y deje que la bomba de aire funcione hasta que se hayan eliminado todos los desechos.
- 3) Presione **Stop Emptying** para apagar la bomba de aire. Si no lo 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 apretar el conector.

### 6.2. BURETA

Para acceder a la pantalla Bureta, presione **Burette** desde la pantalla inactiva.

Resalte la opción deseada y luego presione **Select**.

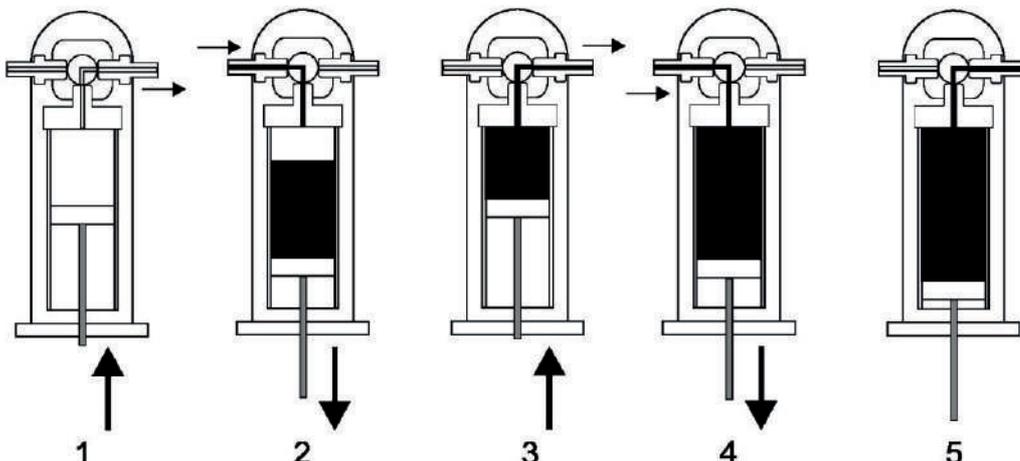


Nota: No utilice la bureta con el disolvente por debajo del signo "Mín". Esto podría salpicar el titulante sobre la tapa del vaso de precipitados o sobre otros componentes.

#### 6.2.1. CEBADO DE LA BURETA

Tras añadir el disolvente a la celda de titulación, se puede cebar la bureta con titulante. El proceso de cebado consiste en varios ciclos de llenado y vaciado de la bureta con titulante. Esto garantiza la eliminación de cualquier aire, agua o vapor de agua presente en la bureta o en los tubos.

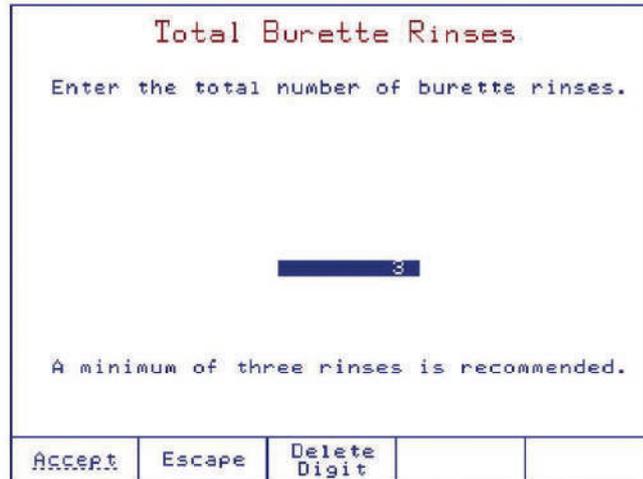
En la figura siguiente se muestran dos ciclos de enjuague de la bureta. El tubo dispensador está conectado a la derecha y el tubo de aspiración a la izquierda.



Nota: Antes de iniciar esta operación, el tubo de aspiración debe insertarse en el frasco de titulante.

Para cebar la bureta, seleccione "Cebar Bureta" en la pantalla "Bureta". Introduzca el número de enjuagues y pulse . 

El número de enjuagues de la bureta puede configurarse entre 1 y 5 (recomendamos al menos tres enjuagues para asegurar la eliminación completa de las burbujas de aire).



**Total Burette Rinses**

Enter the total number of burette rinses.

3

A minimum of three rinses is recommended.

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

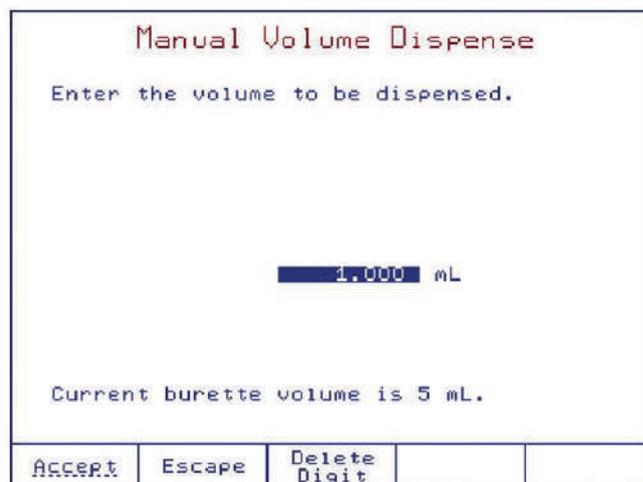
#### 6.2.2. PUNTA DE ENJUAGUE

Al seleccionar esta operación, se dispensará una dosis de 0,25 ml de titulante desde la bureta. Esta operación eliminará cualquier contaminación de la punta dosificadora antidifusión.

#### 6.2.3. DISPENSACIÓN MANUAL

Opción: 0,000125 a 4,750 mL (bureta de 5 mL)

La dosificación manual permite dosificar un volumen definido de titulante. Seleccione la opción "Dosificación manual" y pulse. La pantalla "Dosificación manual de volumen" se activará y le solicitará que introduzca el volumen que desea dispensar. 



**Manual Volume Dispense**

Enter the volume to be dispensed.

1.000 mL

Current burette volume is 5 mL.

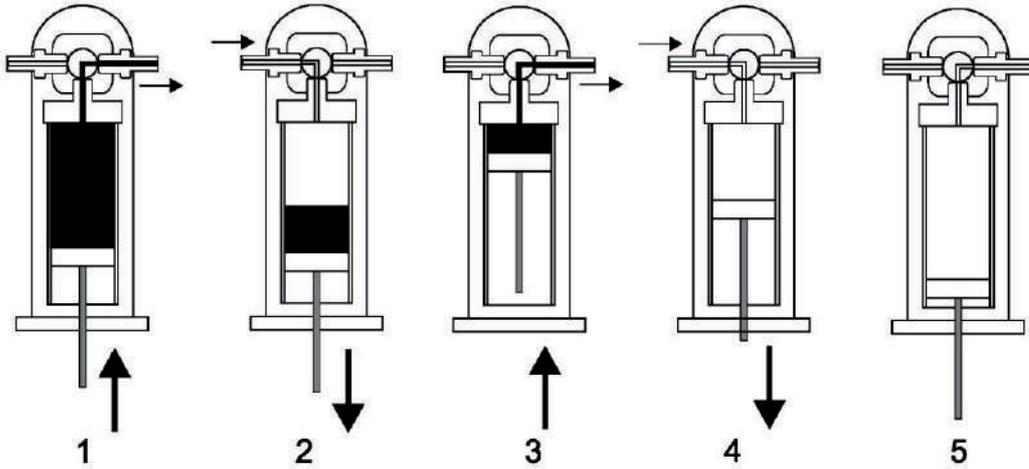
Accept	Escape	Delete Digit	
--------	--------	--------------	--

### 6.2.4. PURGA DE LA BURETA

Esta opción permite vaciar la bureta antes de limpiarla y/o almacenarla.

Nota: Antes de iniciar esta operación, retire el tubo de aspiración del frasco de titulante.

Las figuras a continuación muestran los pasos de una operación de purga de bureta.



### 6.3. AGITADOR

Nota: Cuando se selecciona un agitador personalizado (ver la sección [Opciones generales](#)), los comandos relacionados con el agitador no se muestran disponible.

En el modo inactivo, el agitador se puede encender y apagar



presionando Durante el proceso de titulación, la velocidad de agitación se puede ajustar



llaves.

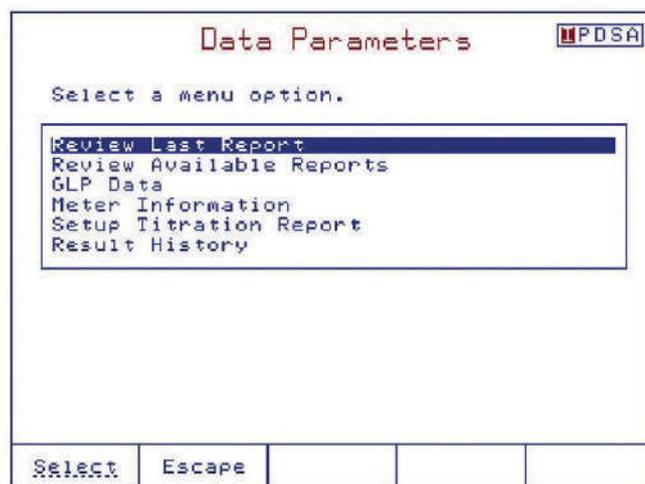
manualmente usando Nota: El agitador no se puede apagar durante el proceso de titulación.

### 6.4. RESULTADOS

Para acceder a la pantalla Parámetros de datos, presione



Desde la pantalla Parámetros de Datos puedes acceder a las siguientes opciones:



## 6.4.1. REVISIÓN DEL ÚLTIMO INFORME

Se puede revisar el último informe de titulación.

Review Result			
KF_00046.RPT			
HI933 - Titration Report			
Method Name:	Water in Oil		
Time & Date:	14:32 Nov 23, 2018		
Titration ID:	KF_00046		
Nr	Volume[mil]	mU	Time
0	0.0000	562.1	00:00:00
1	0.0000	562.1	00:00:01
2	0.0010	562.0	00:00:03
3	0.0030	559.9	00:00:05
4	0.0070	554.5	00:00:08
5	0.0150	549.9	00:00:10

View Graph    Escape    Print Report    Page Up    Page Down

La información que se ve en el informe se basa en las selecciones realizadas en la pantalla Configurar informe de titulación.

Las siguientes teclas de opción están disponibles:

View Graph	Revisar el gráfico de titulación.
Print Report	Imprimir el informe de titulación.
Escape	Regresar a la pantalla anterior.
Page Up	Se pueden utilizar las teclas para desplazarse por las páginas.
Page Down	

## 6.4.2. 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

Available Reports			
Highlight a report & press <View Report> to see the detailed data.			
Water in Oil	ID:KF_00047		
Titration Report	14:50 Nov 23, 2018		
Water in Oil	ID:KF_00046		
Titration Report	14:32 Nov 23, 2018		
Water in Oil	ID:KF_00045		
Titration Report	14:22 Nov 23, 2018		
Water in Oil	ID:KF_00044		
Titration Report	11:13 Nov 23, 2018		
Water in Oil	ID:KF_00043		
Titration Report	11:02 Nov 23, 2018		
Drift Report	ID:DR_00042		
	07:04 Nov 23, 2018		
Hydranal Comp. 5 Stdz .	ID:KF_00041		
Titration Report	16:29 Nov 21, 2018		

View Graph    Escape    View Report    Print Report    Delete Report

El informe contiene únicamente la información seleccionada en las pantallas Informe de configuración de titulación durante la generación del informe.

Las siguientes teclas de opción están disponibles:

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	Regresar a la pantalla anterior.

## 6.4.3. DATOS BPL

Opción: Hasta 20 caracteres

Nombre de la empresa: permite registrar el nombre de la empresa en cada informe.

Nombre del operador: permite registrar el nombre del operador en cada informe.

Nombre del electrodo: permite registrar el nombre del electrodo en cada informe.

Campos 1, 2, 3: Permite registrar cualquier información adicional en cada informe.

Los campos deben seleccionarse en la pantalla Informe de configuración de titulación (consulte [Informe de configuración de titulación](#)) para que se muestren en el informe de titulación.

## 6.4.4. INFORMACIÓN DEL MEDIDOR

Muestra datos de configuración del titulador.

Número de serie del titulador: El número de serie de la placa base del titulador.

Número de serie de la placa analógica: El número de serie de la placa analógica del titulador.

Número de serie del agitador: El número de serie del agitador.

Versión del software del agitador: La versión actual del software del agitador.

Versión del software del titulador: La versión actual del software instalada en el titulador.

Versión del software de la placa base: La versión actual del software presente en la placa base del titulador.

Fecha de calibración analógica: Fecha de calibración del fabricante de la placa analógica.

Versión de recursos: La corriente de los recursos del texto.

Nota: Si ha transcurrido más de 1 año desde la fecha de calibración de la placa analógica, aparecerá el mensaje Calibración analógica debida en la pantalla principal y se deberá realizar la recalibración de la placa analógica.

## 6.4.5. CONFIGURACIÓN DEL 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.

**Set Up Titration Report**

Select fields to be saved in the report.

* Result and Units
* Titration Method
* Standard/Sample Size
* End Point Volume
* Titration Duration
* Date and Time
* Titration Ended By
* All Data Points
* Method Parameters
Company Name
Operator Name
Electrode Name
Field 1
Field 2

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

- |             |  |
|-------------|--|
| Select      | Agrega 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     | Desplácese por las opciones.   |
| Page Down   |  |

## 6.4.6. HISTORIAL DE RESULTADOS

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

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

Usar  para elegir las muestras que se utilizarán para promediar.

**Sample Analysis History**

Date/Time	Sample Conc.[ppm]
* Nov 23, 2018 14:32	2149.2
* Nov 23, 2018 14:50	2159.3
* Nov 23, 2018 14:05	2132.3

Standardized Titrant Conc.:	1.0002 mg/mL
Sample Size:	0.2145 g

Average Sample Conc.:	2146.9 ppm
Standard Deviation:	13.6675 ppm

Unselect	Escape			Delete
----------	--------	--	--	--------

Nota: Cuando no hay resultados seleccionados, aparecerán guiones en la Concentración promedio de muestra y en el Estándar.

Campos de desviación.

## 7. MANTENIMIENTO Y PERIFÉRICOS

### 7.1. MANTENIMIENTO DE LA BURETA

La bureta de 5 mL incluida con el titulador supera el estándar ISO 8655 para la entrega precisa de líquidos mediante una bureta de pistón accionada por motor.

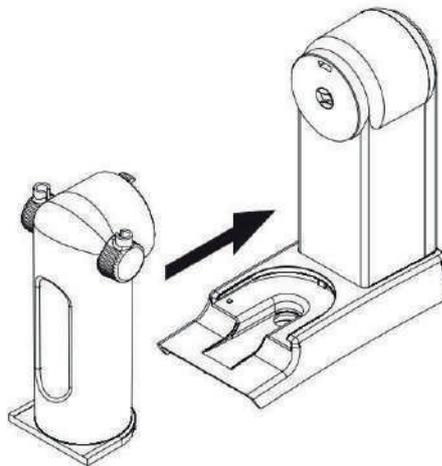
#### 7.1.1. CONJUNTO DE LA BURETA

El conjunto de bureta consta de una carcasa rígida que alberga la jeringa de vidrio, una válvula de tres vías y un tubo de titulación. Se entrega con una jeringa de 5 ml y todos los accesorios instalados (véase la sección " Configuración" ).

Nota: El tubo dosificador tiene dos extremos ajustados. Uno tiene una conexión para bureta y el otro, una conexión para vaso de precipitados.

#### 7.1.1.1. CAMBIO DE LA BURETA

Retire la bureta del conjunto de la bomba deslizando hacia adelante y luego deslice la nueva bureta en su lugar (vea la imagen a continuación).

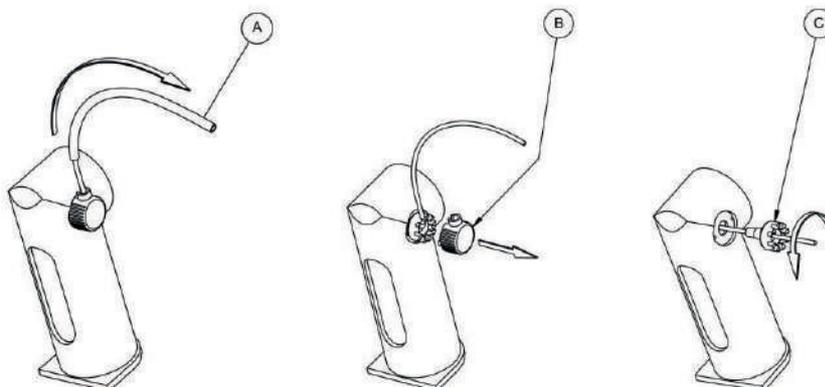


#### 7.1.1.2. DESMONTAJE DEL TUBO DISPENSADOR Y DEL TUBO DE ASPIRACIÓN

Tanto el tubo de aspiración como el de dispensación cuentan con un conector y un protector. El tubo de aspiración se montará en el lado izquierdo de la bureta y el tubo de dispensación en el lado derecho.

Para retirar el tubo dispensador y el tubo de aspiración siga estos pasos:

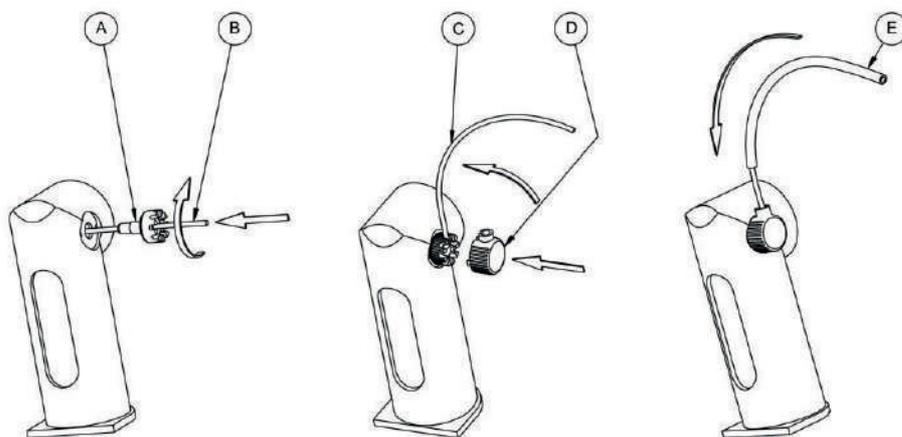
- Retire el protector del tubo azul (A) deslizando fuera del tubo de titulación transparente.
- Retire el seguro del tubo (B) del soporte de la bureta.
- Gire el accesorio (C) en sentido contrario a las agujas del reloj para retirarlo del soporte de la bureta.
- Deslice el tubo de titulación transparente a través del conector.



### 7.1.1.3. MONTAJE DEL TUBO DISPENSADOR Y DEL TUBO DE

**ASPIRACIÓN** Para acoplar el tubo dispensador y el tubo de aspiración siga estos pasos:

- Inserte el extremo plano del tubo de titulación en la salida de la válvula (A) y apriete el conector en sentido horario. El corte más alto de los nueve debe quedar vertical en la posición final.
- Doble el tubo hacia arriba en posición vertical para ingresar al corte más alto del accesorio (C)
- Vuelva a colocar el accesorio de bloqueo del tubo (D)
- Vuelva a colocar el protector del tubo azul (E) deslizándolo sobre el tubo de titulante transparente; el protector se asentará en el bloqueo del tubo.  
adecuado
- Repita estos pasos para el tubo de aspiración.



### 7.1.1.4. LIMPIEZA DE LA BURETA

Para limpiar la bureta, siga estos pasos:

- Si la bureta está llena de titulante, retire el tubo de aspiración de la botella de titulante y purgue la bureta (ver [Sección de Funciones Auxiliares](#) )
- Inserte el tubo de aspiración en el disolvente Karl Fischer
- Ceebe la bureta para llenarla con disolvente (utilice 2 enjuagues) (consulte la sección [Funciones auxiliares](#) )
- Durante el segundo llenado de la bureta, retire el tubo de aspiración del disolvente o la solución de limpieza y deje que el aire para reemplazar el líquido en la bureta.

Si este sencillo procedimiento de limpieza no es adecuado, continúe con estos pasos:

- Deslice la bureta hacia afuera del conjunto de la bomba.
- Retire los tubos de dispensación y aspiración. Límpielos por separado o utilice tubos nuevos.
- Utilice la herramienta de extracción de bureta [HI900942](#) para quitar la tapa protectora de la parte inferior del conjunto de bureta.
- Utilice los dedos para desenroscar la jeringa del conjunto de la bureta.
- Extraiga el pistón de la jeringa.
- Limpie tanto el pistón como la jeringa con una solución de limpieza adecuada.
- Retire el exceso de líquido.

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

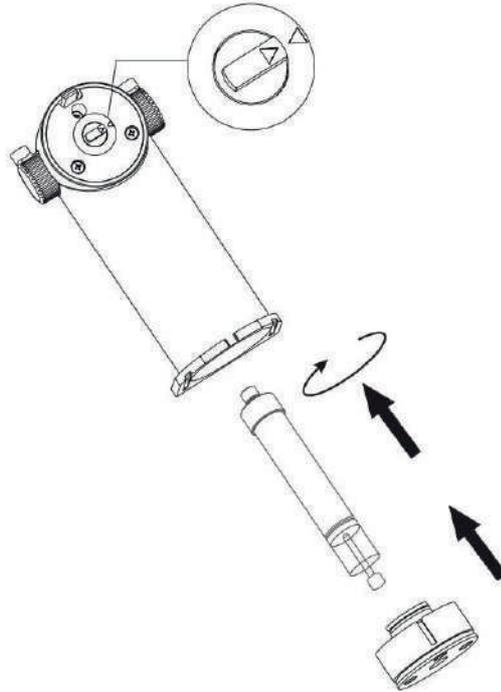
¡Advertencia! Evite el contacto con el titulante con las manos desnudas. Evite derramarlo. Limpie la parte externa de la jeringa y el pistón para eliminar los productos químicos agresivos. No toque la parte blanca de PTFE del pistón ni las paredes internas de la bureta con las manos desnudas ni con materiales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

Consulte la MSDS del fabricante para obtener instrucciones de manipulación segura.

- Vuelva a insertar el pistón en la jeringa.
- Utilice los dedos para enroscar la jeringa en el conjunto de la bureta.
- Vuelva a colocar la tapa protectora en la parte inferior del conjunto de la bureta. Coloque la tapa con cuidado en la bureta.

Deslice la bureta en su soporte. Coloque el eje del pistón para acoplar correctamente la bomba.

- Se recomienda cebar la bureta tres veces con titulante nuevo.



#### 7.1.2. PREPARACIÓN DE BURETA (LLENADO DE TITULADOR)

Antes de iniciar una titulación, la bureta debe llenarse correctamente con titulante para obtener resultados precisos y repetibles. Para llenar la bureta, siga los siguientes pasos y recomendaciones:

- Si es necesario, limpie la bureta y asegúrese de que esté vacía.

• Desde la pantalla principal, presione **Burette**.  
Resalte la opción Cebiar bureta y presione **Select**.

cantidad de veces que se debe enjuagar la bureta (se recomienda un mínimo de tres enjuagues).

- Presione **Accept**.

- Inserte el tubo de aspiración en el frasco de titulante solo cuando el pistón esté bajando y haya alcanzado aproximadamente  $\frac{1}{4}$  desde arriba.

- Para evitar la presencia de burbujas de aire dentro de la bureta, asegúrese de tener un flujo continuo de líquido dentro de la bureta.

Es normal que haya un poco de aire justo por encima del nivel del líquido al llenarlo por primera vez. El siguiente llenado evacuará todo el aire; no quedará aire en la válvula.

- A veces, durante este proceso, es útil golpear ligeramente los tubos con los dedos para eliminar cualquier burbuja de aire residual de los tubos.

## 7.2. MANTENIMIENTO DE LA Sonda

El mantenimiento adecuado de la sonda es crucial para obtener mediciones fiables y prolongar su vida útil. La frecuencia del mantenimiento dependerá en gran medida del tipo de muestra analizada. Podría ser necesario realizarlo si se observa alguna de las siguientes condiciones:

- Respuesta lenta o nula del electrodo
- Lecturas de mV ruidosas
- Residuos en o entre los pines del electrodo
- Recubrimiento en los pines de los electrodos

Si se observan estas señales, es posible que las clavijas del electrodo estén sucias. Enjuague el electrodo con un disolvente adecuado para el tipo de muestra; el metanol suele ser suficiente.

Deje que la sonda se seque completamente antes de volver a instalarla.

Si se requiere una limpieza más profunda, sumerja el electrodo durante varias horas en la solución limpiadora de electrodos de pH de uso general HI7061 y, a continuación, enjuáguelo con agua y metanol. Deje secar antes de volver a instalarlo.

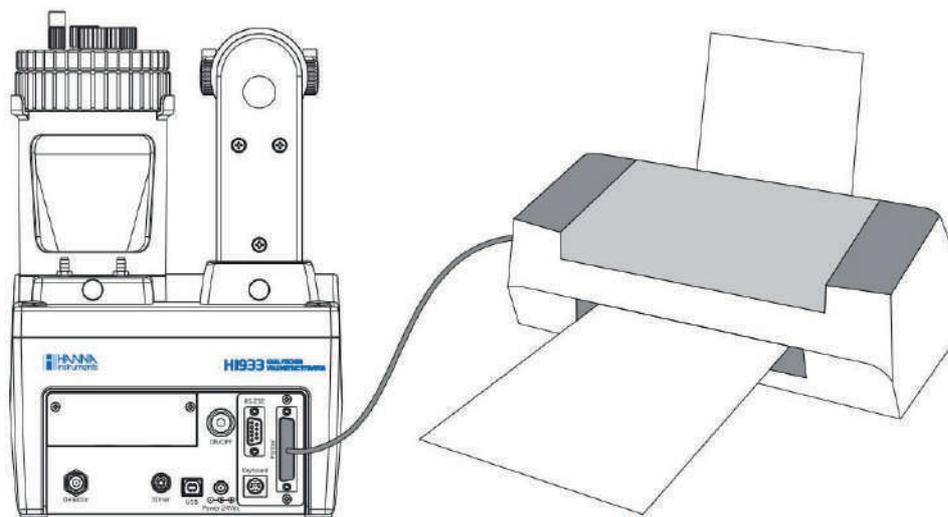
Después de dejar secar la sonda, inspeccione el vidrio para detectar grietas, especialmente cerca de las clavijas del electrodo. Reemplace el electrodo si encuentra alguna grieta.

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

## 7.3. PERIFÉRICOS

### 7.3.1. CONEXIÓN A UNA IMPRESORA

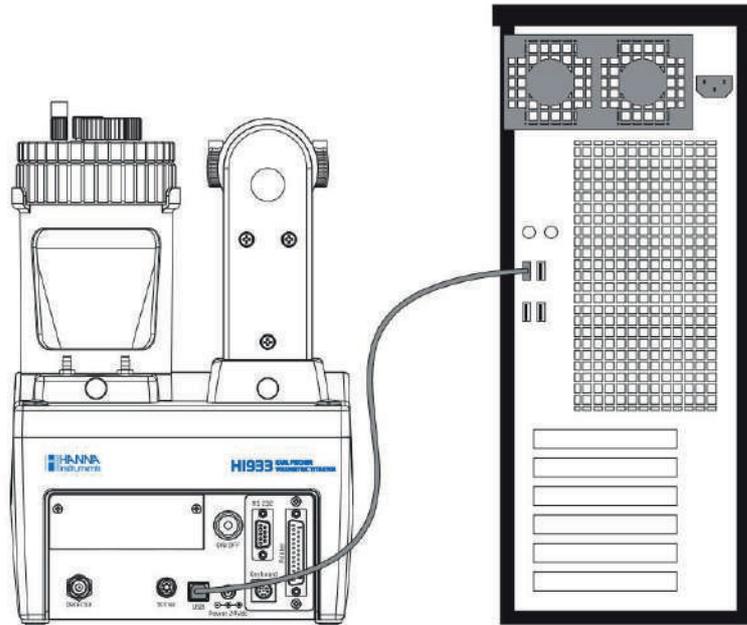
Se pueden conectar una variedad de impresoras paralelas al puerto paralelo del titulador mediante un cable DB25.



¡Advertencia! El titulador y la impresora externa deben estar apagados antes de conectarlos.

### 7.3.2. CONEXIÓN A UNA COMPUTADORA

El titulador se puede conectar a una computadora mediante un cable USB. Es necesario instalar la aplicación [HI900](#) para PC.

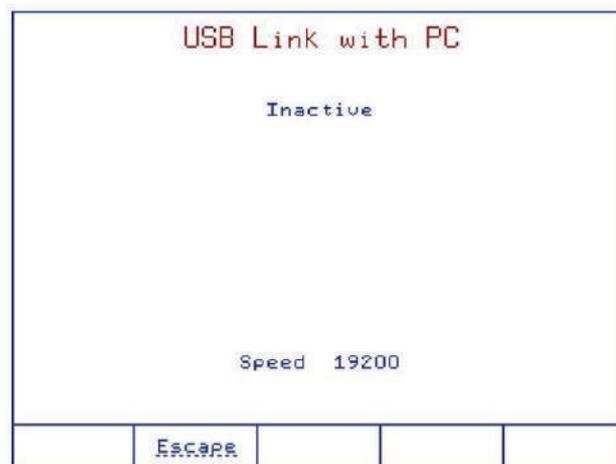


Conecte el cable al puerto USB en el panel trasero del titulador.

Conecte el cable al puerto USB del PC.

Abra el enlace USB con la pantalla de PC en el titulador (consulte la sección [Opciones generales](#) ).

Inicie la aplicación [HI900PC](#) y luego seleccione el puerto USB apropiado en la PC.

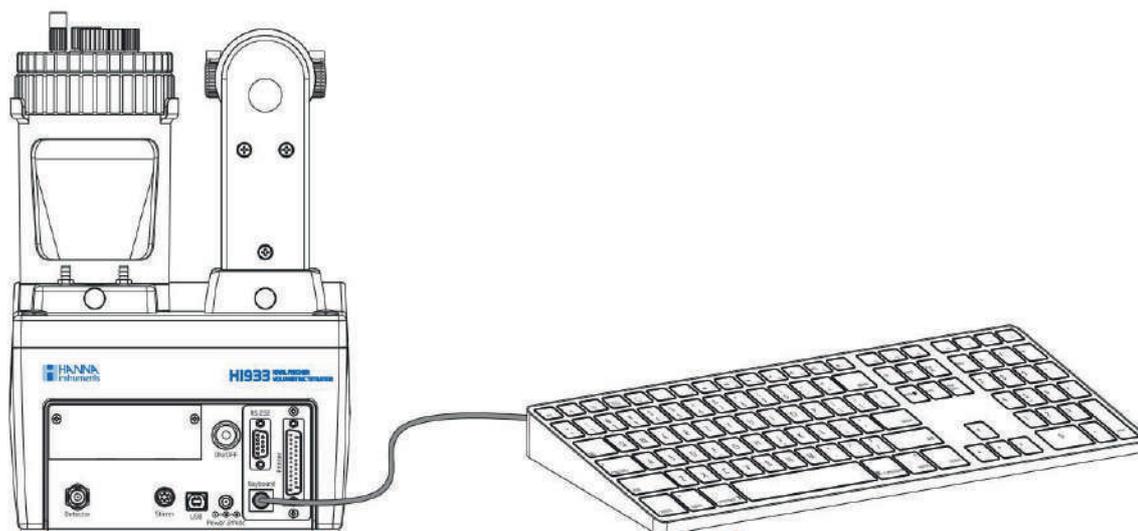


La aplicación para PC [HI900](#) permite la transferencia de métodos e informes entre el titulador y el PC.

¡Advertencia! La conexión/desconexión del cable de alimentación, el conjunto de la bomba, la impresora o la balanza solo debe realizarse cuando el titulador y los dispositivos externos estén apagados.

## 7.3.3. CONEXIÓN DE UN TECLADO DE PC EXTERNO

Esta conexión le 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	
Tecla de función F-3	
Tecla de función F-4	
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	
Tecla de flecha: Arriba	
Tecla de flecha: Abajo	
Tecla de flecha: izquierda	
Tecla de flecha: derecha	
Re Pág	
Página abajo	
Teclas numéricas: del 0 al 9	
Ingresar	
Teclas alfanuméricas	Permitir entradas alfanuméricas

## 8. OPTIMIZACIÓN DE MÉTODOS

### 8.1. AJUSTES DE TITULACIÓN

La configuración predeterminada de los métodos estándar desarrollados por Hanna Instruments proporciona resultados precisos para la mayoría de las muestras sin necesidad de intervención del analista ni ajustes adicionales del método. Sin embargo, para adaptarse a una mayor variedad de tipos de muestras y matrices, todos los parámetros de titulación del HI933 son personalizables. Esta sección describe los parámetros de titulación críticos necesarios para que un analista modifique un método estándar o desarrolle uno nuevo.

Los métodos HI933 se pueden modificar y personalizar según los requisitos de la muestra, la matriz de muestra y la formulación del reactivo. Los ajustes modificables por el usuario se dividen en dos categorías: Parámetros de Control, que definen funciones críticas que determinan el curso de una titulación y cómo se finalizan, y Opciones de Método, que controlan funciones menores que no afectan directamente las mediciones y permiten principalmente a los usuarios avanzados acortar los tiempos de titulación.

### 8.2. PARÁMETROS DE CONTROL

#### 8.2.1. POTENCIAL DE PUNTO FINAL Y CORRIENTE DE POLARIZACIÓN

El HI933 utiliza un sistema de electrodos polarizados conocido como indicación bivoltamétrica. El titulador monitoriza el voltaje necesario para mantener una corriente de polarización constante (I<sub>pol</sub>) entre el electrodo Karl Fischer de doble punta de platino durante la titulación.

Durante una titulación, no hay exceso de yodo. Para mantener la corriente de polarización establecida, el HI933 debe aplicar un voltaje relativamente alto a las patillas del electrodo.

Al final de una titulación, la cantidad de yodo añadida es igual a la cantidad de agua de la muestra. Cuando se añade un exceso de titulante, la solución contiene yodo. Este exceso 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 constante la corriente de polarización a un potencial de electrodo mucho menor.

En teoría, un desplazamiento significativo del potencial del electrodo indica el punto final. En la práctica, el punto final de la titulación se alcanza cuando el potencial del 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 resultan en puntos finales 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.

Además, la duración de una titulación es proporcional a la corriente de polarización. Por lo tanto, el tiempo de titulación puede reducirse aumentando la corriente de polarización. Si bien el valor predeterminado (I<sub>pol</sub>) de 20 µA resulta en una titulación más rápida que las opciones más pequeñas de 1, 2, 5, 10 y 15 µA, un aumento adicional a 30 o 40 µA no acorta significativamente la titulación. Sin embargo, la elección de corrientes de polarización más altas acelerará la contaminación del electrodo y podría degradar las muestras al utilizar sistemas de disolventes especiales.

### 8.2.1.1. PARÁMETROS DE DOSIFICACIÓN

El HI933 predice el punto final próximo y reduce los volúmenes de titulante añadidos hasta alcanzar el punto final.

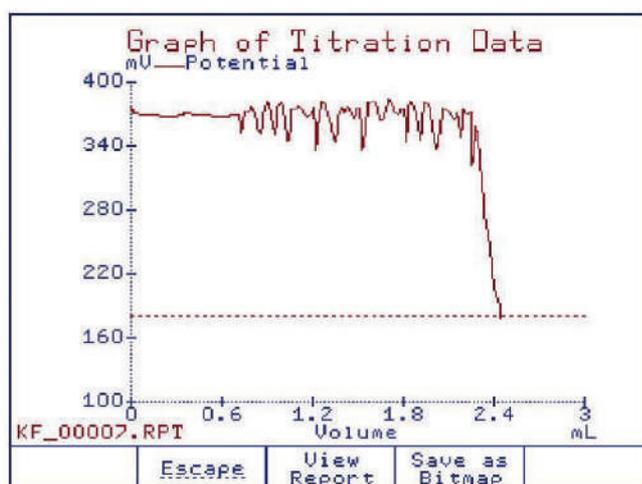
Este es un proceso controlado por software conocido como dosificación dinámica. La dosificación dinámica evita la adición de titulante más allá del punto final y proporciona una mayor densidad de datos cerca del punto final, lo que resulta en una determinación precisa del punto final y titulaciones más rápidas. El usuario debe configurar correctamente el volumen de dosis mínimo y máximo para que la dosificación dinámica sea eficaz.

#### 8.2.1.1.1. DOSIS MÍNIMA

Disminuir la dosis mínima aumenta la precisión, pero prolonga el tiempo de titulación. La única excepción es cuando se ha seleccionado el tiempo de estabilidad como criterio de terminación y existe una alta tasa de deriva. En estas circunstancias, la dosis mínima debe ser lo suficientemente alta como para mantener el potencial del punto final haciendo reaccionar toda el agua debido a la tasa de deriva durante el período de tiempo seleccionado. Aumentar la dosis mínima acorta el tiempo de titulación, pero reduce la precisión y aumenta la probabilidad de sobretitulación.

#### 8.2.1.1.2. DOSIS MÁXIMA

El volumen máximo de la dosis debe adaptarse según la formulación y la concentración del titulante. El volumen máximo de la dosis debe establecerse lo más alto posible sin exceder la velocidad de reacción del sistema de reactivos. La tabla a continuación proporciona dosis máximas sugeridas para sistemas de reactivos comunes según sus velocidades de reacción relativas. La forma más eficaz de optimizar el volumen máximo de la dosis es considerar la duración de la titulación y examinar la forma de la curva de titulación. Si el volumen máximo de la dosis es demasiado alto, el yodo se añadirá más rápido que la velocidad de reacción de la titulación. Este exceso de yodo provocará una caída pronunciada del potencial del electrodo, que el HI933 interpretará como una aproximación al punto final. Esto, a su vez, hará que el algoritmo de dosificación dinámica reduzca la dosis hasta que el exceso de yodo haya tenido tiempo de reaccionar. La reducción de la dosis interrumpe la titulación y la prolonga considerablemente. De esta forma, la titulación se interrumpirá repetidamente y el tiempo total de titulación será mayor, incluso si el valor del volumen máximo de la dosis es demasiado alto. El gráfico a continuación muestra un ejemplo de una titulación con una dosis máxima establecida en grande.



Dado que las velocidades de reacción son más rápidas con reactivos de dos componentes que con reactivos de un solo componente, el volumen de dosis máxima puede ajustarse ligeramente más alto al utilizar sistemas de dos componentes. Si la dosis máxima es demasiado baja, el tiempo de titulación se prolongará.

Sistema de reactivos Karl Fischer	Volumen máximo de dosis
Sistemas de un solo componente	20 a 30 $\mu\text{L}$
Sistemas de un componente para aldehídos y cetonas	20 a 25 $\mu\text{L}$
Sistemas de un componente formulados con piridina	15 a 20 $\mu\text{L}$
Sistemas de dos componentes	40 a 60 $\mu\text{L}$
Sistemas de dos componentes formulados con piridina	25 a 30 $\mu\text{L}$

#### 8.2.1.2. MODO DE DOSIFICACIÓN MÁXIMA

Si esta opción está habilitada, cuando el valor de mV sea mayor a 150 mV desde el punto final establecido, el algoritmo siempre dosificará el valor máximo, reduciendo así el tiempo de titulación.

Si la titulación es ruidosa, existe el riesgo de sobretitular la celda.

#### 8.2.1.3. INCREMENTO TEMPORIZADO

Esta configuración controla la cantidad de tiempo entre dosis sucesivas de titulante.

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

El valor del incremento de tiempo depende del sistema de reactivos utilizado. Si bien el valor predeterminado de 1 segundo es compatible con cualquier sistema de reactivos, las titulaciones con sistemas de reactivos de dos componentes pueden agilizarse reduciendo el tiempo entre dosis sucesivas.

#### 8.2.1.4. MODO DE INICIO

El HI933 puede configurarse en modo de inicio normal o cauteloso. La función de inicio cauteloso está diseñada para evitar la sobretitulación accidental de una muestra con un contenido de agua muy bajo. En el modo de inicio cauteloso, el HI933 inicia la titulación utilizando la dosis mínima especificada por el usuario, en lugar de comenzar con la mitad de la dosis máxima, como en el modo de inicio normal.

#### 8.2.1.5. PROMEDIO DE SEÑAL

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

#### 8.2.1.6. CAUDAL

El ajuste del caudal especifica el volumen de titulante administrado por minuto. El caudal predeterminado debe utilizarse para la mayoría de las titulaciones. Si el titulante es más viscoso, se puede reducir el caudal.

### 8.2.2. PARÁMETROS DE TERMINACIÓN

El HI933 ofrece la posibilidad de elegir entre tres criterios mediante los cuales se puede considerar que una titulación ha alcanzado con éxito un punto final.

### 8.2.2.1. 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.

Para que este criterio finalice correctamente una titulación, el tiempo de estabilidad y la dosis mínima deben establecerse de forma que, al final de la titulación, la dosis mínima sea lo suficientemente grande como para compensar toda el agua que se filtra en la celda debido a la deriva durante el tiempo de estabilidad establecido. Si el volumen de la dosis mínima es demasiado pequeño para compensar el agua introducida por la deriva, la titulación no se finalizará.

### 8.2.2.2. CRITERIOS DE TERMINACIÓN DE LA PARADA DE DERIVA

Los criterios de terminación basados en la deriva, o parada de deriva, finalizan las titulaciones basándose en el concepto de que al final de una titulación, cuando toda el agua debida a 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 (consulte la sección [Análisis de deriva](#) para obtener una explicación detallada de la deriva de fondo).

Idealmente, los criterios de terminación de la deriva finalizarían 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 los aspectos positivos de la terminación basada en la deriva, el HI933 incorpora dos criterios de terminación de detención de deriva: detención de deriva relativa y detención de deriva absoluta.

#### 8.2.2.2.1. PARADA DE DERIVA RELATIVA

El parámetro de terminación 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 en que el valor de terminación de la tasa de deriva relativa se puede establecer independientemente de la concentración de titulante y de la tasa de deriva inicial.

Según este criterio, una titulación alcanza un punto final con éxito cuando el HI933 titula toda el agua introducida con la muestra y mantiene una tasa de deriva que es igual a la suma de la deriva inicial (tasa de deriva cuando se inició la titulación) y el valor de "detención de deriva relativa" establecido (es decir, una deriva ligeramente más alta que la tasa de deriva inicial).

La elección del valor de deriva relativa influye en la duración y reproducibilidad de la titulación. Seleccionar valores bajos de deriva relativa (5 a 10  $\mu\text{g}/\text{min}$ ) resultará en titulaciones con alta reproducibilidad y larga duración. Establecer valores altos de deriva relativa (20 a 30  $\mu\text{g}/\text{min}$ ) resultará en titulaciones rápidas con una reproducibilidad potencialmente reducida. La reproducibilidad reducida con valores altos de deriva relativa es especialmente preocupante al utilizar reactivos con velocidades de reacción más lentas (reactivos monocomponentes o de aldehído y cetona).

Es importante establecer un valor de detención de deriva relativa apropiado cuando se trabaja con muestras insolubles o escasamente solubles.

Durante este tipo de titulaciones, las trazas finales de agua se liberan muy lentamente. Si la muestra contiene poca agua (las trazas finales representan una fracción considerable del agua total), el valor de parada de deriva relativa debe ser muy bajo. Si se pueden ignorar las trazas finales debido a un alto contenido de agua en la muestra, las titulaciones pueden finalizarse con un valor de parada de deriva más alto.

#### 8.2.2.2.2. PARADA ABSOLUTA DE DERIVA

Según este criterio, una titulación alcanza un punto final con éxito cuando la deriva cae por debajo de un umbral predefinido llamado valor de parada de deriva absoluta.

El valor absoluto de parada de deriva no tiene en cuenta la tasa de deriva inicial, pero tiene la ventaja de poder ajustarse sin tener en cuenta la concentración del titulante. Además, para que una titulación alcance el punto final, el umbral absoluto de parada de deriva debe ser superior al valor inicial de la tasa de deriva.

La principal desventaja de los criterios de terminación de la tasa de deriva absoluta es que debe considerarse la tasa de deriva de fondo real antes de establecer el umbral de la tasa de deriva absoluta. Al establecer el umbral de deriva absoluta, debe lograrse 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 µg/min) resultará en titulaciones muy rápidas y una menor reproducibilidad de la titulación.

### 8.2.3. OPCIONES DEL MÉTODO

#### 8.2.3.1. CANTIDAD PRE-DISPENSIÓN

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

Al activarse, la cantidad de predispensación se puede configurar para suministrar entre el 1 % y el 90 % del titulante necesario para alcanzar el punto final de la titulación. Una cantidad de predispensación alta (alrededor del 90 %) aumenta la probabilidad de obtener resultados erróneos. Las cantidades de predispensación superiores al 50 % solo deben utilizarse si la reacción es muy rápida.

#### 8.2.3.2. TIEMPO DE AGITACIÓN PREVIA AL ANÁLISIS

Al analizar muestras sólidas con solubilidad limitada o que liberan lentamente agua ligada, 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 añadir el titulante a la celda. El tiempo de agitación pre-análisis puede ajustarse entre 0 y 1000 segundos.

#### 8.2.3.3. VELOCIDAD DE AGITACIÓN

La velocidad de agitación del HI933 se puede ajustar 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 establecida por el usuario.

La velocidad de agitación óptima 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 sobretitulación 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 podrían requerir un ajuste de la velocidad de agitación.

#### 8.2.3.4. ENTRADA DE TASA DE DERIVA DE FONDO

Esta opción permite elegir entre la determinación automática de la tasa de deriva del HI933 y la asignación de un valor fijo que el titulador utilizará 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 HI933 realice un análisis de la tasa de deriva.

### 8.3. LA MUESTRA

#### 8.3.1. PROCEDIMIENTO DE MUESTREO ADECUADO

Un muestreo adecuado es esencial para determinar con precisión el contenido de agua de los 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 promedio de agua contenido del material a granel.

- Evite exponer las muestras a los efectos contaminantes de la humedad atmosférica. Tome las muestras lo más rápido posible y proteger la muestra durante el transporte y/o almacenamiento.
- Tome muestras del interior de materiales a granel. Las superficies de materiales higroscópicos pueden contener niveles más altos de humedad que el resto del material. Las superficies de materiales que liberan agua pueden contener menos agua que el resto del material.
- Tomar muestras grandes de materiales a granel dará como resultado una muestra más representativa.

### 8.3.2. DETERMINACIÓN DEL TAMAÑO ÓPTIMO DE LA MUESTRA

La elección correcta del tamaño de muestra es fundamental para obtener resultados de titulación precisos y repetibles. Como regla general, el tamaño de muestra debe seleccionarse de forma que se consuma entre el 30 % y el 70 % del volumen de la bureta durante la titulación. Esto proporciona suficiente titulante para garantizar una buena precisión, a la vez que se ahorran reactivos y se minimiza la generación de residuos. La siguiente tabla ilustra la relación entre la reproducibilidad de la titulación, el volumen de titulante consumido durante una titulación, la cantidad de agua contenida en una muestra, el tamaño de una muestra y el contenido de agua de una muestra.

Relative Standard Deviation	Titrant Volume Required		Amount of Water in Sample	Size of Sample	Water Content of Sample
	0.002 mL	0.005 mL	10 µg		10%
>5.0%					
3.0%	0.02 mL	0.05 mL	100 µg	0.01 g	1%
1.0%				0.1 g	
0.65%	0.2 mL	0.5 mL	1 mg	1 g	1000 ppm
				10 g	
<0.40%	2.0 mL	5.0 mL	10 mg	100 g	100 ppm
	20 mL	50 mL	100 mg		10 ppm
	5 mg/mL 2 mg/mL				

El tamaño ideal de la muestra se puede estimar utilizando la tabla, trazando una línea desde el contenido de agua esperado hasta la cantidad de agua en la muestra correspondiente a la reproducibilidad de titulación deseada (desviación estándar relativa). El tamaño ideal de la muestra se indica por la intersección de la línea dibujada con la escala de "tamaño de la muestra".

Considere la línea de la tabla como ejemplo. Esta línea se trazó para un usuario con una muestra con aproximadamente un 1 % de agua que requería la máxima reproducibilidad. La intersección de la línea roja con el tamaño de la columna de muestra indica que, para introducir los 10 mg de agua óptimos en la celda de titulación, el usuario debe añadir 1 g de muestra.

La cantidad de muestra necesaria para introducir 10 mg de agua en la celda de titulación también se puede calcular directamente utilizando la siguiente ecuación.

$$\text{Masa de la muestra (g)} = \frac{1}{\%H_2O \text{ en la muestra}}$$

### 8.3.3. MUESTRAS SÓLIDAS

El agua de muestra debe estar disponible para reaccionar con el titulante. Esto generalmente implica que la muestra debe estar adecuadamente disuelta en el disolvente. Esto se logra mediante la elección de un sistema de disolventes adecuado, la preparación correcta de la muestra y la optimización de las condiciones de reacción. Tras asegurar la solubilidad de la muestra en el disolvente o la mezcla de disolventes elegidos, se puede facilitar la disolución de una muestra sólida moliéndola hasta obtener un polvo fino, aumentando el tiempo de agitación previo al análisis o calentando el disolvente durante la titulación con una celda de titulación encamisada y un circulador de agua opcionales.

Las muestras sólidas se añaden a la celda de titulación retirando el tapón de muestra. La cantidad de muestra sólida añadida puede introducirse en el HI933 como masa o por número de piezas si, por ejemplo, se van a analizar pastillas. La forma más precisa de determinar la masa de la muestra añadida a la celda se logra mediante una técnica analítica denominada pesaje inverso.

El pesaje posterior consta de los siguientes pasos:

- Medir la masa de una muestra en una balanza.
- Inicie la secuencia de titulación en el HI933 usando la tecla "Iniciar análisis" desde el modo de espera. Esto abrirá la pantalla "Añadir muestra".
- Deslice el tapón de muestra hacia arriba, fuera de la parte superior del recipiente, para abrir el puerto de muestra.
- Agregue rápidamente la muestra a través del puerto de muestra asegurándose de que TODA la muestra se transfiera al solvente.  
Evite cualquier contacto entre la muestra y las paredes o la parte superior de la celda.
- Vuelva a colocar el tapón de muestra en la parte superior del recipiente.
- Determinar la masa del bote de peso "vacío".
- Calcule la masa de la muestra agregada (reste la masa del recipiente de pesaje vacío de la masa del recipiente lleno)  
barco de pesaje).
- Introduzca la masa calculada de la muestra en el HI933.
- Inicie la titulación utilizando la tecla de opción 'Iniciar análisis' desde la pantalla de agregar muestra.

Se debe procurar añadir una muestra sólida lo más rápido posible para minimizar el tiempo que el puerto de muestra permanece abierto. También es importante asegurarse de que toda la muestra alcance el disolvente y no entre en contacto con las paredes internas de la tapa del recipiente ni se adhiera a ellas. Perder incluso una pequeña fracción de la masa de la muestra resultará en una muestra alta.  
contenido de agua.

En algunos casos, las muestras sólidas pueden requerir uno de los pasos preparatorios adicionales que se enumeran en las secciones siguientes.

Se incluyen instrucciones específicas de preparación de muestras con cada método estándar.

#### 8.3.4. MUESTRAS LÍQUIDAS

Al igual que con los sólidos, el agua contenida en las muestras líquidas debe estar disponible para reaccionar con el titulante. Es importante seleccionar un sistema o mezcla de disolventes con el que la muestra sea miscible.

Los líquidos normalmente se agregan a través del tabique en el puerto de muestra mediante una jeringa y una aguja siguiendo los siguientes pasos:

- Conecte una aguja larga (de aproximadamente 6 cm de largo, calibre 21) a una jeringa lo suficientemente grande como para contener al menos un volumen de muestra completo.
- Enjuague la jeringa y la aguja con la muestra varias veces extrayendo una pequeña porción de muestra, extendiendo completamente el émbolo, agitando para cubrir el interior de la jeringa y expulsando la muestra en un recipiente recolector de desechos.
- Extraiga suficiente muestra con la jeringa para al menos una titulación.
- Seque el exterior de la aguja con una toallita o un pañuelo de papel que no deje pelusa.
- Determinar la masa de la jeringa y la muestra.
- Inicie una titulación desde el modo de espera presionando la tecla de opción "iniciar análisis".
- Inserte la aguja a través del tabique en el puerto de muestra. Empuje la jeringa a través del tabique hasta el final.  
La aguja está aproximadamente a 1 cm de la superficie del disolvente.
- Dispense de manera uniforme el contenido de la jeringa asegurándose de que la muestra se introduzca directamente en el disolvente y  
No salpique ni salpique sobre la pared del electrodo del recipiente de titulación ni sobre la punta dosificadora.
- Extraiga 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.
- Retire la jeringa y la aguja del tabique teniendo cuidado de no tocar la aguja con el solvente u otros componentes internos de la celda.

- Determinar la masa de la jeringa y la aguja.
- Calcule la masa de la muestra agregada a la celda de titulación (reste la masa de la jeringa después de haber agregado la muestra de la masa de la jeringa antes de agregar la muestra).
- Introduzca la masa calculada de la muestra en el HI933.
- Inicie la titulación con la tecla de opción. Como  desde la pantalla de agregar muestra.

se indicó anteriormente, al añadir una muestra líquida con una aguja y una jeringa, es importante que la muestra se introduzca directamente en el disolvente.

La muestra que se deposite en las paredes del recipiente u 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 se acumularán en la parte inferior del tabique. Esto dará como resultado resultados bajos falsos en la determinación.

Las muestras líquidas con alta viscosidad, como la miel, se pueden agregar mediante una jeringa sin aguja a través del puerto de muestra siguiendo los pasos descritos anteriormente.

En algunos casos, las muestras líquidas pueden requerir uno de los pasos preparatorios adicionales que se enumeran en las secciones siguientes.

Se incluyen instrucciones específicas de preparación de muestras con cada método estándar.

### 8.3.5. TÉCNICAS DE PREPARACIÓN DE MUESTRAS

Aunque muchas muestras pueden introducirse directamente en el recipiente de titulación (véase la sección "Adición de Muestras"), otras requieren pasos preparatorios. Es fundamental que las muestras no se contaminen con agua adicional ni pierdan agua 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 para cada aplicación, consulte las instrucciones incluidas con los métodos estándar aplicables.

El HI933 proporciona opciones para el cálculo automático de muestras preparadas normalmente, utilizando extracción externa y disolución externa.

#### 8.3.5.1. EXTRACCIONES INTERNAS

Las extracciones internas se realizan utilizando la opción de tipo de muestra "normal" dentro del "menú de parámetros de muestra".

Este tipo de preparación de muestras es adecuado para muestras sólidas que liberan agua con relativa rapidez (durante el tiempo de agitación previo al análisis) y presentan una solubilidad limitada o nula en disolventes de Karl Fischer. Se recomienda utilizar preferentemente la extracción interna en lugar de las técnicas de extracción externa, ya que el agua extraída se titula inmediatamente, lo que favorece una extracción completa según el principio de Le Chatlier.

A continuación se presenta un esquema del procedimiento general:

- Agregue metanol o un solvente apropiado a la celda de titulación y titule previamente hasta sequedad.
- Ajuste el tiempo de agitación preanalítica para que sea lo suficientemente largo como para completar la extracción. Los tiempos de fraguado adecuados dependerán de la muestra y el disolvente. Consulte un método estándar o experimente aumentando el tiempo de agitación preanalítica y titulando las muestras hasta que el contenido de agua resultante deje de aumentar.
- Reduzca las muestras al polvo más fino posible para garantizar que el agua de la muestra se extraiga rápidamente.
- Agregue la muestra al recipiente de titulación utilizando el método de pesaje inverso.

#### 8.3.5.2. 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 introducir las 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 la dilución 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:

- Determinar la masa de un matraz seco provisto de un tapón de septum.
- Transfiera aproximadamente 1 g de muestra al matraz y mida la masa del matraz y la muestra juntas.
- Añada 30 gramos de disolvente de dilución al matraz. Vuelva a sellar y mezcle el contenido.
- Determinar el contenido de humedad del disolvente seco utilizado como diluyente en una titulación separada.
- Agregue la muestra diluida según las instrucciones para agregar muestras líquidas en esta sección.

#### 8.3.5.3. DISOLUCIÓN EXTERNA

Las disoluciones externas se recomiendan para titulaciones que requieren una gran cantidad de muestra sólida soluble debido a una distribución heterogénea del agua o a un contenido muy bajo de agua. La disolución externa reduce el error típico de la titulación de sólidos con bajo contenido de agua, ya que recoge el agua liberada por una gran cantidad de muestra sólida disolviéndola en una cantidad relativamente pequeña de disolvente. Una pequeña porción del disolvente puede entonces inyectarse en el recipiente de titulación.

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 HI933 realizará los cálculos necesarios automáticamente cuando se seleccione "disolución externa" en el menú de tipo de muestra.

#### 8.3.5.4. EXTRACCIÓN EXTERNA

Se recomienda la extracción externa para muestras sólidas insolubles que liberan agua lentamente.

El HI933 realizará los cálculos necesarios automáticamente cuando se seleccione "extracción externa" en el menú de tipo de muestra.

A continuación se presenta un esquema de un procedimiento general:

- Determinar la masa de un frasco o matraz de extracción equipado con un septo.
- 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.
- Determinar el contenido de agua del disolvente.
- Determinar la masa del disolvente que queda en el frasco de extracción.
- Añada una muestra finamente triturada al disolvente del frasco de extracción. La cantidad de muestra añadida debe ser suficiente para que la cantidad de agua en la muestra sea mucho mayor que la del disolvente antes de la extracción.
- Facilite la extracción agitando la solución o colocando la solución en una placa de agitación o en un sonicador.
- Deje que la porción insoluble de la muestra se asiente en el fondo del frasco de extracción.
- Titule una muestra de tamaño apropiado del sobrenadante (solvente por encima de la muestra sólida sedimentada).

#### 8.3.5.5. 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 hundirse en el fondo del frasco. Esto es especialmente 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, por lo que 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 típicamente externamente en un matraz seco con la adición de un disolvente adecuado, preferiblemente metanol.

#### 8.3.5.6. CALEFACCIÓN

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 con aditivos y materias primas para productos farmacéuticos.

Las muestras se calientan en un horno especial mientras una corriente seca de gas portador pasa por la cámara de muestra o, en el caso de muestras líquidas, por la propia muestra. El gas portador se introduce en el recipiente de titulación.

La temperatura de calentamiento es específica de cada muestra y se encuentra en los métodos estándar aplicables. Se seleccionan las temperaturas lo más altas posible sin descomponer la muestra, lo cual podría contaminar el recipiente de titulación.

### 8.4. 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 Karl Fischer constan de un disolvente y un titulante. El disolvente es el líquido al que se añade la muestra en el recipiente de reacción. El titulante es el líquido yodo-yodo que se bombea a la celda durante la titulación.

#### 8.4.1. CLASIFICACIÓN DEL SISTEMA DE REACTIVOS

Los sistemas de reactivos se clasifican como monocomponentes o bicomponentes, dependiendo de si el dióxido de azufre y la base se incluyen en el titulante o junto con el disolvente. En los sistemas monocomponentes, también conocidos como compuestos, el titulante contiene todos los reactivos necesarios para la titulación (yodo, dióxido de azufre y una base) disueltos en un alcohol o éter. En un sistema de reactivos bicomponente, el disolvente ya contiene el dióxido de azufre y la base, mientras que el titulante suele ser una solución de yodo y metanol.

##### 8.4.1.1. SISTEMAS DE REACTIVOS DE UN COMPONENTE

Los reactivos de un componente son menos estables que los sistemas de dos componentes, y suelen tener una vida útil de solo dos años. Sin embargo, ofrecen varias ventajas significativas. La principal ventaja es que el titulante proporciona el dióxido de azufre y la base. El suministro constante de componentes de reacción del titulante permite una gran flexibilidad en cuanto a la composición química del disolvente y proporciona una capacidad de disolución prácticamente ilimitada para el agua. Los sistemas de disolventes de un componente se pueden personalizar fácilmente, creando mezclas especialmente adaptadas a las características específicas de la muestra sin tener que preocuparse por proporcionar los niveles adecuados de dióxido de azufre y componentes tampón. Las mezclas de disolventes más comunes incluyen etanol, cloroformo, xileno, tolueno y alcoholes de cadena larga como el hexanol y el decanol.

##### 8.4.1.2. SISTEMAS DE REACTIVOS DE DOS COMPONENTES

Los reactivos de dos componentes presentan ventajas propias. Son más estables y tienen una vida útil más larga que los sistemas de un solo componente. El dióxido de azufre se premezcla en exceso con un disolvente a base de alcohol, por lo que los ésteres de sulfito reactivos necesarios están presentes en un gran exceso antes del inicio de la titulación. Esto resulta en velocidades de titulación más rápidas y mayor precisión con bajos niveles de agua. Además, tener la base presente en exceso en el disolvente antes de la adición de la muestra resulta en una mayor capacidad de tampón del disolvente.

##### 8.4.1.3. REACTIVOS PARA ALDEHÍDOS Y CETONAS

La adición de una muestra que contiene aldehídos o cetonas a un disolvente de Karl Fischer a base de metanol produce reacciones secundarias que afectan negativamente los resultados de la titulación. Cuando los alcoholes reaccionan con los grupos carbonilo de los aldehídos y las cetonas.

Forman acetales y cetales mediante una reacción que libera agua. La generación de agua durante una titulación inflará erróneamente los resultados del contenido de agua y podría provocar la desaparición de los puntos finales.

Si bien las cetonas son menos reactivas que los aldehídos, la reactividad de ambas especies es inversamente proporcional a la longitud de la cadena carbonílica. La formación de acetales y cetales también depende del tipo de alcohol presente en el disolvente. A medida que aumenta la longitud de la cadena del grupo alquilo o alquilo sustituido de un alcohol, disminuye su reactividad hacia las cetonas y los aldehídos (es decir, el metanol es el más reactivo). La formación de acetales o cetales puede prevenirse mediante el uso de reactivos sin metanol, especialmente diseñados para este fin. Los reactivos para el análisis de aldehídos y cetonas sustituyen el metanol por alcoholes superiores, éteres, alcanos halogenados o combinaciones similares.

#### 8.4.2. ELECCIÓN Y MODIFICACIÓN DE UN DISOLVENTE

El disolvente desempeña un papel importante en la titulación KF. Debe reaccionar con el dióxido de azufre para formar la especie reactiva de metilsulfito, disolver la muestra o extraer agua, y ayudar a prevenir reacciones secundarias. El disolvente más común es el metanol. Se pueden añadir codisolventes para aumentar la solubilidad de la muestra en disolventes monocomponentes, siempre que la mezcla contenga al menos un 20-30 % de metanol. En un sistema de reactivos de dos componentes, se puede utilizar una proporción de disolvente del 50 % y un codisolvente del 50 %. Esto garantiza que haya suficiente dióxido de azufre y base para que se produzca la reacción de Karl Fischer.

En general, un disolvente debe elegirse de acuerdo con la composición de la muestra.

Las grasas, los aceites y los hidrocarburos de cadena larga tienen una solubilidad limitada en metanol. Se recomienda utilizar codisolventes de alcoholes de cadena larga (n-decanol) o cloroformo.

Los carbohidratos y las proteínas son poco solubles en metanol, por lo que se puede usar formamida como codisolvente. El análisis de ácidos o bases puede llevar el pH fuera del rango óptimo, por lo que podría requerirse una solución tampón adicional. Se puede añadir un reactivo tampón Karl-Fischer comercial o imidazol adicional para muestras ácidas y ácido salicílico al disolvente para muestras básicas. Para el análisis de cetonas o aldehídos, el metanol se puede sustituir por reactivos especiales "K" que contienen mezclas de 2-cloroetanol, cloroformo, etanol o 1-metoxi-2-propanol.

#### 8.4.3. NORMAS DEL AGUA

Los estándares de agua se utilizan para estandarizar el titulante y verificar el rendimiento del titulador y la técnica del analista. Son parte integral de las normas ISO 9000, GMP, GLP y las directrices de la FDA para la determinación del agua.

El estándar de agua más comúnmente utilizado para la titulación volumétrica Karl Fischer es el tartrato de sodio dihidratado. Disponible en polvo altamente purificado y no higroscópico, el tartrato de sodio dihidratado tiene un contenido de agua estable del  $15,66 \pm 0,05$  %.

Sin embargo, el compuesto es poco soluble en metanol y requiere al menos 3 minutos de agitación para su disolución completa.

Si se requiere alta precisión o trazabilidad NIST, también se encuentran disponibles comercialmente estándares de agua sellados en ampollas de vidrio. Aunque son más caros, los estándares sellados vienen preanalizados y certificados por el fabricante y están disponibles en una amplia gama de concentraciones.

El analista experimentado también puede utilizar volúmenes muy pequeños de agua desionizada como estándar. Debido a la alta sensibilidad al agua de una titulación Karl Fischer, solo se requieren unos pocos miligramos de agua para una estandarización o verificación del sistema típica. Por lo tanto, se requiere mucha habilidad para determinar la masa de agua introducida en el recipiente de titulación a fin de obtener resultados altamente precisos.

#### 8.4.4. ESTANDARIZACIÓN DEL TITULANTE

La estandarización del titulante, o la determinación del título, es una parte rutinaria y necesaria de los análisis Karl Fischer precisos.

El titulante debe estandarizarse diariamente para lograr la máxima precisión. La estandarización sirve para estandarizar la combinación de parámetros seleccionados como parte de un método específico y sirve como verificación del sistema. Se recomienda que el titulante sea

Se debe reestandarizar si el método de análisis es muy diferente del utilizado inicialmente para estandarizar el titulante. El titulante puede estandarizarse utilizando sal hidratada, estándares de agua líquida o pequeñas cantidades de agua pura.

A continuación se detalla un procedimiento general para la estandarización del titulante.

Configure el titulador según el manual de instrucciones. Asegúrese de que esté configurado con los mismos reactivos, disolventes, condiciones de trabajo, temperatura y ajustes que se utilizarán en los análisis de muestras posteriores.

- Seleccione el método de estandarización apropiado incluido con el [HI933](#).

Si se utiliza un estándar de tartrato de sodio dihidrato:

- Pese entre 30 y 200 mg de sal estándar. Asegúrese de que la sal sea de alta calidad y que tenga se ha almacenado adecuadamente y existe como un polvo fino que fluye libremente.
- Repita la estandarización al menos tres veces y actualice la concentración del titulante utilizando el valor del resultado promedio a través de la pantalla de estadísticas si la variabilidad entre las estandarizaciones es pequeña.

Si utiliza un estándar de agua líquida preparada (ampolla):

Abra una ampolla de solución estándar. Enjuague una jeringa con una pequeña cantidad de solución estándar.

- Extraiga el resto del estándar en la jeringa, pese y títule aproximadamente un tercio del estándar en la jeringa.
- Realice dos estandarizaciones más con el estándar restante en la jeringa.

Revise el conjunto de resultados en la pantalla de estadísticas de "Resultados promedio". La concentración del titulante debe actualizarse con los resultados promedio, siempre que no haya una variabilidad excesiva entre los resultados de estandarización.

Si se utilizan estándares de agua pura:

- Extraiga aproximadamente 10 µL de agua pura en una jeringa de microlitro de vidrio.
- Introduzca el estándar de agua mediante pesaje retrospectivo con una balanza analítica con una resolución de 0,01 mg. Debido al tamaño extremadamente pequeño de la muestra, es importante seguir estrictamente el procedimiento para la adición de muestras líquidas descrito en la sección "Muestras líquidas" anterior.

Revise el conjunto de resultados en la pantalla de estadísticas de "Resultados promedio". La concentración del titulante debe actualizarse con los resultados promedio, siempre que no haya una variabilidad excesiva entre los resultados de estandarización.

## 9. ACCESORIOS

### 9.1. TITULANTES

#### 9.1.4.3.1. TITULARES DE UN COMPONENTE

Honeywell®	HYDRANAL™ - Compuesto 1 (Número de catálogo 34827)
	HYDRANAL™ - Composite 2 (Número de catálogo 34806)
	HYDRANAL™ - Composite 5 (Número de catálogo 34805)
	HYDRANAL™ - Composite 5 K (Número de catálogo 34816)
GFS Chemicals® Watermark®	- Solución única, 2 mg/ml (Número de catálogo 1601)
	Watermark® - Solución única no peligrosa, 2 mg/ml (Número de catálogo 1894)
	Watermark® - Solución única, 5 mg/ml (Número de catálogo 1600)
	Watermark® - Solución única no peligrosa, 5 mg/ml (Número de catálogo 1893)
	Watermark® - A base de metanol, 5 mg/ml (Número de catálogo 1616)
JT Baker®	Hydra-Point™ - Composite 2 (Número de catálogo 8891)
	Hydra-Point™ - Composite 5 (Número de catálogo 8890)
	Hydra-Point™ - Composite 5K (Número de catálogo 8892)

#### 9.1.4.3.2. VALORANTES DE DOS COMPONENTES

Honeywell®	HYDRANAL™ - Titulante 2 (Número de catálogo 34811)
	HYDRANAL™ - Titulante 2 E (Número de catálogo 34723)
	HYDRANAL™ - Titulante 5 (Número de catálogo 34801)
	HYDRANAL™ - Titulante 5 E (Número de catálogo 34732)
GFS Chemicals® Watermark®	- Titulante no higroscópico, 0,5 mg/ml (Número de catálogo 1970)
	Watermark® - Titulante no higroscópico, 1 mg/mL (Número de catálogo 1602)
	Watermark® - Titulante no higroscópico, 2 mg/mL (Número de catálogo 1603)
	Watermark® - Titulante no higroscópico, 5 mg/mL (Número de catálogo 1604)
JT Baker®	Hydra-Point™ - Composite 2 (Número de catálogo 8845)
	Hydra-Point™ - Composite 5 (Número de catálogo 8844)

### 9.2. DISOLVENTES

#### 9.2.4.3.1. DISOLVENTES DE UN COMPONENTE

Honeywell®	HYDRANAL™ - Metanol seco (Número de catálogo 34741)	
	HYDRANAL™ - Metanol rápido (Número de catálogo 37817)	
	HYDRANAL™ - CompoSolver E (Número de catálogo 34734)	
	HYDRANAL™ - Solver (Crudo) Petróleo (Número de catálogo 34697)	
	HYDRANAL™ - LipoSolver CM (Número de catálogo 37855)	
	HYDRANAL™ - LipoSolver MH (Número de catálogo 37856)	
	HYDRANAL™ - Medium K (Número de catálogo 34698)	
	HYDRANAL™ - KetoSolver (Número de catálogo 34738)	
	HYDRANAL™ - Medio de trabajo K (Número de catálogo 34817)	
	HYDRANAL™ - Reactivo de Karl Fischer (Número de catálogo 36115)	

- GFS Chemicals® Watermark® - Disolvente de uso general (Número de catálogo 1610)
- Watermark® - Disolvente de metanol (Número de catálogo 1609)
  - Watermark® - Disolvente de cetona/aldehído (Número de catálogo 5322)
  - Watermark® - Aceites Disolventes (Número de catálogo 2978)
  - Watermark® - Alcohol metílico - Grado KF (Número de catálogo 3569)
- JT Baker® Hydra-Point™ - Metanol seco (Número de catálogo 8898)

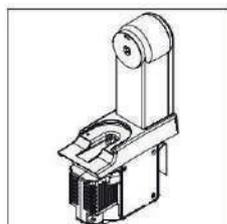
#### 9.2.4.3.2. DISOLVENTES DE DOS COMPONENTES

- Honeywell HYDRANAL™ - Disolvente (Número de catálogo 34800)
- HYDRANAL™ - Disolvente E (Número de catálogo 34730)
  - HYDRANAL™ - Disolvente CM (Número de catálogo 34812)
  - HYDRANAL™ - Aceite solvente (Número de catálogo 34749)
- GFS Chemicals® Watermark® - Disolvente de uso general (Número de catálogo 1610)
- Watermark® - Disolvente sin metanol (Número de catálogo 1609)
  - Watermark® - Buffer (Número de catálogo 1615)
  - Watermark® - Disolvente KF para aceite (Número de catálogo 2991)
- JT Baker® Hydra-Point™ - Disolvente G (Número de catálogo 8855)

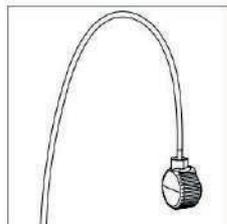
#### 9.3. NORMAS

- Honeywell® HYDRANAL™ - Tartrato de sodio dihidratado estándar (Número de catálogo 34696)
- HYDRANAL™ - Estándar de agua 10.0 (Número de catálogo 34849)
  - HYDRANAL™ - Estándar de agua 1.0 (Número de catálogo 34828)
  - HYDRANAL™ - Estándar de agua 0.1 (Número de catálogo 34847)
- GFS Chemicals® Watermark® - Tartrato de sodio (Número de catálogo 805)
- Watermark® - 10 mg/g (Número de catálogo 2303)
  - Watermark® - 5,00 mg/g (Número de catálogo 2304)
  - Watermark® - 1,00 mg/g (Número de catálogo 2302)
  - Watermark® - 0,50 mg/g (Número de catálogo 3493)
  - Watermark® - 0,100 mg/g (Número de catálogo 2301)
  - Watermark® - 0,050 mg/g (Número de catálogo 2311)

## 9.4. COMPONENTES DEL TITULADOR



Conjunto de bomba  
HI930100



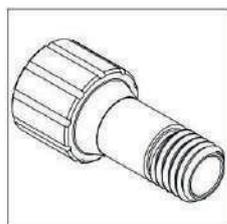
Tubo de aspiración  
HI900570S



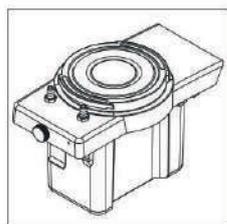
Tubos y accesorios de  
dispensación  
HI900580S



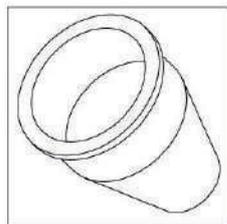
Conjunto de bureta de 5 ml  
HI930505



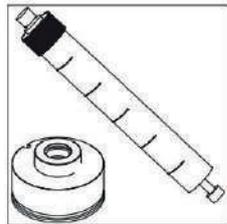
Herramienta para tapa de bureta  
Eliminación  
HI900942



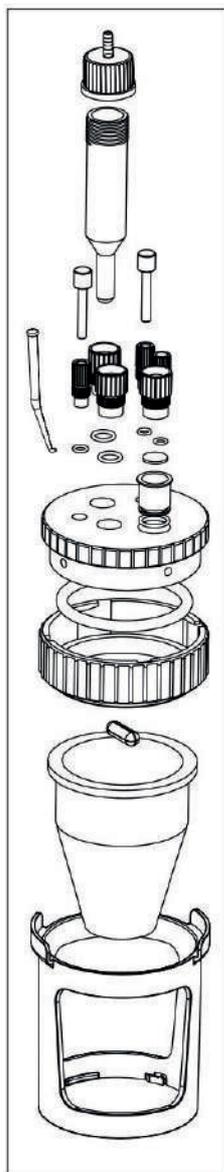
Bomba de aire y agitador  
magnético para HI933/HI934  
HI930180



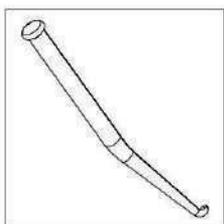
Vaso de precipitados para HI903/HI933  
HI900522



Jeringa de 5 ml  
HI900205



Conjunto de vaso de precipitados  
HI930520



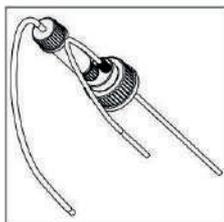
Punta dispensadora (2 uds.)  
HI900523



Tapones de puerto de disolvente (2 uds.)  
HI900528



Conjunto de tapa de botella de titulante  
HI900530



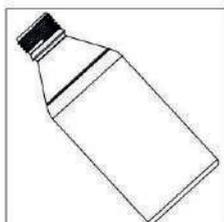
Tapa de botella de disolvente/residuos  
Asamblea  
HI900531



Cartucho desecante para  
Vaso de titulación o titulante  
Botella  
HI900532



Cartucho desecante para  
Botella de disolvente o desecho  
HI900533



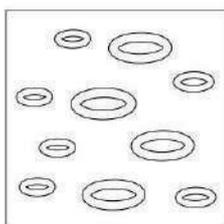
Botella de desechos  
HI900534



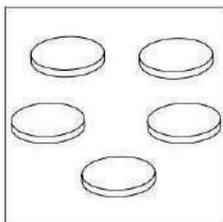
Tubos para manipulación de  
disolventes/residuos (2 uds.)  
HI900535



Tubo para bomba de aire (2 uds.)  
HI900536



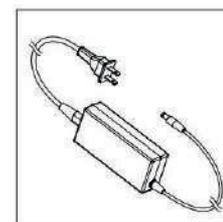
Juego de juntas tóricas  
HI900540



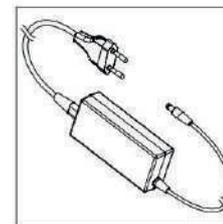
Tabique (5 uds.)  
HI900527



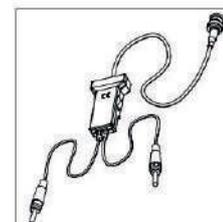
Desecante, 250 g  
HI900550



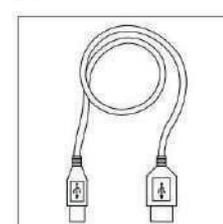
Adaptador de corriente (enchufe de EE. UU.)  
HI900946



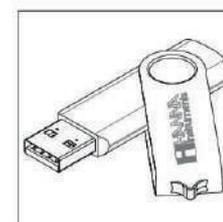
Adaptador de corriente (enchufe europeo)  
HI900947



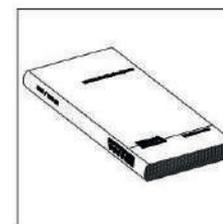
Clave de calibración  
HI900941



Cable USB  
HI920013



Unidad flash USB  
HI930900U



Carpeta de manuales de instrucciones  
HI930803

## PARTE 3:

## APLICACIONES



## HI8001EN 5,0 mg/mL ESTANDARIZACIÓN DE TITLANTE CON AGUA ESTÁNDAR

### Titulante de un componente

#### DESCRIPCIÓN

Método para la estandarización (determinación del título) de 5,0 mg/mL de titulante Karl Fischer monocomponente utilizando un estándar de agua líquida. Los resultados se expresan en mg/mL.

#### ELECTRODO

- Electrodo de pasador de platino doble HI76320

#### REACTIVOS

- Karl Fischer volumétrico de un componente de 5 mg/mL titulante
- Estándar de agua líquida de 10 mg/g
- Metanol seco

#### ACCESORIOS

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

#### PREPARACIÓN DEL DISPOSITIVO

- Conecte el conjunto superior de la botella de disolvente a la botella de metanol de acuerdo con el manual.
- Ensamble el recipiente de titulación de acuerdo con el manual de instrucciones.
- Instale una bureta de 5 mL llena con 5 mg/mL de titulante volumétrico Karl Fischer de un solo componente para estandarizar y verifique que no haya burbujas de aire en la bureta ni en el tubo. Si es necesario, cebe hasta que se haya eliminado completamente el aire.
- Pulse  desde la pantalla principal. Use las teclas de flecha para resaltar HI8001EN 5 mg/mL Stdz con agua estándar y pulse. • Dispense suficiente  metanol de la botella de disolvente para llenar el recipiente hasta la línea "mín." (aproximadamente 50 ml).
- Presione  para pretitular el disolvente y la humedad del recipiente de titulación. Deje que la tasa de deriva de fondo se estabilice antes de continuar con el siguiente paso.

#### ANÁLISIS

- Llene la jeringa y la aguja con el estándar de agua.
  - Pesar la jeringa, la aguja y el estándar de agua. muestra  Se le solicitará que ingrese el tamaño de de prensa.
  - Dispensar 1,00 g (aproximadamente 1 mL) de estándar en el vaso de titulación a través del septo con la aguja. • Procurar que la muestra no entre en contacto con el electrodo ni con la pared del vaso. Si es necesario, agitar suavemente el vaso de titulación a mano para retirar cualquier resto de estándar del electrodo o de la pared del vaso.
  - Limpie la aguja del patrón residual aspirando un poco de aire del recipiente de titulación. Si observa una gota de patrón en el extremo de la aguja, sumérgala brevemente en el disolvente.
  - Retire la aguja del recipiente de titulación y pese nuevamente la jeringa para determinar la cantidad exacta de estándar agregado (por diferencia de las dos mediciones).
  - Utilice el teclado numérico para ingresar el peso exacto y presione  para iniciar el análisis.
- Al finalizar la titulación, se muestra la pantalla "Resultados de la estandarización". Los resultados se expresan en mg/mL.

## PARÁMETROS DEL MÉTODO

Nombre: Estándar de 5 mg/mL con estándar de agua  
 Revisión del método: 1.1  
 Tipo: Estandarización del titulante  
 Cantidad predispensada: 25 %  
 Tiempo de agitación previo al análisis: 5 segundos  
 Velocidad de agitación: 900 RPM  
 Tipo de barra agitadora: Medio  
 Entrada a la deriva: Automático  
 Solvente: Metanol  
 Estándar: Líquido 10 mg/g  
 Tipo: Líquido por masa  
 Unidad de concentración: mg/g  
 Contenido de agua: 10.0000 mg/g  
 Tamaño estándar: 1.0000 gramos  
 Titulante: Compuesto 5  
 Tipo de titulante: monocomponente  
 Conc. nominal de valorante: 5,0000 mg/ml  
 Estándar Conc. de valorante: 5,0000 mg/ml  
 Fecha/Hora: 02 de abril de 2019 11:45  
 Recordatorio de edad del valorante: 2d:00h:00m  
 Parámetros de control:  
 Modo de inicio: Normal  
 Modo de espera: Activado  
 Duración en espera: 12:00 [hh:mm]  
 Corriente impuesta: 20 µA  
 Dosis mínima: 0,500 µL  
 Dosis máxima: 20.000 µL  
 Modo de dosificación máxima: Desactivado  
 Incremento temporizado: 1 segundo  
 Valor del punto final: 180,0 mV  
 Promedio de señal: 3 lecturas  
 Caudal: 10,0 ml/min  
 Parámetros de terminación:  
 Duración máxima: 1200 segundos  
 Volumen Máximo de Titulante: 10.000 mL  
 Término. Criterio: Deriva relativa  
 Deriva relativa: 7,0 µg/min  
 Cifras significativas XXXXX

## CÁLCULOS

Unidades de titulante: mg/ml  
 Volumen de titulante consumido: V (ml)  
 Resultados Finales Unidades: mg/ml  
 Concentración estándar: 10.0000 mg/g  
 Masa estándar: 1.0000 g [p/p]

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

## RESULTADOS

Nombre del método del informe de titulación: Estándar de 5 mg/mL con estándar de agua  
 Hora y fecha: 3 de abril de 2019, 12:00  
 Tamaño estándar: 1.0000 gramos  
 Concentración estándar: 10.0000 mg/g  
 Valor de deriva: 5,4 µg/min  
 Volumen del punto final: 2,0341 ml  
**Resultado:** 4,9276 mg/ml  
 Duración de la titulación: 4:19 [mm:ss]  
 Volumen celular estimado: 55,88 ml  
 La titulación llegó a su finalización  
 Nombre del operador:  
 Firma del analista: \_\_\_\_\_

## HI8002EN 2,0 mg/mL ESTANDARIZACIÓN DE TITLANTE CON AGUA ESTÁNDAR

### Titulante de un componente

#### DESCRIPCIÓN

Método para la estandarización (determinación del título) de un titulante Karl Fischer monocomponente de 2,0 mg/mL utilizando un estándar de agua líquida. Los resultados se expresan en mg/mL.

#### ELECTRODO

- Electrodo de pasador de platino doble HI76320

#### REACTIVOS

- Karl Fischer volumétrico de un componente de 2 mg/mL titulante
- 1 mg/g Estándar de agua líquida
- Metanol seco

#### ACCESORIOS

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

#### PREPARACIÓN DEL DISPOSITIVO

- Conecte el conjunto superior de la botella de disolvente a la botella de metanol de acuerdo con el manual.
- Ensamble el recipiente de titulación de acuerdo con el manual de instrucciones.
- Instale una bureta de 5 mL llena con 2 mg/mL de titulante volumétrico Karl Fischer de un solo componente para estandarizar y verifique que no haya burbujas de aire en la bureta ni en el tubo. Si es necesario, cebe hasta que se haya eliminado completamente el aire.

- Pulse  desde la pantalla principal. Use las teclas de flecha para resaltar HI8002EN 2 mg/mL Stdz con agua estándar y pulse. • Dispense suficiente 

metanol de la botella de disolvente para llenar el recipiente hasta la línea "mín." (aproximadamente 50 ml).

- Presione  para pretitular el disolvente y la humedad del recipiente de titulación. Deje que la tasa de deriva de fondo se estabilice antes de continuar con el siguiente paso.

#### ANÁLISIS

- Llene la jeringa y la aguja con el estándar de agua.
  - Pesar la jeringa, la aguja y el estándar de agua. muestra  Se le solicitará que ingrese el tamaño de de prensa.
  - Dispensar 2,00 g (aproximadamente 2 mL) de estándar en el vaso de titulación a través del septo con la aguja. • Procurar que la muestra no entre en contacto con el electrodo ni con la pared del vaso. Si es necesario, agitar suavemente el vaso de titulación a mano para eliminar cualquier resto de estándar del electrodo o de la pared del vaso.
  - Limpie la aguja del patrón residual aspirando un poco de aire del recipiente de titulación. Si observa una gota de patrón en el extremo de la aguja, sumérgala brevemente en el disolvente.
  - Retire la aguja del recipiente de titulación y pese nuevamente la jeringa para determinar la cantidad exacta de estándar agregado (por diferencia de las dos mediciones).
  - Utilice el teclado numérico para ingresar el peso exacto y presione  para iniciar el análisis.
- Al finalizar la titulación, se muestra la pantalla "Resultados de la estandarización". Los resultados se expresan en mg/mL.

## PARÁMETROS DEL MÉTODO

Nombre: Estándar de 2 mg/mL con estándar de agua  
 Revisión del método: 1.1  
 Tipo: Estandarización del titulante  
 Cantidad predispensada: 25 %  
 Tiempo de agitación previo al análisis: 5 segundos  
 Velocidad de agitación: 900 RPM  
 Tipo de barra agitadora: Medio  
 Entrada a la deriva: Automático  
 Solvente: Metanol  
 Estándar: Líquido 1,0 mg/g  
 Tipo: Líquido por masa  
 Unidad de concentración: mg/g  
 Contenido de agua: 1.0000 mg/g  
 Tamaño estándar: 2.0000 gramos  
 Titulante: Compuesto 2  
 Tipo de titulante: monocomponente  
 Conc. nominal de valorante: 2,0000 mg/ml  
 Estándar Conc. de valorante: 2,0000 mg/ml  
 Fecha/Hora: 02 de abril de 2019 11:45  
 Recordatorio de edad del valorante: 2d:00h:00m  
 Parámetros de control:  
 Modo de inicio: Normal  
 Modo de espera: Activado  
 Duración en espera: 12:00 [hh:mm]  
 Corriente impuesta: 20 µA  
 Dosis mínima: 1.000 µL  
 Dosis máxima: 20.000 µL  
 Modo de dosificación máxima: Desactivado  
 Incremento temporizado: 1 segundo  
 Valor del punto final: 180,0 mV  
 Promedio de señal: 3 lecturas  
 Caudal: 10,0 ml/min  
 Parámetros de terminación:  
 Duración máxima: 1200 segundos  
 Volumen Máximo de Titulante: 10.000 mL  
 Término. Criterio: Deriva relativa  
 Deriva relativa: 7,0 µg/min  
 Cifras significativas XXXXX

## CÁLCULOS

Unidades de titulante: mg/ml  
 Volumen de titulante consumido: V (ml)  
 Resultados Finales Unidades: mg/ml  
 Concentración estándar: 1,0000 mg/g  
 Masa estándar: 2,0000 g

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

## RESULTADOS

Nombre del método: Estándar de 2 mg/mL con estándar de agua  
 Hora y fecha: 3 de abril de 2019, 12:00  
 Tamaño estándar: 2.0000 gramos  
 Concentración estándar: 1.0000 mg/g  
 Valor de deriva: 5,0 µg/min  
 Volumen del punto final: 1,0496 ml  
**Resultado:** 1,9103 mg/ml  
 Duración de la titulación: 5:10 [mm:ss]  
 Volumen celular estimado: 60,11 ml  
 La titulación llegó a su finalización  
 Nombre del operador:  
 Firma del analista: \_\_\_\_\_

## HI8003EN 1,0 mg/mL ESTANDARIZACIÓN DE TITLANTE CON ESTÁNDAR DE AGUA

## Titulante de un componente

## DESCRIPCIÓN

Método para la estandarización (determinación del título) de 1,0 mg/mL de titulante Karl Fischer monocomponente utilizando un estándar de agua líquida. Los resultados se expresan en mg/mL.

## ELECTRODO

- Electrodo de pasador de platino doble HI76320

## REACTIVOS

- 1 mg/mL de Karl Fischer volumétrico de un componente titulante
- Estándar de agua líquida de 1 mg/g
- Metanol seco

## ACCESORIOS

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

## PREPARACIÓN DEL DISPOSITIVO

- Conecte el conjunto superior de la botella de disolvente a la botella de metanol de acuerdo con el manual.
- Ensamble el recipiente de titulación de acuerdo con el manual de instrucciones.
- Instale una bureta de 5 mL llena con 1 mg/mL de titulante volumétrico Karl Fischer para estandarizar y verifique que no haya burbujas de aire en la bureta ni en el tubo. Si es necesario, cebe hasta que se haya eliminado completamente el aire.

- Pulse  desde la pantalla principal. Use las teclas de flecha para resaltar HI8003EN 1 mg/mL Stdz con agua estándar y pulse. • Dispense suficiente metanol  de la botella de disolvente para llenar el recipiente hasta la línea "mín." (aproximadamente 50 ml).

- Presione  para pretitular el disolvente y la humedad del recipiente de titulación. Deje que la tasa de deriva de fondo se estabilice antes de continuar con el siguiente paso.

## ANÁLISIS

- Llene la jeringa y la aguja con el estándar de agua.
  - Pesar la jeringa, la aguja y el estándar de agua. muestra  Se le solicitará que ingrese el tamaño de de prensa.
  - Dispensar 2,00 g (aproximadamente 2 mL) de estándar en el vaso de titulación a través del septo con la aguja. • Procurar que la muestra no entre en contacto con el electrodo ni con la pared del vaso. Si es necesario, agitar suavemente el vaso de titulación a mano para eliminar cualquier resto de estándar del electrodo o de la pared del vaso.
  - Limpie la aguja del patrón residual aspirando un poco de aire del recipiente de titulación. Si observa una gota de patrón en el extremo de la aguja, sumérgala brevemente en el disolvente.
  - Retire la aguja del recipiente de titulación y pese nuevamente la jeringa para determinar la cantidad exacta de estándar agregado (por diferencia de las dos mediciones).
  - Utilice el teclado numérico para ingresar el peso exacto y presione  para iniciar el análisis.
- Al finalizar la titulación, se muestra la pantalla "Resultados de la estandarización". Los resultados se expresan en mg/mL.

## PARÁMETROS DEL MÉTODO

Nombre: Estándar de 1 mg/mL con estándar de agua  
 Revisión del método: 1.1  
 Tipo: Estandarización del titulante  
 Cantidad predispensada: 25 %  
 Tiempo de agitación previo al análisis: 5 segundos  
 Velocidad de agitación: 900 RPM  
 Tipo de barra agitadora: Medio  
 Entrada a la deriva: Automático  
 Solvente: Metanol  
 Estándar: Líquido 1,0 mg/g  
 Tipo: Líquido por masa  
 Unidad de concentración: mg/g  
 Contenido de agua: 1.0000 mg/g  
 Tamaño estándar: 2.0000 gramos  
 Titulante: Compuesto 1  
 Tipo de titulante: monocomponente  
 Conc. nominal de valorante: 1,0000 mg/ml  
 Estándar Conc. de valorante: 1,0000 mg/ml  
 Fecha/Hora: 02 de abril de 2019 11:45  
 Recordatorio de la edad del titulante: 2d:00h:00m  
 Parámetros de control:  
 Modo de inicio: Normal  
 Modo de espera: Activado  
 Duración en espera: 12:00 [hh:mm]  
 Corriente impuesta: 20 µA  
 Dosis mínima: 2.000 µL  
 Dosis máxima: 40.000 µL  
 Modo de dosificación máxima: Desactivado  
 Incremento temporizado: 1 segundo  
 Valor del punto final: 180,0 mV  
 Promedio de señal: 3 lecturas  
 Caudal: 10,0 ml/min  
 Parámetros de terminación:  
 Duración máxima: 1200 segundos  
 Volumen Máximo de Titulante: 10.000 mL  
 Término. Criterio: Deriva relativa  
 Deriva relativa: 7,0 µg/min  
 Cifras significativas XXXXX

## CÁLCULOS

Unidades de titulante: mg/ml  
 Volumen de titulante consumido: V (ml)  
 Resultados Finales Unidades: mg/ml  
 Concentración estándar: 1,0000 mg/g  
 Masa estándar: 2,0000 g

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

## RESULTADOS

Nombre del método: 1 mg/mL Stdz con agua std  
 Hora y fecha: 3 de abril de 2019, 12:00  
 Tamaño estándar: 2.0000 gramos  
 Concentración estándar: 1.0000 mg/g  
 Valor de deriva: 5,0 µg/min  
 Volumen del punto final: 1,8528 ml  
 Resultado: 1,0824 mg/ml  
 Duración de la titulación: 5:30 [mm:ss]  
 Volumen celular estimado: 64,20 ml  
 La titulación llegó a su finalización  
 Nombre del operador:  
 Firma del analista: \_\_\_\_\_

## HI8011EN 5,0 mg/mL ESTANDARIZACIÓN DE TITLANTE CON TARTRATO DISÓDICO

### Titulante de un componente

#### DESCRIPCIÓN

Método para la estandarización (determinación del título) de 5,0 mg/mL de titulante Karl Fischer monocomponente utilizando el estándar de agua de tartrato disódico dihidratado. Los resultados se expresan en mg/mL.

#### ELECTRODO

- Electrodo de pasador de platino doble HI76320

#### REACTIVOS

- Karl Fischer volumétrico de un componente de 5 mg/mL titulante
- Tartrato disódico dihidratado, 15,66 % H<sub>2</sub>O (p/p)
- Metanol seco
- Formamida seca

#### ACCESORIOS

- Pesar la embarcación (limpia y seca)
- Botella de disolvente, rosca GL45

#### PREPARACIÓN DE DISOLVENTES

Prepare al menos 200 ml de disolvente. Añada metanol seco y formamida seca (2:1) al frasco de disolvente.

#### PREPARACIÓN DEL DISPOSITIVO

- Conecte el conjunto superior de la botella de disolvente a la botella de disolvente de acuerdo con el manual.
- Ensamble el recipiente de titulación de acuerdo con el manual de instrucciones.
- Instale una bureta de 5 mL llena con 5 mg/mL de titulante Karl Fischer monocomponente para estandarizar y verifique que no haya burbujas de aire en la bureta ni en el tubo. Si es necesario, cebe hasta que se haya eliminado completamente el aire.

- Prensione  Desde la pantalla principal. Use las teclas de flecha para resaltar HI8011EN 5 mg/mL Stdz con tartrato y presione .

Dispense suficiente solvente de la botella de solvente para llenar el recipiente hasta la línea "mín." (aproximadamente 50 ml).

- Para pretitular el disolvente y la titulación, presione  para humedecerlo. Deje que la velocidad de deriva de fondo se estabilice antes de continuar con el siguiente paso.

#### ANÁLISIS

- Agregue de 0,050 g a 0,100 g de estándar de tartrato a una balanza.

- Pesar la barquilla de pesaje y el estándar de tartrato.

muestra  Se le solicitará que ingrese el tamaño de de prensa.

Retire rápidamente el tapón del puerto de muestra del vaso de

precipitados, vierta el tartrato en el vaso de titulación y vuelva a colocar el tapón. Asegúrese de que la

muestra no entre en contacto con el electrodo ni con la pared del vaso

de precipitados. Si es necesario, agite suavemente el vaso de

titulación a mano para eliminar cualquier resto de estándar del electrodo o la pared del vaso de precipitados.

- Pese nuevamente la balanza para determinar la cantidad exacta de estándar agregado (por diferencia de las dos mediciones).

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

- Al final de la titulación el Resultado de Estandarización

Se muestra la pantalla. Los resultados se expresan en mg/mL.

## PARÁMETROS DEL MÉTODO

Nombre: 5 mg/mL Stdz con tartrato  
 Revisión del método: 1.1  
 Tipo: Estandarización del titulante  
 Cantidad predispensada: 15 %  
 Tiempo de agitación previo al análisis: 30 segundos  
 Velocidad de agitación: 900 RPM  
 Tipo de barra agitadora: Medio  
 Entrada a la deriva: Automático  
 Solvente: Forma MeOH. 2:1  
 Estándar: tartrato de sodio  
 Tipo: Sólido por masa  
 Unidad de concentración: %  
 Contenido de agua: 15,66 %  
 Tamaño estándar: 0,1000 gramos  
 Titulante: Compuesto 5  
 Tipo de titulante: monocomponente  
 Conc. nominal de valorante: 5,0000 mg/ml  
 Estándar Conc. de valorante: 5,0000 mg/ml  
 Fecha/Hora: 2 de abril de 2019, 11:45  
 Recordatorio de edad del valorante: 2d:00h:00m  
 Parámetros de control:  
 Modo de inicio: Normal  
 Modo de espera: Activado  
 Duración en espera: 12:00 [hh:mm]  
 Corriente impuesta: 20 µA  
 Dosis mínima: 2.000 µL  
 Dosis máxima: 40.000 µL  
 Modo de dosificación máxima: Desactivado  
 Incremento temporizado: 1 segundo  
 Valor del punto final: 180,0 mV  
 Promedio de señal: 3 lecturas  
 Caudal: 10,0 ml/min  
 Parámetros de terminación:  
 Duración máxima: 1200 segundos  
 Volumen Máximo de Titulante: 10.000 mL  
 Término. Criterio: Deriva relativa  
 Deriva relativa: 7,0 µg/min  
 Cifras significativas XXXXX

## CÁLCULOS

Unidades de titulante: mg/ml  
 Volumen de titulante consumido: V (ml)  
 Resultados Finales Unidades: mg/ml  
 Concentración estándar: 15,66 %  
 Masa estándar: 0,1000 g [p/p]

$$\text{mg/mL} = \frac{0.1000 \times 0.1566 \times 1000}{V}$$

## RESULTADOS

Nombre del método: 5 mg/mL Stdz con tartrato  
 Hora y fecha: 3 de abril de 2019, 12:00  
 Tamaño estándar: 0,1000 gramos  
 Concentración estándar: 15,66 %  
 Valor de deriva: 4,0 µg/min  
 Volumen del punto final: 3,1333 ml  
**Resultado:** 5,0329 mg/ml  
 Duración de la titulación: 8:48 [mm:ss]  
 Volumen celular estimado: 69,26 ml  
 La titulación llegó a su finalización  
 Nombre del operador:  
 Firma del analista: \_\_\_\_\_

## HI8101EN DETERMINACIÓN DE HUMEDAD EN CREMA LÁCTEA

## DESCRIPCIÓN

Método para la determinación de la humedad en la crema láctea.

Los resultados se expresan en % de masa y deben estar entre 70 y 80 %.

## ELECTRODO

- Electrodo de pasador de platino doble HI76320

## REACTIVOS

- Karl Fischer volumétrico de un componente de 5 mg/mL titulante
- Metanol seco
- Cloroformo seco
- Formamida seca

## ACCESORIOS

- Jeringa de 1 mL (limpia y seca)
- Aguja de penetración de septo sin núcleo de calibre 22, 6" (limpia y seca) • Botella de solvente, rosca GL45

## PREPARACIÓN DE DISOLVENTES

Prepare al menos 200 ml de disolvente. Añada 2 partes de cloroformo seco, 2 partes de metanol seco y 1 parte de formamida seca al frasco de disolvente.

## PREPARACIÓN DEL DISPOSITIVO

- Conecte el conjunto superior de la botella de disolvente a la botella de disolvente de acuerdo con el manual.
- Ensamble el recipiente de titulación de acuerdo con el manual de instrucciones.
- Instale una bureta de 5 mL llena con 5 mg/mL de titulante volumétrico Karl Fischer de un componente y verifique que no haya burbujas de aire en la bureta ni en los tubos. Si es necesario, purgue hasta que se haya eliminado completamente el aire. En la pantalla principal, utilice

HI8101EN  las flechas. • Pulse las teclas para resaltar

Humedad en la crema láctea.

y presione 

- Para determinar la concentración exacta del titulante, siga la prueba HI8001EN 5 mg/mL Stdz con agua estándar o HI8011EN 5 mg/mL Stdz con tartrato.

- Dispense suficiente disolvente de la botella de disolvente para llenar el recipiente hasta la línea "mín." (aproximadamente 50 ml).

el recipiente  Para pretitular el disolvente y la titulación, presione para humedecerlo. 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 la muestra.
- Pesar la jeringa, la aguja y la crema.
- Presione  Se le pedirá que ingrese el tamaño de la muestra.

- Dispensar de 0,020 g a 0,025 g de crema de leche en el vaso de titulación a través del septo con la aguja. • Procurar que no caiga muestra en el electrodo ni en la pared del vaso. Si es necesario, agitar suavemente el vaso de titulación a mano para retirar la muestra del electrodo o de la pared del vaso.

- Limpie la muestra residual de la aguja aspirando un poco de aire del recipiente de titulación. Si observa una gota de muestra en el extremo de la aguja, sumérgala brevemente en el disolvente.

- Retire la aguja del recipiente de titulación y pese nuevamente la jeringa para determinar la masa de muestra agregada (por diferencia de las dos mediciones).

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

Al finalizar la titulación, se muestra la pantalla de resultados. Los resultados se expresan en % de masa.

## PARÁMETROS DEL MÉTODO

Nombre: Humedad en la crema láctea  
 Revisión del método: 1.1  
 Tipo: Análisis de muestras  
 Cantidad predispensada: 30 %  
 Tiempo de agitación previo al análisis: 30 segundos  
 Velocidad de agitación: 900 RPM  
 Tipo de barra agitadora: Medio  
 Entrada a la deriva: Automático  
 Solvente: Disolvente en crema  
 Parámetros de muestra:  
   Determinación de la muestra: Normal  
   Nombre de la muestra: Crema de leche  
   Tipo de muestra: Masa  
   Tamaño de la muestra: 0,0250 gramos  
 Titulante: Compuesto 5  
   Tipo de titulante: monocomponente  
   Conc. nominal de valorante: 5,0000 mg/ml  
   Estándar Conc. de valorante: 5,0000 mg/ml  
   Fecha/Hora: 02 de abril de 2019 11:45  
   Recordatorio de edad del valorante: 2d:00h:00m  
 Parámetros de control:  
   Modo de inicio: Normal  
   Modo de espera: Activado  
   Duración en espera: 12:00 [hh:mm]  
   Corriente impuesta: 20 µA  
   Dosis mínima: 0,500 µL  
   Dosis máxima: 30.000 µL  
   Modo de dosificación máxima: Desactivado  
   Incremento temporizado: 1 segundo  
   Valor del punto final: 180,0 mV  
   Promedio de señal: 3 lecturas  
   Caudal: 10,0 ml/min  
 Parámetros de terminación:  
   Duración máxima: 900 segundos  
   Volumen Máximo de Titulante: 10.000 mL  
   Término. Criterio: Deriva relativa  
   Deriva relativa: 15,0 µg/min  
 Unidad de resultado: %  
 Cifras significativas XXXXX

## CÁLCULOS

Unidades de titulante: mg/ml  
 Volumen de titulante consumido: V (ml)  
 Unidades de resultados finales: % Masa  
 Concentración de valorante: 5,0000 mg/ml  
 Masa de la muestra: 0,0250 g

$$\% \text{ Mass} = \frac{V \times 5.0000}{0.025 \times 10}$$

## RESULTADOS

Nombre del método: Humedad en crema láctea  
 Hora y fecha: 3 de abril de 2019, 12:00  
 Tamaño de la muestra: 0,0241 gramos  
 Concentración estándar del titulante: 5.0000 mg/ml  
 Valor de deriva: 4,7 µg/min  
 Volumen del punto final: 3,4567 ml  
 Resultado: 71.5481 %  
 Duración de la titulación: 8:36 [mm:ss]  
 Volumen celular estimado: 65,72 ml  
 La titulación llegó a su finalización  
 Nombre del operador:  
 Firma del analista: \_\_\_\_\_

## HI8102EN DETERMINACIÓN DE HUMEDAD EN LECHE

## DESCRIPCIÓN

Método para la determinación de la humedad en la leche. Los resultados se expresan en % de masa y deben estar entre el 80 % y el 95 %.

## ELECTRODO

- Electrodo de pasador de platino doble HI76320

## REACTIVOS

- Karl Fischer volumétrico de un componente de 5 mg/mL titulante
- Metanol seco

## ACCESORIOS

- Jeringa de 1 mL (limpia y seca)
- Aguja de penetración de septo sin núcleo de calibre 22, 6" (limpia y seca) • Botella de solvente, rosca GL45

## PREPARACIÓN DEL DISPOSITIVO

- Conecte el conjunto superior de la botella de disolvente a la botella de metanol de acuerdo con el manual.
- Ensamble el recipiente de titulación de acuerdo con el manual de instrucciones.
- Instale una bureta de 5 mL llena con 5 mg/mL de titulante volumétrico Karl Fischer de un solo componente y verifique que no haya burbujas de aire en la bureta ni en el tubo. Si es necesario, cebe hasta que se haya eliminado completamente el aire.

flecha •  desde la pantalla principal. Use las teclas de Presione las teclas para resaltar HI8102EN Humedad en la leche y prensa .

- Para la determinación de la concentración exacta del titulante, siga HI8001EN 5mg/mL Stdz w/ agua estándar o HI8011EN 5 mg/mL estándar con tartrato.
- Dispense suficiente metanol de la botella de solvente para llenar el recipiente hasta la línea "mín." (aproximadamente 50 ml).
- Presione  para pretitular el disolvente y la humedad del recipiente de titulación. Deje que la tasa de deriva de fondo se establezca antes de continuar con el siguiente paso.

## ANÁLISIS

- Llene la jeringa y la aguja con la muestra.
- Pesar la jeringa, la aguja y la leche.
- Presione  Se le pedirá que ingrese el tamaño de la muestra.
- Dispensar de 0,015 g a 0,020 g de leche en el vaso de titulación a través del septo con la aguja. • Procurar que no caiga muestra en el electrodo ni en la pared del vaso. Si es necesario, agitar suavemente el vaso de titulación con la mano para eliminar cualquier muestra del electrodo o de la pared del vaso.
- Limpie la muestra residual de la aguja aspirando un poco de aire del recipiente de titulación. Si observa una gota de muestra en el extremo de la aguja, sumérgala brevemente en el disolvente.
- Retire la aguja del recipiente de titulación y pese nuevamente la jeringa para determinar la masa de muestra agregada (por diferencia de las dos mediciones).
- Utilice el teclado numérico para ingresar el peso exacto y presione  para iniciar el análisis.
- Al final de la titulación se muestra la pantalla de Resultados. Los resultados se expresan en % de masa de agua.

## PARÁMETROS DEL MÉTODO

Nombre: Humedad en la leche  
 Revisión del método: 1.1  
 Tipo: Análisis de muestras  
 Cantidad predispensada: 30 %  
 Tiempo de agitación previo al análisis: 15 segundos  
 Velocidad de agitación: 900 RPM  
 Tipo de barra agitadora: Medio  
 Entrada a la deriva: Automático  
 Solvente: Metanol  
 Parámetros de muestra:  
   Determinación de la muestra: Normal  
   Nombre de la muestra: Leche  
   Tipo de muestra: Masa  
   Tamaño de la muestra: 0,0200 gramos  
 Titulante: Compuesto 5  
   Tipo de titulante: monocomponente  
   Conc. nominal de valorante: 5,0000 mg/ml  
   Estándar Conc. de valorante: 5,0000 mg/ml  
   Fecha/Hora: 02 de abril de 2019 11:45  
   Recordatorio de edad del valorante: 2d:00h:00m  
 Parámetros de control:  
   Modo de inicio: Normal  
   Modo de espera: Activado  
   Duración de espera: 12:00 [hh:mm]  
   Corriente impuesta: 20 µA  
   Dosis mínima: 0,500 µL  
   Dosis máxima: 40.000 µL  
   Modo de dosificación máxima: Desactivado  
   Incremento temporizado: 1 segundo  
   Valor del punto final: 180,0 mV  
   Promedio de señal: 3 lecturas  
   Caudal: 10,0 ml/min  
 Parámetros de terminación:  
   Duración máxima: 900 segundos  
   Volumen Máximo de Titulante: 10.000 mL  
   Término. Criterio: Deriva relativa  
   Deriva relativa: 15,0 µg/min  
 Unidad de resultado: %  
 Cifras significativas: XXXXX

## CÁLCULOS

Unidades de titulante: mg/ml  
 Volumen de titulante consumido: V (ml)  
 Unidades de resultados finales: % Masa  
 Concentración de valorante: 5,0000 mg/ml  
 Masa de la muestra: 0,0200 g

$$\% \text{ Mass} = \frac{V \times 5.0000}{0.0200 \times 10}$$

## RESULTADOS

Nombre del método: Humedad en la leche  
 Hora y fecha: 3 de abril de 2019, 12:00  
 Tamaño de la muestra: 0,0188 gramos  
 Concentración estándar del titulante: 5.0000 mg/ml  
 Valor de deriva: 4,5 µg/min  
 Volumen del punto final: 3,2614 ml  
 Resultado: 86.5886 %  
 Duración de la titulación: 6:18 [mm:ss]  
 Volumen celular estimado: 60,03 ml  
 La titulación llegó a su finalización  
 Nombre del operador:  
 Firma del analista: \_\_\_\_\_

## HI8103EN DETERMINACIÓN DE HUMEDAD EN MIEL

## DESCRIPCIÓN

Método para la determinación de la humedad en la miel. Los resultados se expresan en **porcentaje de masa** y deben estar entre el 15 % y el 20 %.

## ELECTRODO

- Electrodo de pasador de platino doble HI76320

## REACTIVOS

- Karl Fischer volumétrico de un componente de 5 mg/mL titulante
- Metanol seco

## ACCESORIOS

- Jeringa de 1 mL (limpia y seca)
- Botella de disolvente, rosca GL45

## PREPARACIÓN DEL DISPOSITIVO

- Conecte el conjunto superior de la botella de disolvente a la botella de metanol de acuerdo con el manual.
- Ensamble el recipiente de titulación de acuerdo con el manual de instrucciones.
- Instale una bureta de 5 mL llena con 5 mg/mL de titulante volumétrico Karl Fischer de un solo componente y verifique que no haya burbujas de aire en la bureta ni en el tubo. Si es necesario, cebe hasta que se haya eliminado completamente el aire.

Presione  desde la pantalla principal. Use las flechas • las teclas para resaltar HI8103EN Humedad en la miel y

presione .

- Para la determinación de la concentración exacta del titulante, siga HI8001EN 5mg/mL Stdz w/ agua estándar o HI8011EN 5 mg/mL estándar con tartrato.
- Dispense suficiente metanol de la botella de solvente para llenar el recipiente hasta la línea "mín." (aproximadamente 50 ml).
- Presione  para pretitular el disolvente y la humedad del recipiente de titulación. Deje que la tasa de deriva de fondo se estabilice antes de continuar con el siguiente paso.

## ANÁLISIS

- Llene la jeringa con la muestra.
- Pesar la jeringa, la aguja y la miel.
- Presione  Se le pedirá que ingrese el tamaño de la muestra.

Retire el tapón del puerto de muestra y dispense de 0,050 g a 0,100 g de miel (unas 2-3 gotas pequeñas) en el vaso de titulación a través del puerto de muestra. Vuelva a colocar el tapón del puerto de muestra lo antes posible para evitar que entre humedad en el vaso de titulación. Tenga cuidado de no dejar ninguna muestra en el electrodo ni en la pared del vaso. Si es necesario, agite suavemente el vaso de titulación con la mano para eliminar cualquier muestra del electrodo o de la pared del vaso.

- Pese nuevamente la jeringa para determinar la masa de muestra agregada (por diferencia de las dos mediciones).

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

- Al final de la titulación se muestra la pantalla de Resultados. Los resultados se expresan en **% de masa de agua**.

## PARÁMETROS DEL MÉTODO

Nombre: Humedad en la miel  
 Revisión del método: 1.1  
 Tipo: Análisis de muestras  
 Cantidad predispensada: Ninguno  
 Tiempo de agitación previo al análisis: 60 segundos  
 Velocidad de agitación: 900 RPM  
 Tipo de barra agitadora: Medio  
 Entrada a la deriva: Automático  
 Solvente: Metanol  
 Parámetros de muestra:  
   Determinación de la muestra: Normal  
   Nombre de la muestra: Miel  
   Tipo de muestra: Masa  
   Tamaño de la muestra: 0,1000 gramos  
 Titulante: Compuesto 5  
   Tipo de titulante: monocomponente  
   Conc. nominal de valorante: 5,0000 mg/ml  
   Estándar Conc. de valorante: 5,0000 mg/ml  
   Fecha/Hora: 02 de abril de 2019 11:45  
 Recordatorio de la edad del titulante: 2d:00h:00m  
 Parámetros de control:  
   Modo de inicio: Normal  
   Modo de espera: Activado  
   Duración en espera: 12:00 [hh:mm]  
   Corriente impuesta: 20 µA  
   Dosis mínima: 0,500 µL  
   Dosis máxima: 20.000 µL  
   Modo de dosificación máxima: Desactivado  
   Incremento temporizado: 1 segundo  
   Valor del punto final: 180,0 mV  
   Promedio de señal: 3 lecturas  
   Caudal: 10,0 ml/min  
 Parámetros de terminación:  
   Duración máxima: 900 segundos  
   Volumen Máximo de Titulante: 10.000 mL  
   Término. Criterio: Deriva relativa  
   Deriva relativa: 10,0 µg/min  
 Unidad de resultado: %  
 Cifras significativas XXXXX

## CÁLCULOS

Unidades de titulante: mg/ml  
 Volumen de titulante consumido: V (ml)  
 Unidades de resultados finales: % Masa  
 Concentración de valorante: 5,0000 mg/ml  
 Masa de la muestra: 0,1000 g

$$\% \text{ Mass} = \frac{V \times 5.0000}{0.1000 \times 10}$$

## RESULTADOS

Nombre del método: Humedad en la miel  
 Hora y fecha: 3 de abril de 2019, 12:00  
 Tamaño de la muestra: 0,0916 gramos  
 Concentración estándar del titulante: 5.0000 mg/ml  
 Valor de deriva: 3,8 µg/min  
 Volumen del punto final: 3,4523 ml  
 Resultado: 17,2345 %  
 Duración de la titulación: 7:06 [mm:ss]  
 Volumen celular estimado: 57,16 ml  
 La titulación llegó a su finalización  
 Nombre del operador:  
 Firma del analista: \_\_\_\_\_

## HI8104EN DETERMINACIÓN DE LA HUMEDAD SUPERFICIAL DEL AZÚCAR BLANCO

## DESCRIPCIÓN

Método para la determinación del contenido de humedad superficial del azúcar blanco. Los resultados se expresan en ppm y deben estar entre 250 y 350 ppm.

## ELECTRODO

- Electrodo de pasador de platino doble HI76320

## REACTIVOS

- 1 mg/mL de Karl Fischer volumétrico de un componente titulante
- Metanol seco
- Cloroformo seco

## ACCESORIOS

- Pesar la embarcación (limpia y seca)
- Botella de disolvente, rosca GL45

## PREPARACIÓN DE DISOLVENTES

Prepare al menos 200 ml de disolvente. Añada 2 partes de cloroformo seco y 1 parte de metanol seco al frasco de disolvente.

## PREPARACIÓN DEL DISPOSITIVO

- Conecte el conjunto superior de la botella de disolvente a la botella de disolvente de acuerdo con el manual.
- Ensamble el recipiente de titulación de acuerdo con el manual de instrucciones.
- Instale una bureta de 5 mL llena con 1 mg/mL de titulante volumétrico Karl Fischer de un solo componente y verifique que no haya burbujas de aire en la bureta ni en el tubo. Si es necesario, cebe hasta que se haya eliminado completamente el aire.

Presione  Desde la pantalla principal. Use las flechas • las teclas para resaltar HI8104EN Humedad Superficial - Azúcar y presione • Para  determinar la concentración exacta del titulante, siga HI8003EN 1 mg/mL Stdz con agua estándar.

- Dispense suficiente disolvente de la botella de disolvente para llenar el recipiente hasta la línea "mín." (aproximadamente 50 ml).
- recipiente  Para pretitular el disolvente y la titulación, presione el para humedecerlo. Deje que la velocidad de deriva de fondo se estabilice antes de continuar con el siguiente paso.

## ANÁLISIS

- Llene la navecilla de pesaje con 7,5 a 10,0 g de muestra.
  - Pesar la navecilla de pesaje y la muestra.
  - Presione  Se le pedirá que ingrese el tamaño de la muestra.
  - Retire el puerto de muestra y utilice la navecilla de pesaje para transferir la muestra sólida al recipiente de titulación.  
Vuelva a colocar el tapón del puerto de muestra lo más rápido posible para evitar que entre humedad en el vaso de titulación.
  - Procure que la muestra no entre en contacto con el electrodo ni con la pared del vaso. Si es necesario, agite suavemente el vaso de titulación con la mano para eliminar cualquier resto de muestra del electrodo o la pared del vaso.
  - Pesar nuevamente la balanza para determinar la masa de muestra agregada (por diferencia de las dos mediciones).
  - Utilice el teclado numérico para ingresar el peso exacto y presione para  iniciar el análisis.
- Al finalizar la titulación, se muestra la pantalla de resultados. Los resultados se expresan en ppm de agua.
- Reemplace el disolvente después de 2 a 3 titulaciones.

## PARÁMETROS DEL MÉTODO

Nombre: Humedad superficial - Azúcar  
 Revisión del método: 1.1  
 Tipo: Análisis de muestras  
 Cantidad predispensada: Ninguno  
 Tiempo de agitación previo al análisis: 120 segundos  
 Velocidad de agitación: 900 RPM  
 Tipo de barra agitadora: Medio  
 Entrada a la deriva: Automático  
 Solvente: CHCl<sub>3</sub> MeOH 2:1

Parámetros de muestra:  
 Determinación de la muestra: Normal  
 Nombre de la muestra: Azúcar  
 Tipo de muestra: Masa  
 Tamaño de la muestra: 7,5000 gramos  
 Titulante: Compuesto 1  
 Tipo de titulante: monocomponente  
 Conc. nominal de valorante: 1,0000 mg/ml  
 Estándar Conc. de valorante: 1,0000 mg/ml  
 Fecha/Hora: 02 de abril de 2019 11:45  
 Recordatorio de edad del valorante: 2d:00h:00m

Parámetros de control:  
 Modo de inicio: Normal  
 Modo de espera: Activado  
 Duración en espera: 12:00 [hh:mm]  
 Corriente impuesta: 20 µA  
 Dosis mínima: 1.000 µL  
 Dosis máxima: 30.000 µL  
 Modo de dosificación máxima: Desactivado  
 Incremento temporizado: 1 segundo  
 Valor del punto final: 180,0 mV  
 Promedio de señal: 3 lecturas  
 Caudal: 10,0 ml/min

Parámetros de terminación:  
 Duración máxima: 900 segundos  
 Volumen Máximo de Titulante: 10.000 mL  
 Término. Criterio: Deriva relativa  
 Deriva relativa: 20,0 µg/min  
 Unidad de resultado: ppm  
 Cifras significativas XXXXX

## CÁLCULOS

Cálculos:  
 Unidades de titulante: mg/ml  
 Volumen de titulante consumido: V (ml)  
 Unidades de resultados finales: ppm  
 Concentración de valorante: 1,0000 mg/ml  
 Masa de la muestra: 7,5000 gramos

$$\text{ppm} = \frac{V \times 1.0000 \times 1000}{7.500}$$

## RESULTADOS

Nombre del método: Humedad superficial-Azúcar  
 Hora y fecha: 3 de abril de 2019, 12:00  
 Tamaño de la muestra: 7,5231 gramos  
 Concentración estándar del titulante: 1,0000 mg/ml  
 Valor de deriva: 5,7 µg/min  
 Volumen del punto final: 2,4292 ml  
 Resultado: 319 ppm  
 Duración de la titulación: 4:42 [mm:ss]  
 Volumen celular estimado: 62,4 ml

La titulación llegó a su finalización  
 Nombre del operador:  
 Firma del analista: \_\_\_\_\_

## HI8105EN DETERMINACIÓN DE HUMEDAD EN ACEITE DE COCINA

## DESCRIPCIÓN

Método para la determinación de la humedad en aceite de cocina.

Los resultados se expresan en ppm y deben estar entre 200 y 800 ppm.

## ELECTRODO

- Electrodo de pasador de platino doble HI76320

## REACTIVOS

- 1 mg/mL de Karl Fischer volumétrico de un componente titulante
- Metanol seco
- Cloroformo seco

## ACCESORIOS

- Jeringa de 25 ml (limpia y seca)
- Aguja de penetración de tabique sin núcleo de calibre 18 y 6" (limpia y seca)
- Botella de disolvente, rosca GL45

## PREPARACIÓN DE DISOLVENTES

Prepare al menos 200 ml de disolvente. Añada partes iguales de cloroformo seco y metanol seco al frasco de disolvente.

## PREPARACIÓN DEL DISPOSITIVO

- Conecte el conjunto superior de la botella de disolvente a la botella de disolvente de acuerdo con el manual.
- Ensamble el recipiente de titulación de acuerdo con el manual de instrucciones.
- Instale una bureta de 5 mL llena con 1 mg/mL de titulante volumétrico Karl Fischer de un solo componente y verifique que no haya burbujas de aire en la bureta ni en el tubo. Si es necesario, cebe hasta que se haya eliminado completamente el aire.

Presione  Desde la pantalla principal. Use las flechas • las teclas para resaltar HI8105EN Humedad en aceite de cocina y presione • 

Para determinar la concentración exacta del titulante, siga HI8003EN 1 mg/mL Stdz con agua estándar.

- Dispense suficiente disolvente de la botella de disolvente para llenar el recipiente hasta la línea "mín." (aproximadamente 50 ml).

- Presione  Para pretitular 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 la jeringa y la aguja con la muestra.
- Pesar la jeringa, la aguja y el aceite.
- Presione  Se le pedirá que ingrese el tamaño de la muestra.
- Vierta de 3,0 g a 5,0 g de aceite de cocina en el vaso de titulación a través del septo con la aguja. • Tenga cuidado de no dejar ninguna muestra en el electrodo ni en la pared del vaso. Si es necesario, agite suavemente el vaso de titulación con la mano para eliminar cualquier muestra del electrodo o de la pared del vaso.
- Limpie la muestra residual de la aguja aspirando un poco de aire del recipiente de titulación. Si observa una gota de muestra en el extremo de la aguja, sumérgala brevemente en el disolvente.
- Retire la aguja del recipiente de titulación y pese nuevamente la jeringa para determinar la masa de muestra agregada (por diferencia de las dos mediciones).
- Utilice el teclado numérico para ingresar el peso exacto y presione  para iniciar el análisis. Al finalizar la titulación, se muestra la pantalla de resultados. Los resultados se expresan en ppm de agua.
- Reemplace el disolvente después de 3 a 4 titulaciones o si se produce separación de fases.

## PARÁMETROS DEL MÉTODO

Nombre: Humedad en el aceite de cocina  
 Revisión del método: 1.1  
 Tipo: Análisis de muestras  
 Cantidad predispensada: Ninguno  
 Tiempo de agitación previo al análisis: 15 segundos  
 Velocidad de agitación: 900 RPM  
 Tipo de barra agitadora: Medio  
 Entrada a la deriva: Automático  
 Solvente: CHCl<sub>3</sub> MeOH 1:1

Parámetros de muestra:  
 Determinación de la muestra: Normal  
 Nombre de la muestra: Aceite  
 Tipo de muestra: Masa  
 Tamaño de la muestra: 4.0000 gramos  
 Titulante: Compuesto 1  
 Tipo de titulante: monocomponente  
 Conc. nominal de valorante: 1,0000 mg/ml  
 Estándar Conc. de valorante: 1,0000 mg/ml  
 Fecha/Hora: 02 de abril de 2019 11:45  
 Recordatorio de edad del valorante: 2d:00h:00m

Parámetros de control:  
 Modo de inicio: Precavido  
 Modo de espera: Activado  
 Duración en espera: 12:00 [hh:mm]  
 Corriente impuesta: 20 µA  
 Dosis mínima: 1.000 µL  
 Dosis máxima: 30.000 µL  
 Modo de dosificación máxima: Desactivado  
 Incremento temporizado: 1 segundo  
 Valor del punto final: 180,0 mV  
 Promedio de señal: 3 lecturas  
 Caudal: 10,0 ml/min

Parámetros de terminación:  
 Duración máxima: 900 segundos  
 Volumen Máximo de Titulante: 10.000 mL  
 Término. Criterio: Deriva relativa  
 Deriva relativa: 10,0 µg/min  
 Unidad de resultado: ppm  
 Cifras significativas: XXXXX

## CÁLCULOS

Cálculos:  
 Unidades de titulante: mg/ml  
 Volumen de titulante consumido: V (ml)  
 Unidades de resultados finales: ppm  
 Concentración de valorante: 1,0000 mg/ml  
 de muestra: 4,0000 g Masa

$$\text{ppm} = \frac{V \times 1.0000 \times 1000}{4.0000}$$

## RESULTADOS

Nombre del método: Humedad en el aceite de cocina  
 Hora y fecha: 3 de abril de 2019, 12:00  
 Tamaño de la muestra: 4.0296 gramos  
 Concentración estándar del titulante: 1,0000 mg/ml  
 Valor de deriva: 3,4 µg/min  
 Volumen del punto final: 2,6808 ml  
 Resultado: 664 ppm  
 Duración de la titulación: 6:30 [mm:ss]  
 Volumen celular estimado: 58,11 ml

La titulación llegó a su finalización  
 Nombre del operador:  
 Firma del analista: \_\_\_\_\_

## HI8106EN DETERMINACIÓN DE HUMEDAD EN MANTEQUILLA

## Por disolución externa

## DESCRIPCIÓN

Método para la determinación de la humedad en mantequilla por disolución externa. Los resultados se expresan en % de masa y deben estar entre el 15 % y el 20 %.

## ELECTRODO

- Electrodo de pasador de platino doble HI76320

## REACTIVOS

- Karl Fischer volumétrico de un componente de 5 mg/mL titulante
- Metanol seco
- Cloroformo seco

## ACCESORIOS

- Jeringa de 1 mL (limpia y seca)
- Aguja de penetración de septo sin núcleo de calibre 22, 6" (limpia y seca) • Botella de solvente, rosca GL45
- Frasco de disolución de 100 ml con tapón
- Agitador magnético y barra agitadora

## PROCEDIMIENTO DE DISOLUCIÓN EXTERNA

- Añada una barra agitadora magnética a un frasco de disolución externa con tapa. Pese el frasco y registre este valor.
- Agregue 15 g de metanol seco y 25 g de cloroformo seco a la botella y revuelva durante 15 a 20 minutos.
- Siga el procedimiento HI8301EN Solvente con 5 mg/mL 1-comp. para determinar el contenido de humedad de la mezcla de solventes.
- Introduzca la concentración de humedad del disolvente pulsando  luego, Parámetros de muestra, Concentración de disolvente externo. Utilice el teclado numérico para introducir la concentración exacta. Pulse  o .

Pese la botella de disolución para determinar el peso del disolvente restante (restando la masa de la botella vacía). Introduzca la masa exacta en Parámetros de la muestra, Tamaño del disolvente externo. Utilice el teclado numérico para introducir la masa exacta. Pulse  o .

Añada de 2,0 a 4,0 g de mantequilla a la botella. Pese la botella para determinar el peso exacto de la muestra disuelta. Introduzca la masa exacta en Parámetros de la muestra.

Tamaño de la muestra disuelta. Utilice el teclado numérico para introducir la masa exacta. Pulse  o .

- Vuelva a colocar la tapa y mezcle durante 20 a 30 minutos para disolver la muestra. La solución resultante se utilizará para determinar el contenido de agua.

Nota: Titule la solución inmediatamente.

## PREPARACIÓN DEL DISPOSITIVO

- Conecte el conjunto superior de la botella de disolvente a la botella de metanol de acuerdo con el manual.
- Ensamble el recipiente de titulación de acuerdo con el manual de instrucciones.
- Prensas  Desde la pantalla principal. Use las teclas de flecha para resaltar HI8106EN Humedad en la mantequilla y prensa .
- Instale una bureta de 5 mL llena con 5 mg/mL de titulante volumétrico Karl Fischer de un solo componente y verifique que no haya burbujas de aire en la bureta ni en el tubo. Si es necesario, cebe hasta que se haya eliminado completamente el aire.
- Para determinar la concentración exacta del titulante, siga el procedimiento HI8001EN 5 mg/mL Stdz con agua estándar o HI8011EN 5 mg/mL Stdz con tartrato.
- Dispense suficiente metanol de la botella de solvente para llenar el recipiente hasta la línea "mín." (aproximadamente 50 ml). humedad  Para pretitular el disolvente de titulación y la del recipiente de titulación. • Presione. Deje que la velocidad de deriva de fondo se establezca antes de continuar con el siguiente paso. • Deje de agitar el frasco de disolución y permita que materia particulada para sedimentarse.

## ANÁLISIS

- Llene la jeringa y la aguja con sobrenadante a través del tabique del frasco de disolución.
- Pesar la jeringa, la aguja y el sobrenadante.
- Presione  Se le pedirá que ingrese el tamaño de la muestra.
- Dispensar de 0,500 g a 1,000 g de solución de muestra en el recipiente de titulación a través del tabique utilizando la aguja.

- Procure que no quede muestra en el electrodo ni en la pared del vaso de precipitados. Si es necesario, agite suavemente el vaso de titulación con la mano para retirar cualquier resto de muestra del electrodo o la

pared del vaso. • Limpie la muestra residual de la aguja aspirando un poco de aire del vaso de titulación. Si observa una gota de muestra colgando en el extremo de la aguja, sumérgala brevemente en el disolvente.

- Retire la aguja del recipiente de titulación y

Pesar nuevamente la jeringa para determinar

la masa de muestra añadida (por diferencia de las dos mediciones).

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

- Al finalizar la titulación se muestra la pantalla Resultado.

Los resultados se expresan en % de masa de agua.

- Reemplace el disolvente después de 10 a 12 titulaciones.

### PARÁMETROS DEL MÉTODO

Nombre:	Humedad en la mantequilla
Revisión del método:	1.1
Tipo:	Análisis de muestras
Cantidad predispensada:	Ninguno
Tiempo de agitación previo al análisis:	10 segundos
Velocidad de agitación:	900 RPM
Tipo de barra agitadora:	Medio
Entrada a la deriva:	Automático
Solvente:	Metanol
Parámetros de muestra:	
Determinación de muestra:	Disolución externa
Nombre de la muestra:	Mantequilla
Tamaño de la muestra:	0,7500 gramos
Tamaño del disolvente externo:	40.0000 gramos
Concentración externa de disolvente:	0,0100 %
Tamaño de la muestra extraída:	3.0000 gramos
Titulante:	Compuesto 5
Tipo de titulante:	monocomponente
Conc. nominal de valorante:	5,0000 mg/ml
Estándar Conc. Titulante:	02 de 5.0000 mg/ml
Fecha/Hora:	abril de 2019 11:45
Recordatorio de edad del valorante:	2d:00h:00m
Parámetros de control:	
Modo de inicio:	Normal
Modo de espera:	Activado
Duración en espera:	12:00 [hh:mm]
Corriente impuesta:	20 µA
Dosis mínima:	0,500 µL
Dosis máxima:	40.000 µL
Modo de dosificación máxima:	Desactivado
Incremento temporizado:	1 segundo
Valor del punto final:	180,0 mV
Promedio de señal:	3 lecturas
Caudal:	10,0 ml/min
Parámetros de terminación:	
Duración máxima:	720 segundos
Volumen Máximo de Titulante:	10.000 mL
Término. Criterio:	Deriva relativa
Deriva relativa:	15,0 µg/min
Unidad de resultado:	%
Cifras significativas	XXXXX

### CÁLCULOS

Unidades de titulante:	mg/ml
Volumen de titulante consumido:	V (ml)
Unidades de resultados finales:	% Masa
Concentración de valorante:	5,0000 mg/ml
Tamaño del disolvente externo:	40,0000 g 0,0100 %
Concentración externa de disolvente:	
Tamaño de la muestra extraída:	3.0000 gramos
Masa de la muestra:	0,7500 gramos

$$\% \text{ Masa} \% = \frac{40.000}{3.000} \times \frac{5.0000 \times V}{0,7500 \times 10 - 0,0100} \times \frac{5.0000 \times V}{100 - 0,7500 \times 10} \times 100$$

$$\% \text{ Masa} = \frac{V \times 5.0000}{1.0000 \times 10}$$

### RESULTADOS

Nombre del método:	Humedad en la mantequilla
Hora y fecha:	3 de abril de 2019, 12:00
Tamaño de la muestra:	0,7841 gramos
Concentración estándar del titulante:	5.0000 mg/ml
Valor de deriva:	4,6 µg/min
Volumen del punto final:	2,4497 ml
Tamaño del disolvente externo:	38,4979 g 0,0167
Concentración externa de disolvente:	%
Tamaño de la muestra extraída:	3,1222 gramos
Resultado:	19.3903 %
Duración de la titulación:	6:54 [mm:ss]
Volumen celular estimado:	61,0 ml
La titulación llegó a su finalización	
Nombre del operador:	
Firma del analista:	_____

## HI8107EN DETERMINACIÓN DE HUMEDAD EN MARGARINA

### Por disolución externa

#### DESCRIPCIÓN

Método para la determinación de la humedad en margarina por disolución externa. Los resultados se expresan en % de masa y deben estar entre el 15 % y el 30 %.

#### ELECTRODO

- Electrodo de pasador de platino doble HI76320

#### REACTIVOS

- Karl Fischer volumétrico de un componente de 5 mg/mL titulante

- Metanol seco
- Cloroformo seco

#### ACCESORIOS

- Jeringa de 1 mL (limpia y seca)
- Aguja de penetración de septo sin núcleo de calibre 22, 6" (limpia y seca) • Botella de solvente, rosca GL45
- Frasco de disolución de 100 ml con tapón
- Agitador magnético y barra agitadora

#### PROCEDIMIENTO DE DISOLUCIÓN EXTERNA

- Añada una barra agitadora magnética a un frasco de disolución externa con tapa. Pese el frasco y registre este valor.
- Agregue 20 g de metanol seco y 20 g de cloroformo seco a la botella y revuelva durante 15 a 20 minutos.
- Siga el procedimiento HI8301EN Solvente con 5 mg/mL 1-comp. para determinar el contenido de humedad del solvente. mezcla.
- Introduzca la concentración de humedad del disolvente pulsando  luego, Parámetros de muestra, Concentración de disolvente externo. Utilice el teclado numérico para introducir la concentración exacta. Pulse  o .

Pese la botella de disolución para determinar el peso del disolvente restante (restando la masa de la botella vacía). Introduzca la masa exacta en Parámetros de la muestra, Tamaño del disolvente externo. Utilice el teclado numérico para introducir la masa exacta. Pulse  o .

- Añada de 2,0 a 4,0 g de margarina a la botella. Pésela para determinar la cantidad exacta de muestra disuelta.

Peso. Ingrese la masa exacta en Parámetros de la muestra,

Tamaño de la muestra disuelta. Use el teclado numérico para ingresar la masa exacta. Presione  o .

- Vuelva a colocar la tapa y mezcle durante 20 a 30 minutos para disolver la muestra. La solución resultante se utilizará para determinar el contenido de agua.

Nota: Titule la solución inmediatamente.

#### PREPARACIÓN DEL DISPOSITIVO

- Conecte el conjunto superior de la botella de disolvente a la botella de metanol de acuerdo con el manual.
- Ensamble el recipiente de titulación de acuerdo con el manual de instrucciones.
- Prensas  Desde la pantalla principal. Use las flechas para resaltar HI8107EN Humedad en la margarina. y presione .
- Instale una bureta de 5 mL llena con 5 mg/mL de titulante volumétrico Karl Fischer monocomponente y verifique que no haya burbujas de aire en la bureta ni en el tubo. Si es necesario, cebe hasta que se haya eliminado completamente el aire.
- Para determinar la concentración exacta del titulante, siga la prueba HI8001EN 5 mg/mL Stdz con agua estándar o HI8011EN 5 mg/mL Stdz con tartrato.
- Dispense suficiente metanol de la botella de solvente para llenar el recipiente hasta la línea "mín." (aproximadamente 50 ml). humedad  Para pretitular el disolvente de titulación y la del recipiente de titulación. • Presione. Deje que la tasa de deriva de fondo se establezca antes de continuar con el siguiente paso. • Deje de agitar la botella de extracción y permita que materia particulada para sedimentarse.

#### ANÁLISIS

- Llene la jeringa y la aguja con el sobrenadante a través del tabique del frasco de disolución.
- Pesar la jeringa, la aguja y el sobrenadante.
- Presione  Se le pedirá que ingrese el tamaño de la muestra.
- Dispensar de 0,500 g a 1,000 g de sobrenadante en el recipiente de titulación a través del tabique utilizando la aguja.

- Procure que la muestra no entre en contacto con el electrodo ni con la pared del vaso. Si es necesario, agite suavemente el vaso de titulación con la mano para eliminar cualquier resto de muestra del electrodo o la pared del vaso.
- Limpie la muestra residual de la aguja aspirando un poco de aire del recipiente de titulación. Si observa una gota de muestra en el extremo de la aguja, sumérgala brevemente en el disolvente.
- Retire la aguja del recipiente de titulación y pese nuevamente la jeringa para determinar la masa de muestra agregada (por diferencia de las dos mediciones).
- Utilice el teclado numérico para ingresar el peso exacto y presione  para iniciar el análisis.
- Al finalizar la titulación se muestra la pantalla Resultado. Los resultados se expresan en % de masa de agua.
- Reemplace el disolvente después de 12 a 16 titulaciones.

## PARÁMETROS DEL MÉTODO

Nombre: Humedad en la margarina  
 Revisión del método: 1.1  
 Tipo: Análisis de muestras  
 Cantidad predispensada: Ninguno  
 Tiempo de agitación previo al análisis: 10 segundos  
 Velocidad de agitación: 900 RPM  
 Tipo de barra agitadora: Medio  
 Entrada a la deriva: Automático  
 Solvente: Metanol  
 Parámetros de muestra:  
 Determinación de muestra: Extracción externa  
 Nombre de la muestra: Margarina  
 Tamaño de la muestra: 0,7500 g  
 Disolvente externo Tamaño: 40.0000 g  
 Concentración externa de disolvente: 0,0100 %  
 Tamaño de la muestra extraída: Masa = Hora y fecha: 3,0000 g  
 Titulante: Compuesto 5  
 Tipo de titulante: monocomponente  
 Conc. nominal de valorante: 5,0000 mg/ml  
 Estándar Conc. Titulante: Fecha/ 5,0000 mg/ml  
 Hora: 02 de abril de 2019 11:45  
 Recordatorio de edad del valorante: 2d:00h:00m  
 Parámetros de control:  
 Modo de inicio: Normal  
 Modo de espera: Activado  
 Duración en espera: 12:00 [hh:mm]  
 Corriente impuesta: 20 µA  
 Dosis mínima: 1,00 µL  
 Dosis máxima: 50,000 µL  
 Modo de dosificación máxima: Desactivado  
 Incremento temporizado: 1 segundo  
 Valor del punto final: 180,0 mV  
 Promedio de señal: 3 lecturas  
 Caudal: 10,0 ml/min  
 Parámetros de terminación:  
 Duración máxima: 720 segundos  
 Volumen Máximo de Titulante: 10,000 mL  
 Término. Criterio: Deriva relativa  
 Deriva relativa: 15,0 µg/min  
 Unidad de resultado: %  
 Cifras significativas XXXXX

## CÁLCULOS

Unidades de titulante: mg/ml  
 Volumen de titulante consumido: V (ml)  
 Unidades de resultados finales: % Masa  
 Concentración de valorante: 5,0000 mg/ml  
 Tamaño del disolvente externo: 40,0000 g 0,0100 %  
 Concentración externa de disolvente:  
 Tamaño de la muestra extraída: 3,0000 gramos  
 Masa de la muestra: 0,7500 gramos

$$\% \text{ Masa} = \frac{\text{Extracción externa} \times \frac{5,0000 \times V}{0,7500 \times 10} - 0,0100}{\frac{40,000}{3,000} \times \frac{5,0000 \times V}{0,7500 \times 10} - 0,0100} \times 100$$

## RESULTADOS

Nombre del método: Humedad en la margarina  
 % Masa = % 1,0900 x 10  
 9 de abril de 2019, 12:00  
 Tamaño de la muestra: 0,7402 gramos  
 Concentración estándar del titulante: 5,0000 mg/ml  
 Valor de deriva: 4,1 µg/min  
 Volumen del punto final: 3,1402 ml  
 Tamaño del disolvente externo: 39,9262 g 0,0141 %  
 Concentración externa de disolvente: %  
 Tamaño de la muestra extraída: 3,1118 gramos  
 Resultado: 27,6339 %  
 Duración de la titulación: 5:30 [mm:ss]  
 Volumen celular estimado: 64,4 ml  
 La titulación llegó a su finalización  
 Nombre del operador:  
 Firma del analista: \_\_\_\_\_

## HI8108EN DETERMINACIÓN DE HUMEDAD EN MAYONESA

## DESCRIPCIÓN

Método para la determinación de la humedad en mayonesa mediante extracción externa. Los resultados se expresan en % de masa y deben estar entre el 40 % y el 60 %.

## ELECTRODO

- Electrodo de pasador de platino doble HI76320

## REACTIVOS

- Karl Fischer volumétrico de un componente de 5 mg/mL titulante
- Metanol seco

## ACCESORIOS

- Jeringa de 1 mL (limpia y seca)
- Aguja de penetración de septo sin núcleo de calibre 22, 6" (limpia y seca) • Botella de solvente, rosca GL45
- Frasco de extracción de 100 ml con septo
- Agitador magnético y barra agitadora

## PROCEDIMIENTO DE EXTRACCIÓN EXTERNA

- Añada una barra agitadora magnética a un frasco de disolución externa con tapa. Pese el frasco y registre este valor.
- Añadir 40 g de metanol seco a la botella y remover durante 5 minutos.
- Siga el procedimiento HI8301EN Solvente con 5 mg/mL 1-comp. para determinar el contenido de humedad del solvente. mezcla.

- Introduzca la concentración de humedad del disolvente pulsando  luego, Parámetros de muestra, Concentración de disolvente externo. Utilice el teclado numérico para introducir la concentración exacta. Pulse  o .

Pese la botella de disolución para determinar el peso del disolvente restante (restando la masa de la botella vacía). Introduzca la masa exacta en Parámetros de la muestra, Tamaño del disolvente externo. Utilice el teclado numérico para introducir la masa exacta. Pulse .



- Añada de 0,8 a 1,2 g de mayonesa a la botella. Pésela para determinar el peso exacto de la muestra disuelta. Ingrese la masa exacta en Parámetros de la muestra.

Tamaño de la muestra disuelta. Utilice el teclado numérico para introducir la masa exacta. Pulse  o .

- Vuelva a colocar la tapa y mezcle durante 20 a 30 minutos para disolver la muestra. La solución resultante se utilizará para determinar el contenido de agua.

Nota: Titule la solución inmediatamente.

## PREPARACIÓN DEL DISPOSITIVO

- Conecte el conjunto superior de la botella de disolvente a la botella de metanol de acuerdo con el manual.
- Ensamble el recipiente de titulación de acuerdo con el manual de instrucciones.
- Pulse  desde la pantalla principal. Use las flechas para resaltar HI8108EN Humedad en mayonesa.
- y presione. .
- Instale una bureta de 5 mL llena con 5 mg/mL de titulante volumétrico Karl Fischer monocomponente y verifique que no haya burbujas de aire en la bureta ni en el tubo. Si es necesario, cebe hasta que se haya eliminado completamente el aire.
- Para la determinación de la concentración exacta del titulante, siga HI8001EN 5mg/mL Stdz w/ agua estándar o HI8011EN 5 mg/mL estándar con tartrato.
- Dispense suficiente metanol de la botella de solvente para llenar el recipiente hasta la línea "mín." (aproximadamente 50 ml).
- Presione  para pretitular el disolvente de titulación y la humedad del recipiente de titulación. Deje que la tasa de deriva de fondo se estabilice antes de continuar con el siguiente paso.
- Deje de agitar la muestra en el frasco de extracción y permita que cualquier partícula se asiente.

## ANÁLISIS

- Llene la jeringa y la aguja con el sobrenadante a través del tabique del frasco de disolución.
- Pesar la jeringa, la aguja y el sobrenadante.
- muestra  Se le solicitará que ingrese el tamaño de prensa.
- Dispensar de 0,500 g a 1,000 g de sobrenadante en el recipiente de titulación a través del tabique utilizando la aguja.
- Procure que la muestra no entre en contacto con el electrodo ni con la pared del vaso. Si es necesario, agite el tubo de titulación.

recipiente con cuidado con la mano para retirar cualquier muestra del electrodo o de la pared del vaso.

- Limpie la muestra residual de la aguja aspirando un poco de aire del recipiente de titulación. Si observa una gota de muestra en el extremo de la aguja, sumérgala brevemente en el disolvente.
- Retire la aguja del recipiente de titulación y  
Pesar nuevamente la jeringa para determinar

la masa de muestra añadida (por diferencia de las dos mediciones).

- Utilice el teclado numérico para ingresar el peso exacto y presione  para iniciar el análisis.
- Al final de la titulación se muestra la pantalla de Resultados. Los resultados se expresan en % de masa de agua.
- Reemplace el disolvente después de 12 a 16 titulaciones.

## PARÁMETROS DEL MÉTODO

Nombre:	Humedad en la mayonesa		
Revisión del método:		1.1	
Tipo:	Análisis de muestras		
Cantidad predispensada:		Ninguno	
Tiempo de agitación previo al análisis:		10 segundos	
Velocidad de agitación:		900 RPM	
Tipo de barra agitadora:		Medio	
Entrada a la deriva:		Automático	
Solvente:		Metanol	
Parámetros de muestra:			
Determinación de muestra:	Extracción externa		
Nombre de la muestra:		Mayonesa	
Tamaño de la muestra:		0,7500 g	
Disolvente externo Tamaño:		40.0000 g	
Concentración externa de disolvente:		0,0100 %	
Tamaño de muestra extraída:		1,0000 g	
Titulante:	Compuesto 5		
Tipo de titulante:	monocomponente		
Conc. nominal de valorante:		5,0000 mg/ml	
Estándar Conc. Titulante:		5,0000 mg/ml	
Fecha:		02 de abril de 2019 11:45	
Recordatorio de edad del valorante:		2d:00h:00m	
Parámetros de control:			
Modo de inicio:		Normal	
Modo de espera:		Activado	
Duración en espera:		12:00 [hh:mm]	
Corriente impuesta:		20 µA	
Dosis mínima:		0,500 µL	
Dosis máxima:		20,000 µL	
Modo de dosificación máxima:		Desactivado	
Incremento temporizado:		1 segundo	
Valor del punto final:		180,0 mV	
Promedio de señal:		3 lecturas	
Caudal:		10,0 ml/min	
Parámetros de terminación:			
Duración máxima:		720 segundos	
Volumen Máximo de Titulante:		10,000 mL	
Término. Criterio:		Deriva relativa	
Deriva relativa:		10,0 µg/min	
Unidad de resultado:			%
Cifras significativas		XXXXX	

## CÁLCULOS

Unidades de titulante:	mg/ml
Volumen de titulante consumido:	V (ml)
Unidades de resultados finales:	% Masa
Concentración de valorante:	5,0000 mg/ml
Disolvente externo Tamaño:	40,0000 g
Concentración externa de disolvente:	0,0100 %
Tamaño de la muestra extraída:	1,0000 gramos
Masa de la muestra:	0,7500 gramos

$$\% \text{ Masa} = \frac{40.000}{3.000} \times \frac{5.0000 \times V}{0,7500 \times 10 - 0,0100} - 0,0100 \times 100$$

## RESULTADOS

Nombre del método:	Humedad en mayonesa
Fecha:	02 de abril de 2019, 12:00
Tamaño de la muestra:	0,7500 gramos
Concentración estándar del titulante:	5,0000 mg/ml
Valor de deriva:	4,6 µg/min
Volumen del punto final:	2,2010 ml
Tamaño del disolvente externo:	40,0000 g 0,0100
Concentración externa de disolvente:	%
Tamaño de la muestra extraída:	1,0000 gramos
Resultado:	58,9770 %
Duración de la titulación:	7:18 [mm:ss]
Volumen celular estimado:	60,0 ml
La titulación llegó a su finalización	
Nombre del operador:	
Firma del analista:	_____

## HI8201EN DETERMINACIÓN DE HUMEDAD EN CHAMPÚ

## DESCRIPCIÓN

Método para la determinación de agua en champú. Los resultados se expresan en % de masa y deben estar entre el 70 % y el 90 %.

## ELECTRODO

- Electrodo de pasador de platino doble HI76320

## REACTIVOS

- Karl Fischer volumétrico de un componente de 5 mg/mL titulante
- Metanol seco

## ACCESORIOS

- Jeringa de 1 mL (limpia y seca)
- Aguja de penetración de tabique sin núcleo de calibre 18 y 6" (limpia y seca)
- Botella de disolvente, rosca GL45

## PREPARACIÓN DEL DISPOSITIVO

- Conecte el conjunto superior de la botella de disolvente a la botella de metanol de acuerdo con el manual.
- Ensamble el recipiente de titulación de acuerdo con el manual de instrucciones.
- Instale una bureta de 5 mL llena con 5 mg/mL de titulante volumétrico Karl Fischer de un solo componente y verifique que no haya burbujas de aire en la bureta ni en el tubo. Si es necesario, cebe hasta que se haya eliminado completamente el aire.
- Presione  Desde la pantalla principal. Use las flechas las teclas para resaltar HI8201EN Humedad en el champú y presione .
- Para la determinación de la concentración exacta del titulante, siga HI8001EN 5mg/mL Stdz w/ agua estándar o HI8011EN 5 mg/mL estándar con tartrato.
- Dispense suficiente metanol de la botella de solvente para llenar el recipiente hasta la línea "mín." (aproximadamente 50 ml).
- Presione  para pretitular el disolvente y la humedad del recipiente de titulación. Deje que la tasa de deriva de fondo se estabilice antes de continuar con el siguiente paso.

## ANÁLISIS

- Llene la jeringa y la aguja con la muestra.
- Pesar la jeringa, la aguja y el champú.
- Presione  Se le pedirá que ingrese el tamaño de la muestra.
- Dispensar de 0,015 g a 0,020 g de champú en el vaso de titulación a través del septo con la aguja. • Procurar que no caiga muestra en el electrodo ni en la pared del vaso. Si es necesario, agitar suavemente el vaso de titulación con la mano para eliminar cualquier muestra del electrodo o de la pared del vaso.
- Limpie la muestra residual de la aguja aspirando un poco de aire del recipiente de titulación. Si observa una gota de muestra en el extremo de la aguja, sumérgala brevemente en el disolvente.
- Retire la aguja del recipiente de titulación y pese nuevamente la jeringa para determinar la masa de muestra agregada (por diferencia de las dos mediciones).
- Utilice el teclado numérico para ingresar el peso exacto y presione  para iniciar el análisis.
- Al final de la titulación se muestra la pantalla de Resultados. Los resultados se expresan en % de masa de agua.

## PARÁMETROS DEL MÉTODO

Nombre: Humedad en el champú  
 Revisión del método: 1.1  
 Tipo: Análisis de muestras  
 Cantidad predispensada: 40 %  
 Tiempo de agitación previo al análisis: 15 segundos  
 Velocidad de agitación: 900 RPM  
 Tipo de barra agitadora: Medio  
 Entrada a la deriva: Automático  
 Solvente: Metanol  
 Parámetros de muestra:  
   Determinación de la muestra: Normal  
   Nombre de la muestra: Champú  
   Tipo de muestra: Masa  
   Tamaño de la muestra: 0,0200 gramos  
 Titulante: Compuesto 5  
   Tipo de titulante: monocomponente  
   Conc. nominal de valorante: 5,0000 mg/ml  
   Estándar Conc. de valorante: 5,0000 mg/ml  
   Fecha/Hora: 02 de abril de 2019 11:45  
   Recordatorio de edad del valorante: 2d:00h:00m  
 Parámetros de control:  
   Modo de inicio: Normal  
   Modo de espera: Activado  
   Duración en espera: 12:00 [hh:mm]  
   Corriente impuesta: 20 µA  
   Dosis mínima: 0,500 µL  
   Dosis máxima: 20.000 µL  
   Modo de dosificación máxima: Desactivado  
   Incremento temporizado: 1 segundo  
   Valor del punto final: 180,0 mV  
   Promedio de señal: 3 lecturas  
   Caudal: 10,0 ml/min  
 Parámetros de terminación:  
   Duración máxima: 600 segundos  
   Volumen Máximo de Titulante: 10.000 mL  
   Término. Criterio: Deriva relativa  
   Deriva relativa: 10,0 µg/min  
 Unidad de resultado: %  
 Cifras significativas XXXXX

## CÁLCULOS

Unidades de titulante: mg/ml  
 Volumen de titulante consumido: V (ml)  
 Unidades de resultados finales: % Masa  
 Concentración de valorante: 5,0000 mg/ml  
 Masa de la muestra: 0,0200 g

$$\% \text{ Mass} = \frac{V \times 5.0000}{0.020 \times 10}$$

## RESULTADOS

Nombre del método: Humedad en el champú  
 Hora y fecha: Tamaño 3 de abril de 2019, 12:00  
 de la muestra: 0,0200 gramos  
 Concentración estándar del titulante: 5.0000 mg/ml  
 Valor de deriva: 5,4 µg/min  
 Volumen del punto final: 3,2010 ml  
 Resultado: 79.8207 %  
 Duración de la titulación: 7:19 [mm:ss]  
 Volumen celular estimado: 106,37 ml  
 La titulación llegó a su finalización  
 Nombre del operador:  
 Firma del analista: \_\_\_\_\_

## HI8202EN DETERMINACIÓN DE HUMEDAD EN CREMA DE MANOS

## DESCRIPCIÓN

Método para la determinación de la humedad en crema de manos.

Los resultados se expresan en % de masa y deben estar entre 50 y 75 %.

## ELECTRODO

- Electrodo de pasador de platino doble HI76320

## REACTIVOS

- Karl Fischer volumétrico de un componente de 5 mg/mL titulante
- Metanol seco
- Cloroformo seco

## ACCESORIOS

- Jeringa de 1 mL (limpia y seca)
- Aguja de penetración de tabique sin núcleo de calibre 18 y 6" (limpia y seca)
- Botella de disolvente, rosca GL45

## PREPARACIÓN DE DISOLVENTES

- Prepare al menos 200 ml de disolvente agregando 2 partes de cloroformo seco y 1 parte de metanol seco a la botella de disolvente.

## PREPARACIÓN DEL DISPOSITIVO

- Conecte el conjunto superior de la botella de disolvente a la botella de disolvente de acuerdo con el manual.
- Ensamble el recipiente de titulación de acuerdo con el manual de instrucciones.
- Instale una bureta de 5 mL llena con 5 mg/mL de titulante volumétrico Karl Fischer de un solo componente y verifique que no haya burbujas de aire en la bureta ni en el tubo. Si es necesario, cebe hasta que se haya eliminado completamente el aire.

Presione  Desde la pantalla principal. Use las flechas • las teclas para resaltar HI8202EN Humedad en crema de manos y presione .

Para determinar la concentración exacta del titulante, siga HI8001EN

5 mg/mL Stdz w/

agua estándar o HI8011EN 5 mg/mL estándar con tartrato.

- Dispense suficiente disolvente de la botella de disolvente para llenar el recipiente hasta la línea "mín." (aproximadamente 50 ml).

- Presione  Para pretitular 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 la jeringa y la aguja con la muestra.
- Pesar la jeringa, la aguja y la crema de manos.
- Presione  Se le pedirá que ingrese el tamaño de la muestra.
- Dispense de 0,020 g a 0,025 g de crema de manos en el vaso de titulación a través del septo con la aguja. • Procurar que no caiga muestra en el electrodo ni en la pared del vaso. Si es necesario, agitar suavemente el vaso de titulación con la mano para eliminar cualquier muestra del electrodo o de la pared del vaso.
- Limpie la muestra residual de la aguja aspirando un poco de aire del recipiente de titulación. Si observa una gota de muestra en el extremo de la aguja, sumérgala brevemente en el disolvente.
- Retire la aguja del recipiente de titulación y pese nuevamente la jeringa para determinar la masa de muestra agregada (por diferencia de las dos mediciones).
- Utilice el teclado numérico para ingresar el peso exacto y presione  para iniciar el análisis.
- Al final de la titulación se muestra la pantalla de Resultados. Los resultados se expresan en % de masa de agua.

## PARÁMETROS DEL MÉTODO

Nombre: Humedad en la crema de manos  
 Revisión del método: 1.1  
 Tipo: Análisis de muestras  
 Cantidad predispensada: 40 %  
 Tiempo de agitación previo al análisis: 15 segundos  
 Velocidad de agitación: 900 RPM  
 Tipo de barra agitadora: Medio  
 Entrada a la deriva: Automático  
 Solvente: CHCl<sub>3</sub> MeOH 2:1

Parámetros de muestra:  
 Determinación de la muestra: Normal  
 Nombre de la muestra: Crema para manos  
 Tipo de muestra: Masa  
 Tamaño de la muestra: 0,0200 gramos  
 Titulante: Compuesto 5  
 Tipo de titulante: monocomponente  
 Conc. nominal de valorante: 5,0000 mg/ml  
 Estándar Conc. de valorante: 5,0000 mg/ml  
 Fecha/Hora: 02 de abril de 2019 11:45  
 Recordatorio de edad del valorante: 2d:00h:00m

Parámetros de control:  
 Modo de inicio: Normal  
 Modo de espera: Activado  
 Duración en espera: 12:00 [hh:mm]  
 Corriente impuesta: 20 µA  
 Dosis mínima: 0,500 µL  
 Dosis máxima: 20.000 µL  
 Modo de dosificación máxima: Desactivado  
 Incremento temporizado: 1 segundo  
 Valor del punto final: 180,0 mV  
 Promedio de señal: 3 lecturas  
 Caudal: 10,0 ml/min

Parámetros de terminación:  
 Duración máxima: 900 segundos  
 Volumen Máximo de Titulante: 10.000 mL  
 Criterio de término: Deriva Deriva relativa  
 relativa: 10,0 µg/min  
 Unidad de resultado: %  
 Cifras significativas XXXXX

## CÁLCULOS

Unidades de titulante: mg/ml  
 Volumen de titulante consumido: V (ml)  
 Unidades de resultados finales: % Masa  
 Concentración de valorante: 5,0000 mg/ml  
 Masa de la muestra: 0,0200 g

$$\% \text{ Mass} = \frac{V \times 5.0000}{0.020 \times 10}$$

## RESULTADOS

Nombre del método: Crema de manos hidratante  
 Hora y fecha: 3 de abril de 2019, 12:00  
 Tamaño de la muestra: 0,0244 g  
 Estándar Conc. de valorante: 5,0000 mg/ml  
 Valor de deriva: 3,2915 5,4 µg/min  
 Volumen del punto final: mL  
 Resultado: 67.3125 %  
 Duración de la titulación: 6:48 [mm:ss]  
 Volumen celular estimado: 53,47 ml  
 La titulación llegó a su finalización  
 Nombre del operador:  
 Firma del analista: \_\_\_\_\_

## HI8301EN DETERMINACIÓN DE HUMEDAD EN DISOLVENTE CON 5 mg/mL DE VALORANTE (MONOCOMP.)

Para disolución o extracción externa

## DESCRIPCIÓN

Método para la determinación de la humedad en la extracción/  
Disolvente de disolución utilizando titulante volumétrico Karl Fischer monocomponente de 5 mg/mL. Los resultados se expresan en % de masa y deben ser inferiores al 0,1 %.

## ELECTRODO

- Electrodo de pasador de platino doble HI76320

## REACTIVOS

- Karl Fischer volumétrico de un componente de 5 mg/mL titulante
- Metanol seco

## ACCESORIOS

- Jeringa de 1 mL (limpia y seca)
- Aguja de penetración de tabique sin núcleo de calibre 18 y 6" (limpia y seca)
- Botella de disolvente, rosca GL45

## PROCEDIMIENTO DE TITULACIÓN

- Conecte el conjunto superior de la botella de disolvente a la botella de metanol de acuerdo con el manual.
- Ensamble el recipiente de titulación de acuerdo con el manual de instrucciones.
- Instale una bureta de 5 mL llena con 5 mg/mL de titulante volumétrico Karl Fischer de un solo componente y verifique que no haya burbujas de aire en la bureta ni en el tubo. Si es necesario, cebe hasta que se haya eliminado completamente el aire.

flecha •  Desde la pantalla principal. Use las teclas de Presione las teclas para resaltar HI8301EN Solvent w/ 5mg/mL 1-comp y presione • 

Para determinar la concentración exacta del titulante, siga HI8001EN

5mg/mL Stdz w/

agua estándar o HI8011EN 5 mg/mL estándar con tartrato.

- Dispense suficiente metanol de la botella de solvente para llenar el recipiente hasta la línea "mín." (aproximadamente 50 ml).

recipiente  Para pretitular el metanol y la humedad del de titulación, presione. Deje que la tasa de deriva de fondo se estabilice antes de continuar con el siguiente paso.

## ANÁLISIS

- Deje de remover el disolvente en la extracción/disolución. botella.

- Llene la jeringa y la aguja con el extractor/ disolvente de disolución.

- Pesar la jeringa, la aguja y el disolvente.

- Tamaño de  Se le pedirá que ingrese el muestra de prensa.

- Dispensar de 0,750 g a 1,000 g de disolvente en el vaso de titulación a través del septo con la aguja. • Procurar que el disolvente no entre en contacto con el electrodo ni con la pared del vaso. Si es necesario, agitar suavemente el vaso de titulación a mano para eliminar cualquier muestra del electrodo o de la pared del vaso.

Limpie el disolvente residual de la aguja aspirando un poco de aire del recipiente de titulación. Si observa una gota de disolvente en el extremo de la aguja, sumérgala brevemente en el disolvente de titulación.

- Retire la aguja del recipiente de titulación y pese nuevamente la jeringa para determinar la masa de muestra agregada (por diferencia de las dos mediciones).

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

Al finalizar la titulación, se muestra la pantalla de resultados. Los

resultados se expresan en % de masa de agua. Registre este valor como "Concentración de disolvente externo".

## PARÁMETROS DEL MÉTODO

Nombre: Disolvente con 5 mg/mL 1 comp.  
 Revisión del método:  
 Tipo: Análisis de muestras  
 Cantidad predispensada: Ninguno  
 Tiempo de agitación previo al análisis: 0 segundos  
 Velocidad de agitación: 900 RPM  
 Tipo de barra agitadora: Medio  
 Entrada a la deriva: Automático  
 Solvente: Metanol  
 Parámetros de muestra:  
 Determinación de la muestra: Normal  
 Nombre de la muestra: Solvente  
 Tipo de muestra: Masa  
 Tamaño de la muestra: 1.0000 gramos  
 Titulante: Compuesto 5  
 Tipo de titulante: monocomponente  
 Conc. nominal de valorante: 5,0000 mg/ml  
 Estándar Conc. de valorante: 5,0000 mg/ml  
 Fecha/Hora: 02 de abril de 2019 11:45  
 Recordatorio de edad del valorante: 2d:00h:00m  
 Parámetros de control:  
 Modo de inicio: Precavido  
 Modo de espera: Activado  
 Duración en espera: 12:00 [hh:mm]  
 Corriente impuesta: 20 µA  
 Dosis mínima: 0,250 µL  
 Dosis máxima: 5.000 µL  
 Modo de dosificación máxima: Desactivado  
 Incremento temporizado: 1 segundo  
 Valor del punto final: 180,0 mV  
 Promedio de señal: 3 lecturas  
 Caudal: 10,0 ml/min  
 Parámetros de terminación:  
 Duración máxima: 600 segundos  
 Volumen máximo de titulante: 5.000 ml  
 Término. Criterio: Deriva relativa  
 Deriva relativa: 10,0 µg/min  
 Unidad de resultado: %  
 Cifras significativas: XXXXX

## CÁLCULOS

$$\text{Masa} = 1,1 \times \frac{40.000}{3000} \times \frac{5.0000 \times V}{0,7500 \times 10 - 0,0100} \times 100$$

Unidades de titulante: %  
 Volumen de valorante consumido:  $\frac{5.0000 \times V}{100 - 0,7500 \times 10}$  V (ml)  
 Unidades de resultados finales: % Masa

Concentración de valorante: 5,0000 mg/ml  
 Masa de la muestra: 1,0000 g

$$\% \text{ Masa} = \frac{V \times 5.0000}{1.0000 \times 10}$$

## RESULTADOS

Nombre del método: Disolvente con 5 mg/ml 1 comp.  
 Hora y fecha: 3 de abril de 2019, 12:00  
 Tamaño de la muestra: 0,9580 g  
 Estándar Conc. de valorante: 5,0000 mg/ml  
 Valor de deriva: 4,0 µg/min  
 Volumen del punto final: 0,1157 ml  
 Resultado: 0,0595 %  
 Duración de la titulación: 2:06 [mm:ss]  
 Volumen celular estimado: 57,5 ml  
 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 TITRACIONES

La titulación es un procedimiento cuantitativo y volumétrico utilizado en química analítica para determinar la concentración de un analito (la especie que se mide) en una 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 el titulante.

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 permiten 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 que se haya agregado el titulante.
- La reacción debe llegar hasta su finalización.
- 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 TITRACIONES

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

- Contenido ácido de efluentes de plantas, alimentos (por ejemplo, queso y vino), baños de enchapado y grabado, productos derivados del petróleo, medicamentos.
- Contenido base de fertilizante (que contiene amoníaco), lejía, minerales.
- Dureza del agua
- Contenido metálico de aleaciones, minerales, menas, arcillas, aguas, baños de galvanoplastia, pinturas, papel, materiales vegetales, fluidos biológicos, productos derivados del petróleo.
- Contenido de humedad en productos alimenticios, petroquímicos, 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 alta 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, la precisión de la medición es de hasta 0,1%
- Métodos simples, costos de capital razonables y capacitación fácil.
- Adecuación para medir los componentes principales de una mezcla o producto
- La automatización puede reducir el tiempo y el trabajo dedicados a cada análisis.

Algunas desventajas de las titulaciones son:

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

## 2. TIPOS DE TITULACIONES

### 2.1. TITULACIONES SEGÚN EL MÉTODO DE MEDICIÓN

#### 2.1.1. TITRACIONES AMPEROMÉTRICAS

Una titulación amperométrica se realiza colocando dos electrodos (generalmente 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 generar 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, complejación o redox. Algunos iones y especies metálicas 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 el gráfico A, el analito es electroactivo y genera corriente, pero la especie reaccionada no. En el gráfico B, el reactivo no es activo, pero el titulante sí. En el gráfico C, tanto el analito como el titulante son activos y ambos generan corriente. El gráfico D muestra la misma situación que en el gráfico B; sin embargo, la corriente tiene signo opuesto (el titulante se reduce).

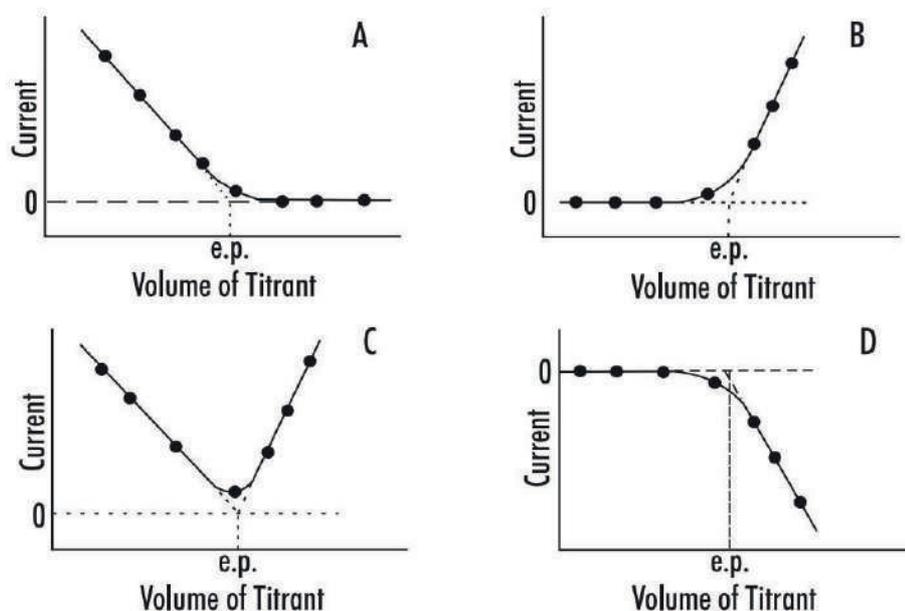


Figura 1

#### 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 que se satisfaga la condición de equilibrio.

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

### 2.1.3. TITULACIONES ESPECTROFOTOMÉTRICAS

El nombre proviene del método empleado para detectar el punto final de la titulación, no su composición química. Existen indicadores de color intenso que cambian de color durante el transcurso de la titulación para muchas titulaciones. 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 absorción de luz. La absorción de luz, ya sea 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 el gráfico 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 "ep" en el gráfico.

En la segunda curva de titulación (gráfica B), se mide el complejo metálico durante la titulación con EDTA. El nuevo complejo que se forma no presenta color ni absorbe la luz. La intersección extrapolada de las dos líneas determina el punto de equivalencia.

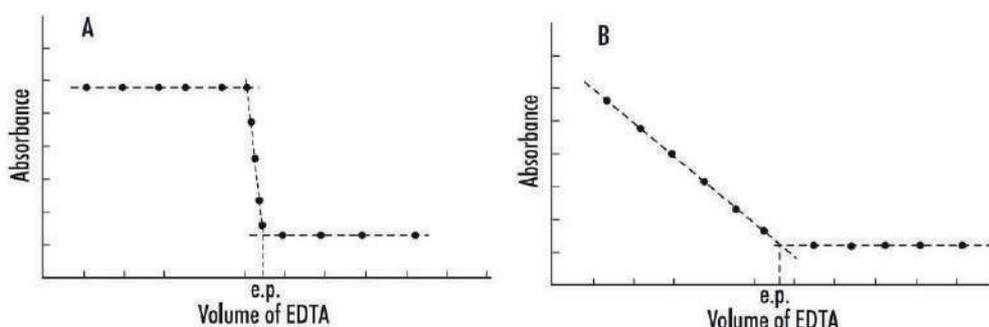


Figura 2

## 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 el 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 presenta el mayor rango de concentración detectable, desde 1 ppm hasta el 100 %.

La determinación del contenido de agua es uno de los métodos más practicados en los laboratorios de todo el mundo.

El conocimiento del contenido de agua es fundamental para comprender las propiedades químicas y físicas de los materiales y determinar la calidad del producto. La determinación del contenido de agua se realiza en diversos tipos de muestras, como 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. Por consiguiente, la titulación Karl Fischer es el método estándar para el análisis de agua en una gran variedad de muestras, según lo especificado por numerosas organizaciones, como la Asociación de Químicos Analíticos Oficiales, las Farmacopeas de Estados Unidos y Europea, ASTM, el Instituto Americano del Petróleo, las Normas Británicas y DIN.

### 2.2.1.1. HISTORIA DE LAS TITRACIONES DE KARL FISCHER

La determinación de agua por titulación de Karl Fischer se basa en la reacción descrita por Bunsen en 1853 en la que el dióxido de azufre es oxidado por yodo en presencia de agua.

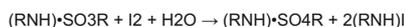


En su artículo de 1935, "Un nuevo procedimiento para la titulación del agua", Karl Fischer presentó una versión modificada de la reacción de Bunsen, adaptada para determinar el contenido de agua en soluciones no acuosas. Sus titulaciones se realizaron en metanol en presencia de un exceso de dióxido de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



Desde entonces, dos avances clave han dado lugar a la descripción actualmente aceptada de la reacción de Karl Fischer. En primer lugar, la piridina actúa como 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 en una estequiometría de 1:1:1:3.



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, alterando la estequiometría de la titulación.

Aunque los disolventes que no contienen alcoholes pueden utilizarse para el análisis de Karl Fischer, también afectan a la estequiometría de la reacción. En ausencia de alcoholes, la reacción se asemeja a la estequiometría de la reacción de Bunsen, donde la proporción de consumo de agua a yodo es de 2:1. En disolventes que contienen alcoholes superiores, pueden observarse proporciones 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 el análisis de rutina por dos razones. En primer lugar, la estandarización del titulante y el análisis de la muestra se llevan a cabo 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 de Karl Fischer están formulados para soportar la estequiometría de la reacción de KF estándar.

### 2.2.1.2. INDICACIÓN VISUAL DE LAS TITULACIONES DE KARL FISCHER

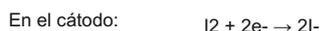
Los métodos visuales, originalmente utilizados por Karl Fischer, tienen una aplicación limitada, requieren un alto grado de habilidad y han quedado obsoletos debido a la indicación electrométrica. Para una indicación visual eficaz, las muestras de titulación deben ser incoloras.

Además, la coloración de la solución varía entre medios de titulación polares y no polares.

Tras el 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 esta adquiere un color amarillo, y finalmente marrón. Es difícil, incluso para un analista experimentado, generar una coloración reproducible del punto final entre titulaciones sucesivas.

## 2.2.1.3. INDICACIÓN ELECTROMÉTRICA DE LAS TITULACIONES DE KARL FISCHER

La indicación biamperométrica y la 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.



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  $\mu\text{A}$ .

La indicación bivoltamétrica consiste en medir el voltaje necesario para mantener un flujo de corriente constante entre los electrodos. Se aplica una pequeña corriente continua o alterna, denominada corriente de polarización ( $I_{\text{pol}}$ ), 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 para ambos métodos trazando la corriente o el voltaje del electrodo contra el volumen de titulante agregado durante la titulación.

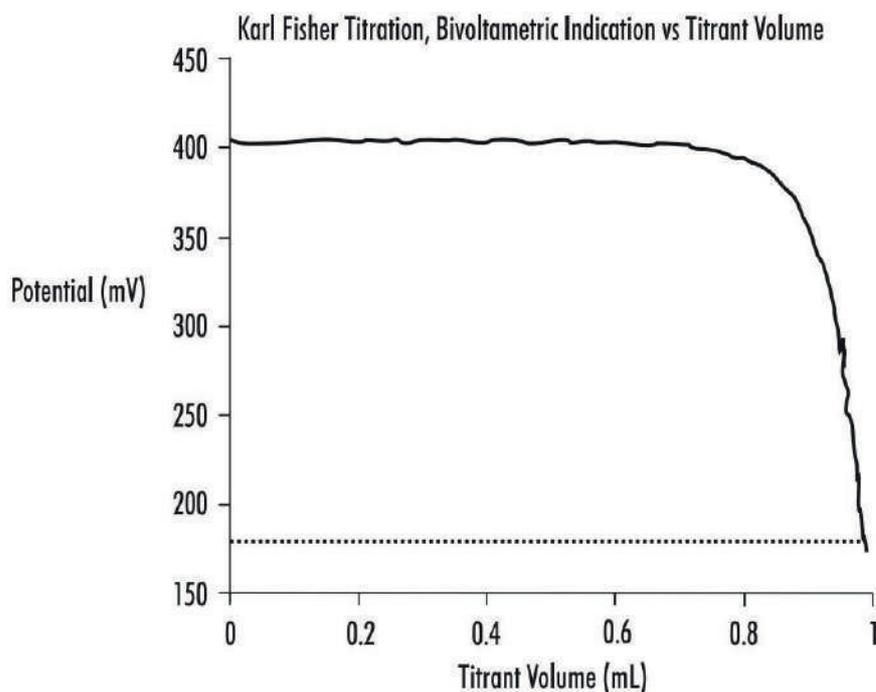


Figura 3

Los métodos electrométricos resultan en una sobretitulación o titulación que supera el punto de equivalencia, donde 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 exactamente igual, y un ligero exceso de yodo 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 titulación. 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 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.

Los indicadores químicos se utilizan a menudo 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  $pK_a$  lo más cercano posible al punto final de la titulación. La región de cambio de color del indicador suele estar  $\pm 1$  unidad de pH alrededor del  $pK_a$ .

La curva de titulación teórica es útil para ilustrar cómo cambiará la solución durante la titulación real y permite la selección adecuada de un punto final o un indicador.

La Figura 4 muestra una curva de titulación tradicional. Esta curva se obtiene graficando el valor de pH en función del volumen de NaOH añadido.

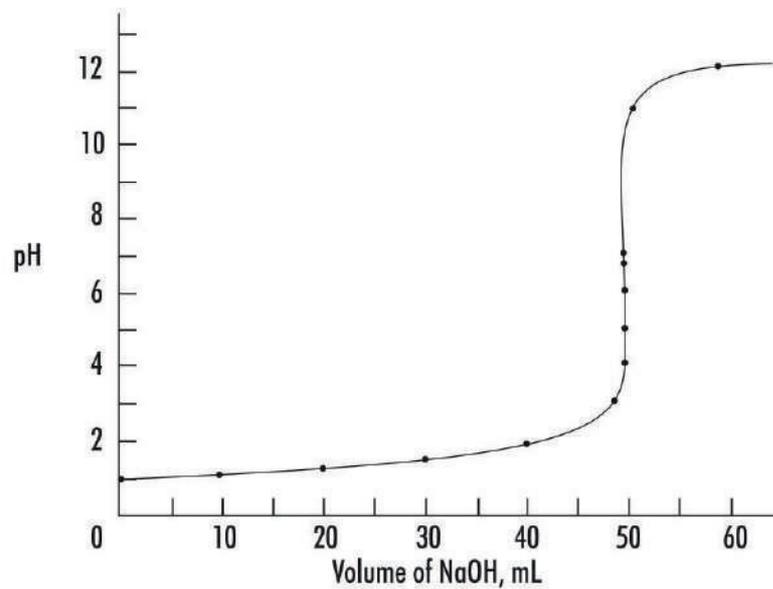


Figura 4

### 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. Tras la reacción de todo el cloruro, 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.

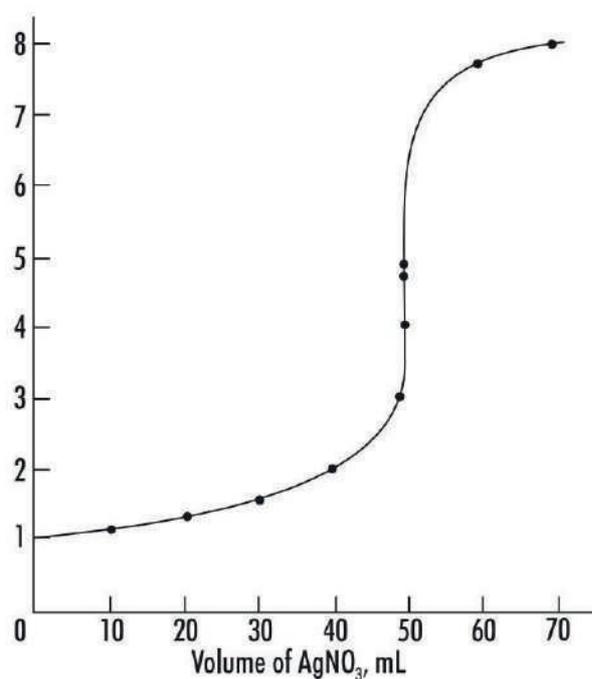


Figura 5

La Figura 5 muestra la titulación de 50 mL de  $\text{NaCl}$  0,1 N con  $\text{AgNO}_3$  0,1 N. La señal potenciométrica proviene de un ISE de cloruro y se representa gráficamente como  $\text{pCl}$  ( $-\log [\text{Cl}^-]$ ).

### 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 con demasiada lentitud 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 tendrá un aspecto similar al de una titulación potenciométrica habitual. Los indicadores de complejación cambian de color al final del ensayo, ya que el titulante consume o compleja todos los iones metálicos.

La curva de titulación parecerá similar a una titulación potenciométrica, cuando se utiliza un electrodo indicador que responde al ion metálico (ver Figura 6).

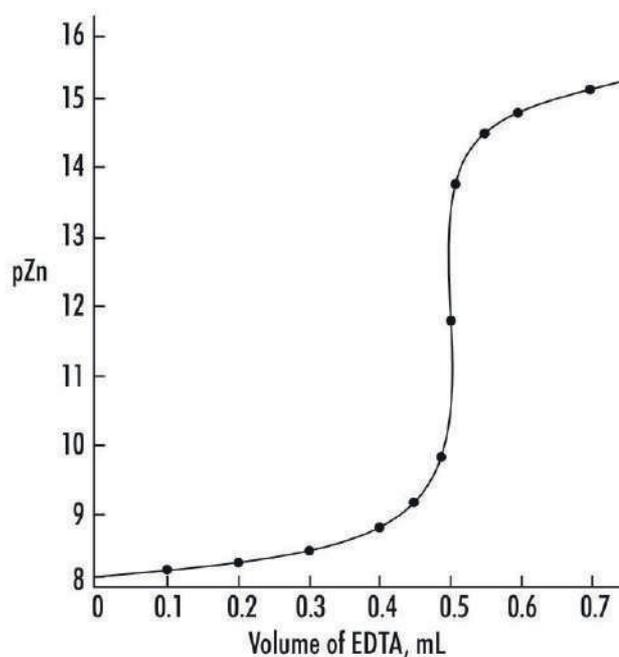


Figura 6

#### 2.2.5. Titulaciones selectivas de iones

La titulación selectiva de iones más popular es la titulación ácido-base. La concentración de iones de 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. Algunos ejemplos de valoraciones ISE incluyen la valoración de fluoruro con un valorante de aluminio utilizando un ISE de fluoruro, de cloruro con nitrato de plata utilizando 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 valorante añadido.

#### 2.2.6. TITULACIONES ÁCIDO-BASE CON DISOLVENTES NO ACUOSOS

Se deben utilizar disolventes no acuosos para valorar ácidos y bases muy débiles debido al efecto nivelador inherente que el agua ejerce sobre todos los ácidos y bases disueltos en ella. Una amplia variedad de ácidos y bases débiles se pueden valorar 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 valorante 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  $pK_b$  de hasta aproximadamente 11, que no se ionizan con agua, pueden titularse en disolventes no acuosos. Estas bases incluyen aminas alifáticas y aromáticas, heterociclos básicos de nitrógeno, sales de metales alcalinos y aminas de ácidos, y muchos otros compuestos básicos orgánicos. La titulación de una base débil con un valorante ácido fuerte requiere un disolvente básico que sea lo más débil posible. El agua y los alcoholes permiten la titulación de bases de fuerza media como las aminas alifáticas ( $pK_b = 4$  a  $5$ ), pero no la titulación de bases más débiles como la piridina ( $pK_b = 8,8$ ). El ácido acético glacial funciona bien 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 suele determinarse potenciométricamente utilizando un electrodo de pH de vidrio, un electrodo de calomelanos modificado o un electrodo de referencia 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.

### 2.2.7. TITULACIONES DE 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 este método pueda analizarse. 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 oxidación-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 "rápido" significa que cada adición de titulante reacciona completamente y el electrodo sensor es capaz de 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 oxidante/reductor. El potencial del electrodo se determina mediante la ecuación de Nernst y se controla mediante la relación oxidante-reductor.

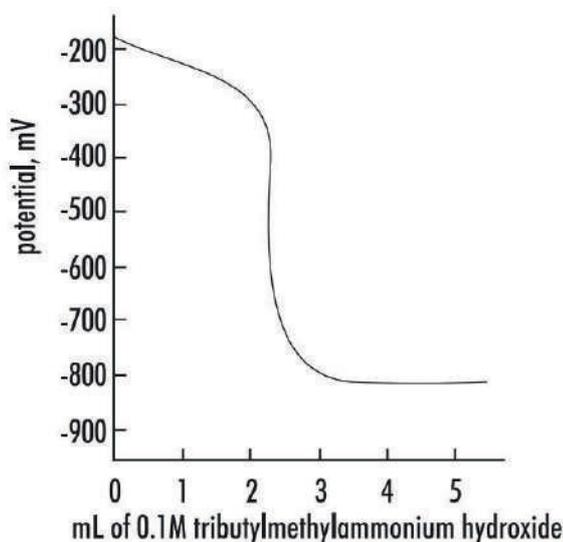


Figura 7

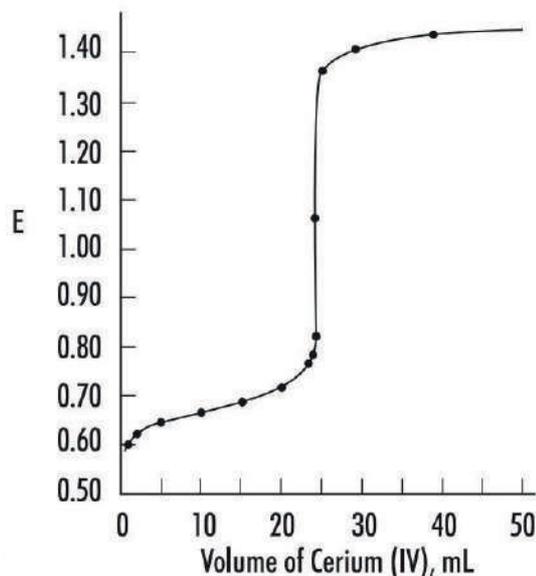


Figura 8

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 permanganato de potasio, cromato de potasio o yodo. Entre los reductores más comunes que se utilizan como titulantes se encuentran el tiosulfato de sodio y el sulfato ferroso de amonio.

Al igual que con las valoraciones 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 exceso considerable de reactivo a la solución de muestra, lo que facilita que una reacción lenta se complete. 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 PUNTO FINAL MÚLTIPLE

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 distinto; 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.

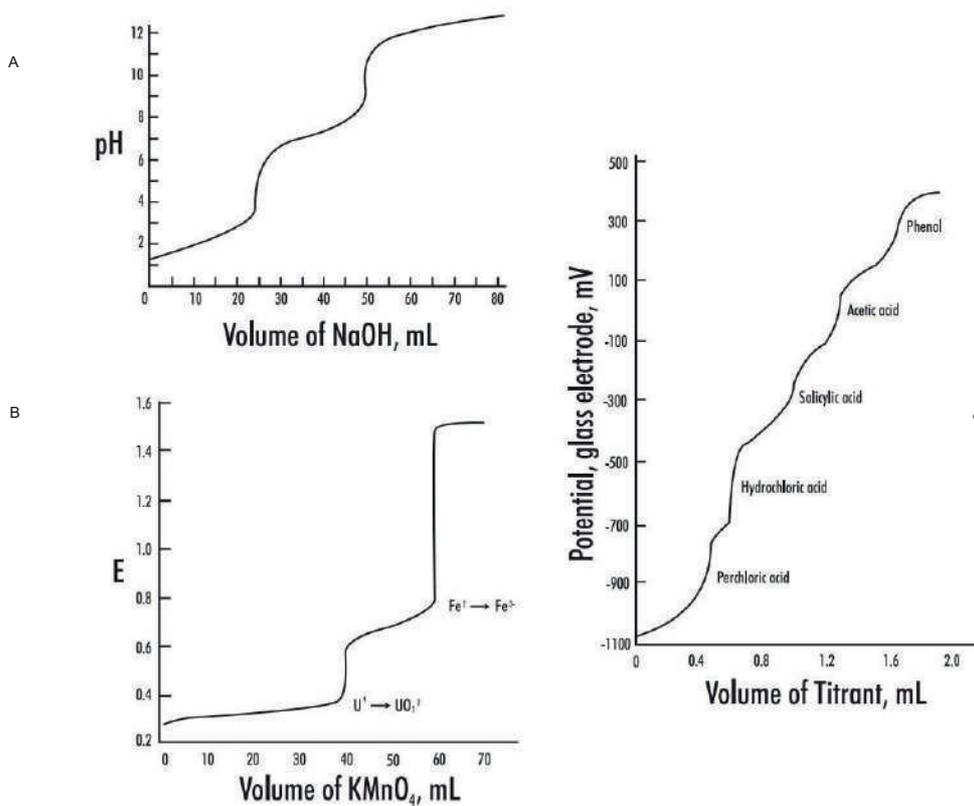


Figura 9

### 3. PROCEDIMIENTO DE TITULACIÓN

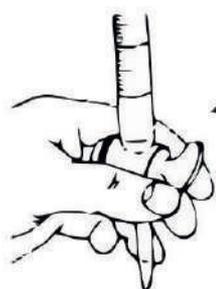
#### 3.1. TITULACIÓN MANUAL

Los aparatos necesarios para la titulación manual incluyen:

- Bureta volumétrica, para una entrega controlada con precisión de titulante al recipiente de reacción
- Un 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
- Un 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 agregar un volumen conocido de muestra al matraz.
- 2) Se añade una solución indicadora o una sonda de instrumento al matraz.
- 3) Se utiliza una bureta para medir la adición de titulante al matraz y dispensarlo de manera controlada.
- 4) Se añade el titulante a través de la bureta hasta que la indicación del método indique el punto final de la reacción.
- 5) La concentración de 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 al final del proceso y calculan la concentración del analito. Son ideales para titulaciones repetitivas y análisis de alta precisión.

Un titulador automático debe contar con un sistema preciso de dispensación de líquidos. En sistemas de alta precisión, como los tituladores de la serie HI900, el sistema de dispensación de líquidos consta de una bureta de jeringa de pistón accionada por un motor paso a paso, capaz de dispensar volúmenes muy pequeños de titulante con precisión, un sistema de válvulas para conmutar entre la entrada y la salida del titulante, 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 se puede utilizar para determinar el punto final de la titulación

Una titulación automática típica

consta de los siguientes pasos: 1) Configure el titulador automático de acuerdo

con las instrucciones del fabricante.

2) Normalmente se utiliza una pipeta volumétrica para agregar un volumen conocido de muestra al vaso de precipitados.

3) Sumerja el agitador de hélice o agregue la barra agitadora al vaso de precipitados y enciéndalo.

4) Inicie la titulación, el titulador se detendrá automáticamente en el punto final y determinará la concentración del analito.

## 4. RESULTADOS DE LA TITULACIÓN

### 4.1. PRECISIÓN

Los factores más críticos para lograr resultados precisos con los sistemas de titulación HI900 son la concentración de la muestra, el tamaño de la muestra y tener un conjunto optimizado de parámetros del método.

### 4.2. REPETIBILIDAD

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

### 4.3. FUENTES DE ERROR

Una de las ventajas del análisis volumétrico es su excelente exactitud y precisión. Las fuentes de error pueden agruparse en muestreo, titulantes 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 las transferencias
- 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 cristalería volumétrica
- Baja pureza de las sales o del agua usada para hacer el titulante y el estándar
- Cristalería sucia o húmeda
- Almacenamiento inadecuado del titulante o estándar que permite la ganancia, evaporación o deterioro de agua
- No estandarizar con frecuencia para ajustar el cambio en el titulante
- No enjuagar los tubos del titulador con un volumen de titulante antes de estandarizar
- Errores de volumen de las pipetas y matraces volumétricos (se requiere cristalería de grado A)
- Errores de balanza al pesar las sales (calibre y verifique la balanza regularmente)

#### 4.3.3. ERRORES DE DISPENSACIÓN

Dispensación incorrecta debido

- a: • Volumen de válvula muerta y válvula con fugas
- Inexactitud en el accionamiento del motor y juego/contragolpe 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 inadecuado para cubrir el electrodo

#### 4.3.4. ERRORES DE REACCIÓN QUÍMICA

- Disolvente o muestra inadecuados, lo que puede provocar reacciones secundarias
- Mala mezcla 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 llega a su fin
- La reacción tiene reacciones secundarias.

#### 4.3.5. ERRORES DE 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.

Hay dos métodos predominantes utilizados para determinar el punto de equivalencia: la primera derivada y la segunda derivada.

El punto de inflexión de la curva de titulación (mV vs. Volumen) se suele considerar el punto de equivalencia. La primera derivada se utiliza a menudo para determinar este punto. El valor máximo de la primera derivada ( $\Delta mV$  vs.  $\Delta V$ ) corresponde al punto de equivalencia teórico. Durante una titulación, es raro encontrar un punto de datos exactamente en el máximo de la primera derivada; este valor máximo se determina interpolando los puntos de datos de la primera derivada.

La segunda derivada ( $\Delta mV$  vs.  $\Delta V$ ) también puede utilizarse para determinar el punto de equivalencia y ofrece ventajas sobre el método de la primera derivada. Las segundas derivadas presentan mayor sensibilidad a puntos de inflexión más pequeños y facilitan la evaluación numérica del punto de equivalencia real. El valor donde la segunda derivada es igual a cero es el punto de equivalencia. La segunda derivada requiere menos puntos ubicados cerca del punto de equivalencia, donde los datos a menudo no se obtienen o no son tan fiables.

Los errores en la determinación del 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 inadecuada en el titulador

## 5. CÁLCULOS

### 5.1. ECUACIONES UTILIZADAS EN LAS TITRACIONES VOLUMÉTRICAS DE KARL FISCHER

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

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

Ejemplo	Concentración de la muestra (% p/p)
V <sub>titrante</sub>	Volumen de titulante (mL)
Título	Título del titulante (mg/mL)
m <sub>muestra</sub>	Masa de la muestra (g)

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

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

Ejemplo	Concentración de la muestra (% p/p)
V <sub>titrante</sub>	Volumen de titulante (mL)
Título	Título del titulante (mg/mL)
V <sub>sample</sub>	Volumen de muestra (mL)
d <sub>sample</sub>	Densidad de la muestra (g/mL)

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

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

Ejemplo	Concentración de la muestra (% p/p)
V <sub>titrante</sub>	Volumen de titulante (mL)
Título	Título del titulante (mg/mL)
Muestra	Volumen de muestra (mL)
d <sub>de agua</sub>	Densidad del agua a la temperatura de análisis (g/mL)

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

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

Ejemplo	Concentración de la muestra (% p/p)
V <sub>titrante</sub>	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 <sub>muestra</sub>	Masa de la muestra (g)

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

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

$C_{\text{sample}}$	Concentración de la muestra (% p/p)
$m_{\text{solvent}}$	Masa de disolvente (g)
$C_{\text{solution}}$	Contenido de agua de la muestra disuelta (p/p)
Muestra	Contenido de agua del disolvente (p/p)
de disolvente	Masa de la muestra (g)

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

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

$C_{\text{sample}}$	Concentración de la muestra (% p/p)
$m_{\text{solvent}}$	Masa de disolvente (g)
Contenido de agua sobrenadante de la muestra disuelta (p/p)	
Disolvente	Contenido de agua del disolvente (p/p)
$m_{\text{muestra}}$	Masa de la muestra (g)

## 5.1.7. CÁLCULO DEL CONTENIDO DE AGUA EN MUESTRAS GASEOSAS

El contenido de agua de los gases normalmente se informa en unidades de  $\mu\text{g/L}$  o  $\text{mg/L}$ .

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

Ejemplo	Concentración de la muestra ( $\text{mg/mL}$ )
Vitrante	Volumen de titulante (mL)
Título	Título del titulante ( $\text{mg/mL}$ )
Caudal de muestra	Caudal ( $\text{L/min}$ )
Duración del flujo	Tiempo de extracción de 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

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

Titulación	Título del titulante ( $\text{mg/mL}$ )
$m_{\text{muestra}}$	Masa de la muestra (g)
$C_{\text{tartrato}}$	Contenido de agua de tartrato (156,6 $\text{mg/g}$ )
Vitrante	Volumen de titulante (mL)

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

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

Titular	Título del titulante (mg/mL)
mmuestra	Masa de la muestra (g)
Cestándar	Contenido de agua del estándar (mg/g)
Vitrante	Volumen de titulante (mL)

## 5.2. ECUACIONES UTILIZADAS EN LAS TITRACIONES

Las principales variables utilizadas para calcular el resultado de una titulación son el volumen de 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 de analito y titulante.

## 5.2.1. CÁLCULO DE MUESTRA POR MASA

$$C_{\text{sample}} = \frac{V_{\text{titrant}} \times C_{\text{titrant}} \times \text{Ratio} \times \text{FW}_{\text{analyte}}}{m_{\text{sample}}} \times 100$$

Ejemplo	Concentración de la muestra (g/100 g)
Vitrante	Volumen de titulante
Titular	Concentración de titulante (eq/L)
Relación	Relación de equivalencia analito/titrante (mol analito/eq titulante)
Muestra de	Peso fórmula del analito (g/mol)
FWanalyte	Masa de la muestra (g)

## 5.2.2. CÁLCULO DE MUESTRA POR VOLUMEN

$$C_{\text{sample}} = \frac{V_{\text{titrant}} \times C_{\text{titrant}} \times \text{Ratio} \times \text{FW}_{\text{analyte}}}{V_{\text{sample}}} \times 100$$

Ejemplo	Concentración de la muestra (g/100 g)
Vitrante	Volumen de titulante
Titular	Concentración de titulante (eq/L)
Relación	Relación de equivalencia analito/titrante (mol analito/eq titulante)
FWanalyte	Peso fórmula del analito (g/mol)
Vmuestra	Volumen de muestra (mL)

### 5.2.3. ESTANDARIZAR EL 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. Se trata, en esencia, de una titulación típica calculada en sentido inverso, donde se conoce la concentración de la solución y se desconoce el titulante.

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

Titular	Concentración de titulante (N)
estándar	Masa del estándar (g)
Relación	Relación de equivalencia valorante/estándar (eq valorante/mol estándar)
Fórmula estándar FW	Peso del estándar (g/mol)
Vitrante	Volumen de titulante (L)

### 5.2.4. ESTANDARIZAR EL TITULADOR POR VOLUMEN

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

Titular	Concentración de titulante (N)
Vestándar	Volumen del estándar (mL)
Cestándar	Concentración del estándar (eq/L)
Vitrante	Volumen de titulante (L)

### 5.2.5. TITULACIÓN EN BLANCO

En una titulación en blanco, se realiza una pretitulación, generalmente con el disolvente utilizado 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.

$$C_{\text{sample}} = \frac{C_{\text{titrant}} \times (V_{\text{sample}} - V_{\text{blank}}) \times \text{Ratio} \times FW_{\text{analyte}}}{m_{\text{sample}}} \times 100$$

Ejemplo	Concentración de la muestra (g/100 g)
Titular	Concentración de titulante (eq/L)
Vmuestra	Volumen de titulante requerido para la muestra (L)
Vblank	Volumen de titulante necesario para el blanco (L)
Relación	Relación de equivalencia analito/titrante (mol analito/eq titulante)
Muestra de	Peso fórmula del analito (g/mol)
FWanalyte	Masa de la muestra (g)

## 5.2.6. TITULACIÓN DE PUNTO FINAL MÚLTIPLE

Algunas titulaciones tienen dos o más puntos finales, cada uno correspondiente al punto de equivalencia de una reacción específica. Las titulaciones con múltiples puntos finales son similares a una titulación en blanco, ya 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.

$$C_{\text{sample1}} = \frac{V_{\text{titrant1}} \times C_{\text{titrant}} \times \text{Ratio} \times \text{FW}_{\text{analyte1}}}{m_{\text{sample}}} \times 100$$

$$C_{\text{sample2}} = \frac{(V_{\text{titrant2}} - V_{\text{titrant1}}) \times C_{\text{titrant}} \times \text{Ratio} \times \text{FW}_{\text{analyte2}}}{m_{\text{sample}}} \times 100$$

$$C_{\text{sample3}} = \frac{(V_{\text{titrant3}} - V_{\text{titrant2}}) \times C_{\text{titrant}} \times \text{Ratio} \times \text{FW}_{\text{analyte3}}}{m_{\text{sample}}} \times 100$$

Ejemplo1	Concentración de la muestra 1 (g/100 g)
Ejemplo2	Concentración de la muestra 2 (g/100 g)
Ejemplo 3	Concentración de la muestra 3 (g/100 g)
Titular 1	Volumen de titulante necesario para alcanzar el primer punto final (L)
Titulación 2	Volumen de titulante necesario para alcanzar el segundo punto final (L)
Titulación 3	Volumen de titulante necesario para alcanzar el tercer punto final (L)
Titular	Concentración de titulante (N)
Relación	Relación de equivalencia analito/valorante (mol analito/eq valorante)
FWanalyte 1	Peso fórmula del analito 1 (g/mol)
FWanalyte 2	Peso fórmula del analito 2 (g/mol)
Muestra de 3 ms	Peso fórmula del analito 3 (g/mol)
de FWanalyte	Masa de la muestra (g)

## 5.2.7. TITULACIÓN POR RETROCESO

La ecuación utilizada en los cálculos de titulación por retroceso también 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 de 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.

$$C_{\text{sample}} = \frac{(C_{\text{titrant1}} \times V_{\text{titrant1}} - C_{\text{titrant2}} \times V_{\text{titrant2}}) \times \text{Ratio} \times \text{FW}_{\text{analyte}}}{V_{\text{sample}}} \times 100$$

Ejemplo	Concentración de la muestra (g/100 ml)
Titular 1	Concentración de valorante 1 (N)
Titular 1	Volumen de titulante 1 (L)
Titular 2	Concentración de valorante 2 (N)
Titulación 2	Volumen de titulante 2 (L)
Relación	Relación de equivalencia analito/valorante (mol analito/eq valorante)
FWanalyte	Fórmula Peso del analito (g/mol)
Vmuestra	Volumen de muestra (mL)

## 6. GLOSARIO

**Ácido** Especie química que puede donar uno o más protones (iones de hidrógeno).

**Titulación ácido-base**

Titulaciones de neutralización estequiométrica, basadas en la reacción que ocurre entre un ácido y una base.

**Actividad.**

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

**Titulación amperométrica**

Titulaciones en las que se utiliza el flujo de corriente entre dos electrodos (a menudo un electrodo metálico y un electrodo de referencia) 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 suelen ser de precipitación.

**Titulador Automático.**

Un instrumento diseñado para realizar una titulación automáticamente. Añade la cantidad adecuada de titulante, determina el punto final y calcula los resultados.

**Titulación por**

**retroceso** Un tipo de titulación en la que se añade una cantidad excesiva de titulante a una muestra, lo que fuerza una reacción lenta a completarse. Luego, el exceso de reactivo se titula nuevamente con un segundo titulante.

**Base**

Especie química que puede aceptar uno o más protones (iones de hidrógeno).

**Indicación biamperométrica** Utiliza

un electrodo de doble clavija de platino para medir el flujo de corriente a través de una solución de titulación.

**Indicación bivoltamétrica** Utiliza

un electrodo de doble clavija 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 través de los elementos de platino del electrodo.

**Bureta**

Pieza cilíndrica graduada de vidrio de laboratorio que se utiliza para dispensar cantidades precisas de solución.

**Ión complejo**

Una especie en la que un ion metálico central está unido covalentemente a uno o más grupos donadores 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 ciclohexilendinitrotetraacético (CDTA).

**Punto final**

El punto en el que se detiene una titulación porque un cambio físico en la solución ha indicado una titulación completada.

Los puntos finales de titulación suelen coincidir con el punto de equivalencia. También se puede utilizar un punto final de valor fijo (pH o mV).

La titulación se detendrá en el punto deseado independientemente de si la titulación está completa.

#### Punto de equivalencia

El punto donde la cantidad de titulante es estequiométricamente igual a la cantidad de analito.

#### Formal

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

#### Análisis gravimétrico

Una determinación cuantitativa de un analito basada en la masa del sólido.

#### Electrodo indicador

Un 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

El punto de una curva de titulación en el que la curva de la segunda derivada cambia de signo.

#### Electrodo selectivo de iones (ISE)

Un electrodo que responde a un ion específico, el potencial del electrodo es proporcional a la concentración o actividad de ese ion en la solución que se mide.

#### Titulación de Karl Fischer

Una titulación que utiliza una reacción química específica para determinar el agua.

#### Titulación manual

Una titulación que se realiza a mano, el analista debe agregar la cantidad adecuada de titulante, determinar el punto final y calcular los resultados.

#### Molar

La concentración de un soluto en una solución.

#### Mol (mol)

Cantidad de una especie química. El peso molecular de una sustancia en gramos equivale a la masa de un mol de dicha sustancia. Un mol equivale a  $6,022 \times 10^{23}$  átomos o moléculas.

#### Monocromador

Un dispositivo que permite que sólo pase un rango estrecho de longitudes de onda separando la luz en diferentes longitudes de onda.

#### Titulación de puntos finales múltiples

Una titulación que hace reaccionar múltiples especies en solución, secuencialmente, utilizando el mismo titulante. La concentración de cada analito puede determinarse a partir de sus respectivos puntos finales.

#### Ecuación de Nernst

La ecuación fundamental que relaciona el voltaje de la celda con la concentración de una solución.

#### Neutralización

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

No acuoso Una  
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 así eliminar el efecto nivelador del agua sobre todos los ácidos y bases disueltos en ella.

Normal

La concentración de una solución que tiene en cuenta cualquier diferencia estequiométrica entre las distintas especies de una solución.

Potencial de oxidación/reducción (ORP)

Voltaje generado en una solución, resultado de la relación entre las especies oxidadas y reducidas. Generalmente se mide potenciométricamente con un sensor de ORP.

Oxidante

La especie que acepta electrones en una reacción redox.

Pipeta

Aparato científico que se utiliza para suministrar volúmenes precisos de líquidos.

Ácido Poliprótico

Ácidos que son capaces de donar más de un protón por molécula de ácido.

Titulación potenciométrica Una

titulación en la que el punto final se determina monitoreando el voltaje de la solución usando 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

La sustancia química añadida en una titulación que provoca que se produzca la reacción dada.

Reacción de reducción-oxidación (redox)

Reacción química en la que se modifica el número de oxidación de los átomos que intervienen. 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 EI

donante de electrones en una reacción redox.

Electrodo de referencia.

Electrodo que proporciona un potencial constante. Se utiliza en combinación con un electrodo indicador, lo que permite medir dicho potencial.

Desviación estándar relativa (RSD)

Medida de la variación relativa en un conjunto de datos. Se calcula dividiendo la desviación estándar entre la media:  $RSD = (\text{Desviación estándar de } X) * 100 / (\text{Media de } X)$

Repetibilidad La

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

Titulación espectrofotométrica Titulación

en la que el punto final está marcado por un cambio en el color y/o la intensidad del color.

#### Estequiometría

La relación cuantitativa de los reactivos y productos en una reacción química.

#### Titulante

La sustancia química añadida en una titulación que provoca que se produzca la reacción dada.

#### Valoración

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 este y el analito.

#### Curva de titulación

Una gráfica 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.



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 la batería previene posibles consecuencias negativas para el medio ambiente y la salud humana. Para más información, contacte con su ciudad, su servicio local de recogida de residuos domésticos, el punto de compra o visite [www.hannainst.com](http://www.hannainst.com).



## Recomendaciones

para los usuarios

Antes de utilizar este producto, asegúrese de que sea totalmente adecuado para su aplicación específica y para el entorno en el que se utiliza. Cualquier variación introducida por el usuario en el suministro es

El equipo puede degradar el rendimiento de los medidores. Por su seguridad y la del medidor, no lo utilice ni lo guarde en entornos peligrosos.

## Garantía

El HI933 tiene dos años 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, contacte con su oficina local de Hanna Instruments. Si está en 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 cargos.

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.

