

Application Bulletin

De interés para:	Química analítica general, química orgánica, industria farmacéutica	P 1, 3, 4
------------------	---	-----------

Determinación de sólidos ácidos y básicos mediante valoración no acuosa

Resumen

El análisis de ácidos y bases es una tarea bien conocida en el campo de la química analítica. Con el presente sistema totalmente automatizado, el usuario sólo tiene que tomar las muestras y pesarlas. ProcessLab lleva a cabo el resto del trabajo de forma autónoma.

Para determinar el contenido de ácidos o bases se utiliza un equipo ProcessLab automatizado. La manipulación de los disolventes necesarios se ejecuta por medio de la bureta y las bombas integradas en ProcessLab. Un lector de código de barras sirve para la identificación de las muestras.

Una determinada cantidad de muestra se pesa y el resultado se envía automáticamente a **tiamo**. En función del tipo de muestra, **tiamo** pone en marcha y lleva a cabo una valoración de ácido o de base con el disolvente no acuoso correspondiente.

Características/información general

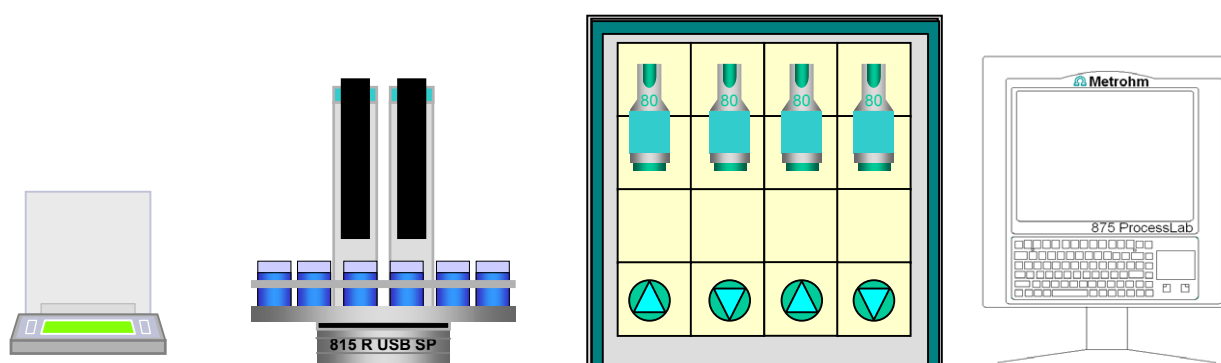
- Determinación de ácidos y bases por valoración no acuosa en un solo sistema
- El lector de códigos de barras realiza una selección automática utilizando códigos de barras predefinidos
- La integración de la balanza facilita la operación y evita errores de entrada de valores
- Este sistema puede utilizarse para determinar el contenido de cualquier material adecuado, por ejemplo materias primas o productos finales
- Los sensores de nivel de líquido opcionales supervisan el nivel de reactivos y solicitan la intervención manual si es necesario.
- Los terminales adicionales del controlador I/O permiten el envío de datos medidos o calculados, por ejemplo el envío de un resultado a un sistema de control de proceso, o bien la recepción de señales externas, como el de un valor de densidad procedente de un densímetro.

Este sistema es sumamente flexible y puede adaptarse fácilmente a cualquier necesidad particular. Si fuera necesario, es posible instalar un armario de reactivos adicional y colocarlo directamente debajo del ProcessLab. Posee suficiente espacio para todos los reactivos y hace el ProcessLab aún más cómodo.

Equipo utilizado (sólo se enumeran las piezas importantes)

- 1 x 2.875.0010; Unidad de base ProcessLab 875, con bisagra a la izquierda, 1 Metrohm Dosing & Measuring Controller (incluyendo IPC, controlador I/O y pantalla TFT/terminal con teclado)
- 2 x 6.7201.000; Amplificador de medida
- 4 x 2.800.0010; Dosino 800
- 2 x 6.3032.220; Bureta 20 mL
- 2 x 6.3032.250; Bureta 50 mL
- 4 x 6.7205.0X0; Bomba peristáltica
- 1 x 2.815.0110; Procesador de muestras Robotic USB 815 XL, 2 estaciones de trabajo y 2 bombas
- 2 x 2.786.0040; Swing Head
- 2 x 6.0229.100; Solvotrode (1 x 6.2312.010 LiCl en EtOH, 1 x 6.2320.000 TEABr en etilenglicol)
- Varias entradas y salidas de datos, p. ej. salida digital o analógica
- Lector de código de barras, USB
- Bidón de reactivos según las necesidades (2.5, 5, 10 y 20 L), incluyendo sensores de nivel de líquido
- Armario de reactivos
- Balanza controlada por **tiamo**

Esquema de la parte húmeda y vista general del sistema





Reactivos

- Reactivo de valoración $c(\text{TBAOH}) = 0.1 \text{ mol/L}$ en 2-propanol/metanol
- Reactivo de valoración $c(\text{HClO}_4) = 0.1 \text{ mol/L}$ en ácido acético
- Disolventes según la muestra, p.ej., ácido acético o acetona
- Tampones pH=4 y 7 para la calibración de los electrodos

Calibración y almacenaje del Solvotrode

- El electrodo necesita ser calibrado periódicamente, p.ej. una vez a la semana.
- Cuando no se utiliza, el Solvotrode se guarda en el electrolito correspondiente.
- En un entorno en el que el ProcessLab funciona 24 horas al día es necesario controlar el electrodo con mayor frecuencia que con un uso normal.

Análisis

Estos parámetros varían en función del tipo de muestra utilizada. Utilice los mismos parámetros para la valoración del estándar y de la muestra.

Procedimiento analítico

La muestra se pesa en un vaso y el resultado se envía automáticamente a **tiamo** pulsando la tecla «Print» (imprimir) en la balanza. A continuación, el usuario escanea el código de barras con el lector y se seleccionará uno de los dos métodos (**tiamo** identifica la cadena del código de barras). En este aspecto el código de barras resulta sumamente útil y hace más fácil el manejo del sistema.

Cuando todas las muestras se han registrado, el sistema se arranca con el botón «Start» (arranque) de **tiamo**. A continuación, ProcessLab realizará la valoración conforme al método seleccionado.

Determinación de sólidos básicos – valoración con HClO_4

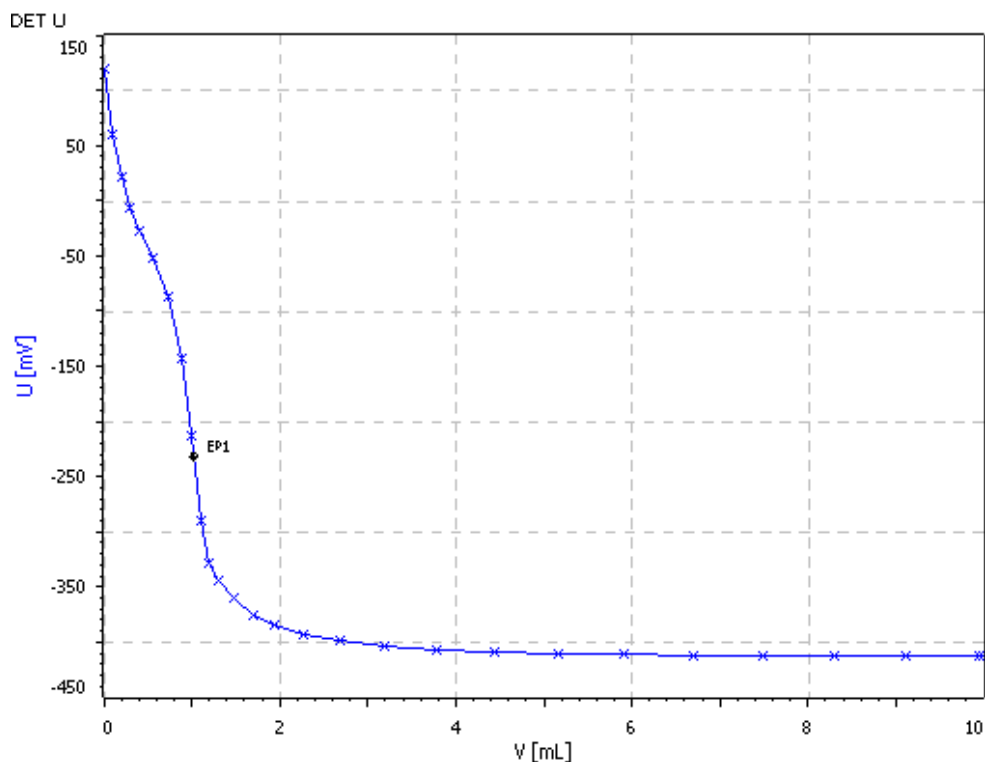
A la muestra se añaden, bajo agitación, 50 mL de ácido acético. Cuando la muestra se haya disuelto, las paredes del recipiente se rocían con ácido acético para que toda la muestra esté recogida. A continuación, si la deriva del valor medido se encuentra por debajo de un determinado límite (en este caso, 3 mV/min), se arranca la valoración y se lleva a cabo hasta el primer punto de inflexión. Después de esto, se vacía y se lava el recipiente. El cabezal se desplazará en este momento hasta la posición de lavado, en la que el electrodo, las puntas y el agitador se lavan. El resultado se utiliza ahora para calcular el contenido de la muestra.

Determinación de sólidos ácidos – valoración con TBAOH

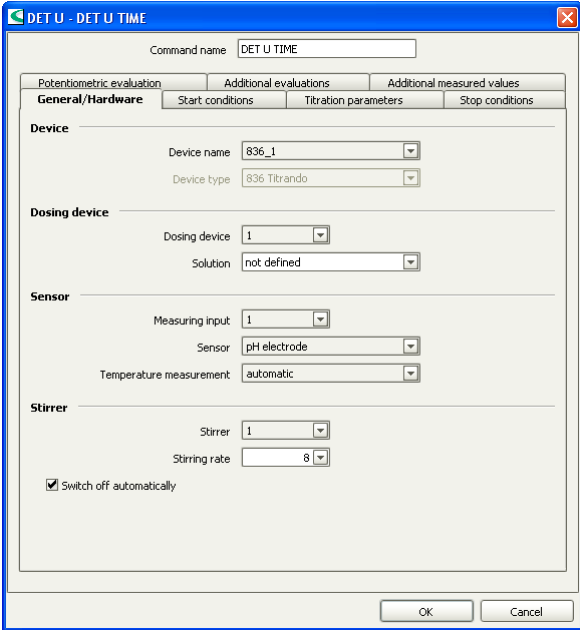
Para disolver la muestra se añaden, bajo agitación, 50 mL de acetona y 20 mL de agua desmineralizada. Las paredes del recipiente se enjuagan con agua desmineralizada para recoger toda la muestra. En el siguiente paso se lleva a cabo la valoración y al finalizársela se lava el recipiente y el cabezal vuelve a la posición de lavado. Al finalizarse el proceso, **tiemo** calcula los resultados y emite un informe.

Ejemplo práctico

Valoración de una sustancia ácida con TBAOH



Parámetros



Command name: DET U TIME

Potentiometric evaluation | Additional evaluations | Additional measured values

General/Hardware | Start conditions | Titration parameters | Stop conditions

Device

Device name: 836_1

Device type: 836 Titrando

Dosing device

Dosing device: 1

Solution: not defined

Sensor

Measuring input: 1

Sensor: pH electrode

Temperature measurement: automatic

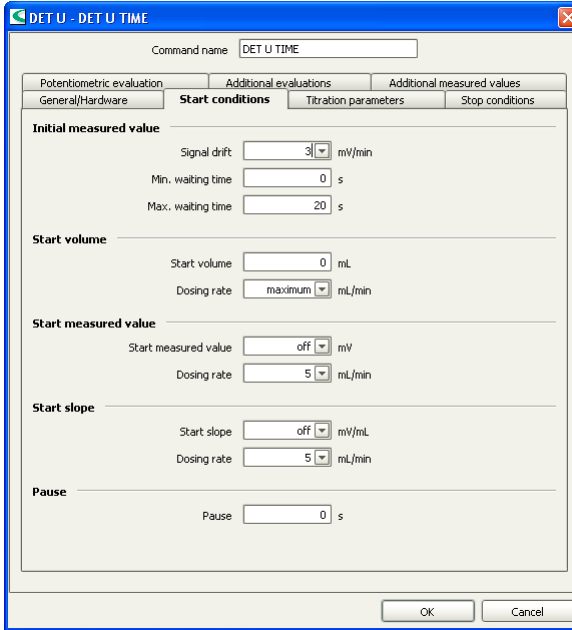
Stirrer

Stirrer: 1

Stirring rate: 8

Switch off automatically

OK Cancel



Command name: DET U TIME

Potentiometric evaluation | Additional evaluations | Additional measured values

General/Hardware | **Start conditions** | Titration parameters | Stop conditions

Initial measured value

Signal drift: 3 mV/min

Min. waiting time: 0 s

Max. waiting time: 20 s

Start volume

Start volume: 0 mL

Dosing rate: maximum mL/min

Start measured value

Start measured value: off mV

Dosing rate: 5 mL/min

Start slope

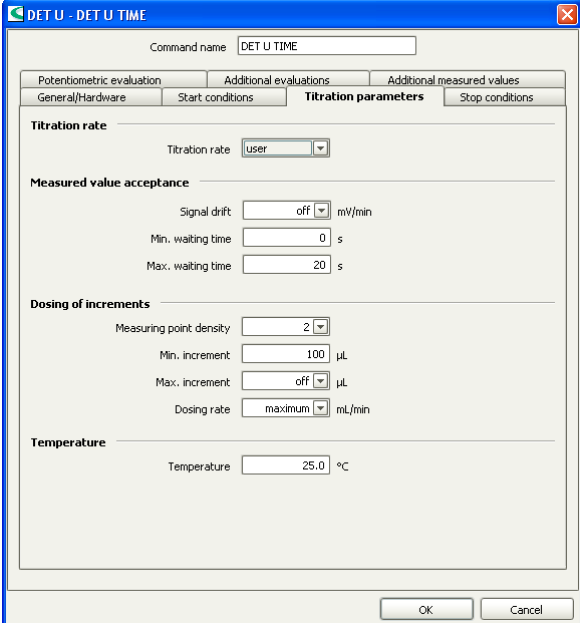
Start slope: off mV/mL

Dosing rate: 5 mL/min

Pause

Pause: 0 s

OK Cancel



Command name: DET U TIME

Potentiometric evaluation | Additional evaluations | Additional measured values

General/Hardware | Start conditions | **Titration parameters** | Stop conditions

Titration rate

Titration rate: User

Measured value acceptance

Signal drift: off mV/min

Min. waiting time: 0 s

Max. waiting time: 20 s

Dosing of increments

Measuring point density: 2

Min. increment: 100 µL

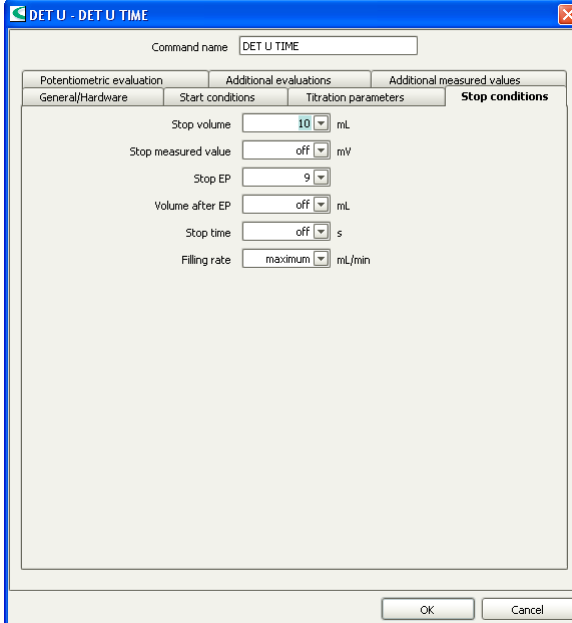
Max. increment: off µL

Dosing rate: maximum mL/min

Temperature

Temperature: 25.0 °C

OK Cancel



Command name: DET U TIME

Potentiometric evaluation | Additional evaluations | Additional measured values

General/Hardware | Start conditions | Titration parameters | **Stop conditions**

Stop volume: 10 mL

Stop measured value: off mV

Stop EP: 9

Volume after EP: off mL

Stop time: off s

Filling rate: maximum mL/min

OK Cancel

Bibliografía

- Bruttel, P. (2001), Non-aqueous titration of acids and bases with potentiometric endpoint indication, monografía Metrohm 8.024.5003 (en inglés)
- Gros, Prof. Dr. Leo, Bruttel, P., von Kloeden, M. (2005) Practical titration, monografía Metrohm 8.029.5003 (en inglés)
- Haider, Dr. C., Electrodes in Potentiometry, monografía Metrohm 8.015.5003