

832 KF Thermoprep

Instrucciones para el uso

Teachware
Metrohm AG
Oberdorfstr. 68
CH-9101 Herisau
teachware@metrohm.com

La presente obra está protegida por la legislación sobre los derechos de autor. Reservados todos los derechos.

Todos los datos de las presentes instrucciones han sido recopilados con la mayor atención. No pueden, sin embargo, excluirse completamente errores. Todas las observaciones sobre el particular deben dirigirse al autor.

1 Introducción

El Metrohm 832 KF Thermoprep, gracias a su fiabilidad y facilidad de servicio, es un equipo de aplicación muy variada. Ha sido concebido exclusivamente para el empleo en fábrica y laboratorio y, por ello, cubre una amplia gama de aplicaciones.

El 832 KF Thermoprep encuentra su aplicación en todo lugar donde se requiera calentar una muestra y/o eliminar la humedad en sustancias sólidas o líquidas.

Combinado con un titulador KF coulométrico o volumétrico, el 832 KF Thermoprep forma el sistema analítico ideal para la definición de agua en muestras que contengan componentes interferentes o que sólo difícilmente segreguen su humedad.

Entre las ventajas decisivas del 832 KF Thermoprep se cuenta la reducción al mínimo de la preparación de la muestra. Gracias al empleo de recipientes de muestras herméticamente cerrados ("Headspace vials"), el relleno de las muestras puede tener lugar directamente in situ. Los septos recubiertos de PTFE garantizan un contenido de agua constante e inalterado incluso tras un prolongado tiempo de permanencia.

1.1 Descripción del equipo




El 832 KF Thermoprep está diseñado para la definición de humedad por el método de horno. La prueba caldeada en el bloque de horno o estufa entrega su humedad como vapor de agua que se conduce a una célula de medición con la ayuda de una corriente de gas. Se encuentra incorporada una bomba destinada a la generación de la corriente de gas. Se dispone de una válvula de admisión para nitrógeno u otro gas inerte. La definición de la humedad puede tener lugar en una célula de medición coulométrica o volumétrica conforme a Karl Fischer.

El 832 KF Thermoprep se distingue por una compacta construcción. Se encuentran ya integrados el bloque calefactor de horno, bomba de aire, regulador de temperatura, flujómetro y regulador del caudal así como frasco de secado.

1.2 Informaciones sobre las presentes instrucciones para el uso

Sírvase leer atentamente las presentes instrucciones para el uso antes de poner en funcionamiento el 832 KF Thermoprep.

En las presentes instrucciones para el uso se utilizan las siguientes notas y pictogramas:

35	Elemento de manejo Las explicaciones sobre los elementos de manejo se encuentran en la página 3 y siguientes.
	Peligro Este símbolo indica un posible peligro de muerte o de lesión y un posible deterioro de equipos o componentes de los mismos por efecto de tensiones eléctricas.
	Peligro/Precaución Este símbolo indica un posible peligro de muerte o de lesión del usuario y un posible deterioro de equipos o componentes de los mismos.
	Atención Este símbolo señala informaciones de importancia. Lea primeramente las advertencias correspondientes antes de proseguir.

1.3.2 Parte trasera

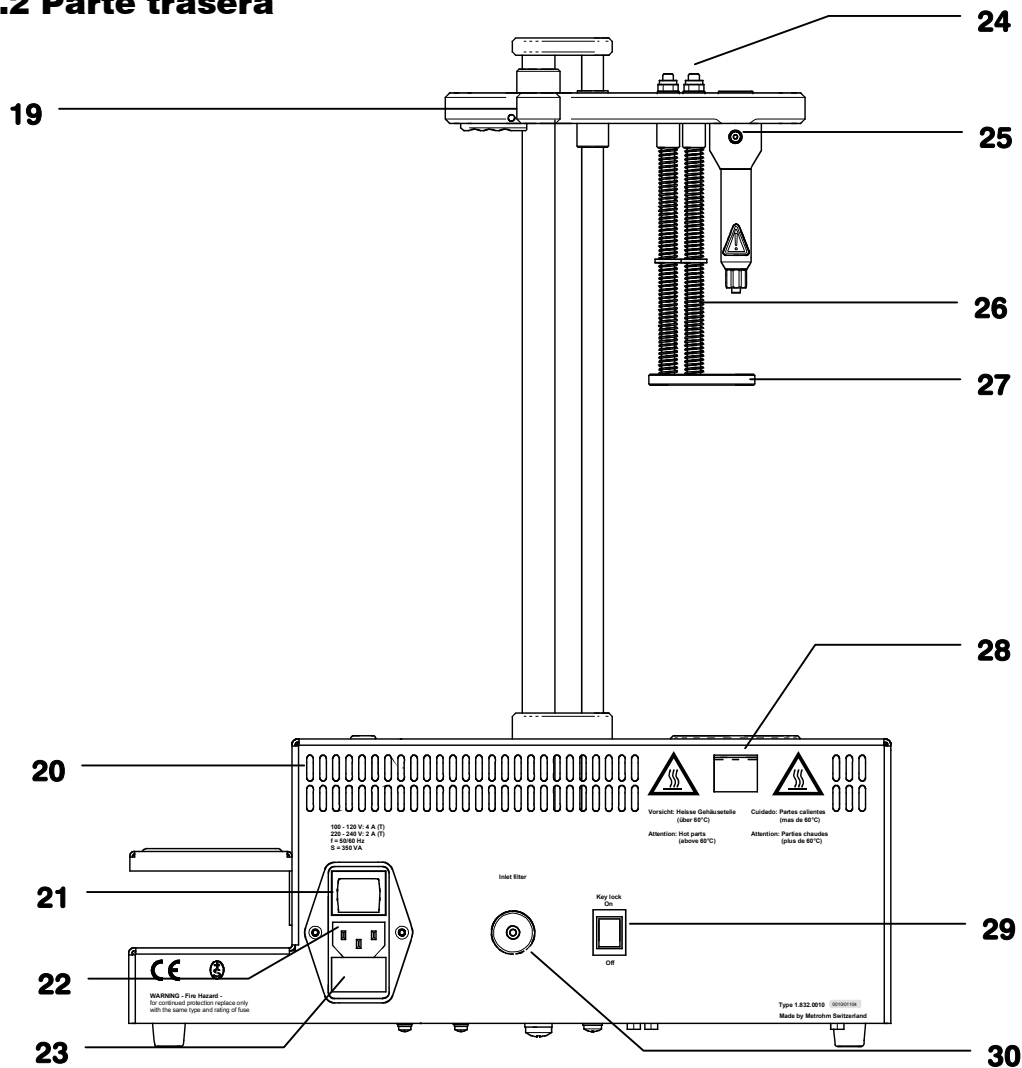


Fig. 2 Vista trasera

19	Conducción de tubo	25	Conexión para el tubo de transferencia
20	Ranuras de ventilación	26	Resorte de guía
21	Interruptor primario	27	Pie de aguja
22	Toma de corriente	28	Evacuación del aire caliente
23	Portafusible	29	Interruptor Keylock (Bloqueo de teclas)
24	Tuercas de ajuste	30	Admisión del aire / del nitrógeno Conexión para filtro de polvo 6.2724.010

3 Instalación

En este capítulo se describe aquello a lo que debería prestar atención al desembalar y poner en funcionamiento el 832 KF Thermoprep. Además, podrá apreciar la forma en la que está estructurado un sistema analítico completo.

La ilustración siguiente facilita una vista sinóptica sobre los equipos periféricos que pueden emplearse en conjunto con el 832 KF Thermoprep:

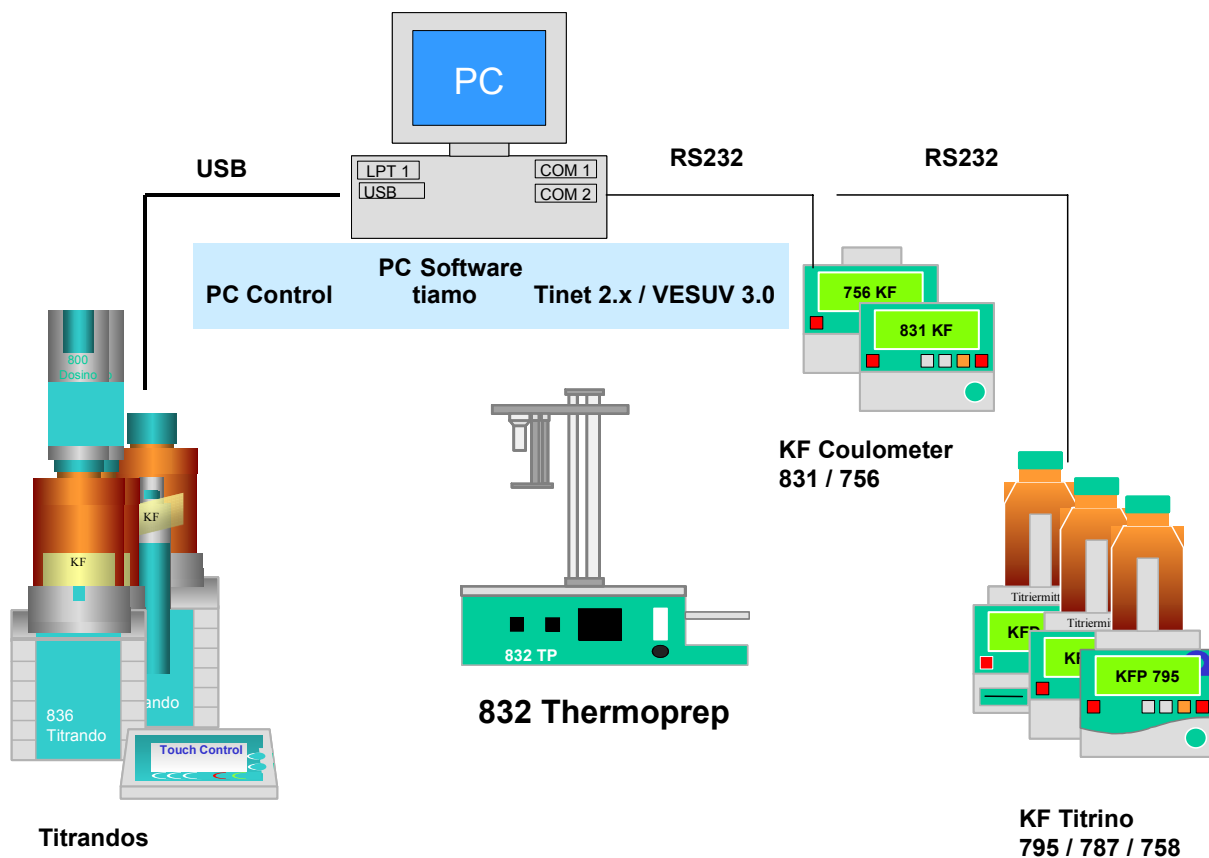


Fig. 5: 832 KF Thermoprep – Equipos periféricos

3.1 Ubicación del equipo

3.1.1 Embalaje

El 832 KF Thermoprep se entrega en conjunto con los accesorios embalados aparte en un paquete especial de características muy protectoras. Conserve estos embalajes ya que sólo ellos garantizan un transporte seguro del equipo.

3.1.2 Controles

Inmediatamente después de la recepción, controle si el envío ha llegado completo y sin daños (compare el contenido con el albarán de entrega y la lista de accesorios expuesta en el *capítulo 8.2*). En caso de daños de transporte, consúltese el *capítulo 8.4.1 'Garantía'*.

3.1.3 Lugar de ubicación

El 832 KF Thermoprep ha sido desarrollado para el servicio en interiores y no debe emplearse en entornos expuestos al riesgo de explosión. Coloque el equipo en un lugar del laboratorio exento de vibraciones y que sea favorable para el servicio, a ser posible, protegido contra atmósferas corrosivas y suciedad generada por productos químicos. Seleccione un lugar donde, normalmente, reinen temperaturas entre +5 °C y +45 °C. El equipo debería protegerse contra intensas oscilaciones de la temperatura y exposición directa a los rayos solares. Preste atención a que las ranuras de ventilación en el aparato estén libres.



Al mudar un equipo frío a un local caliente, en el interior del mismo puede condensar agua de la humedad del aire. Para prevenir deterioros, el mismo no debe conectarse antes de transcurrir una hora como mínimo.

3.2 Toma de corriente



Observe para la toma de corriente las normas expuestas a continuación. ¡Peligro de incendios al hacer funcionar el equipo con una tensión de red erróneamente ajustada y el fusible de red inadecuado!

Ajuste de la tensión de red

Anterior a la primera puesta en funcionamiento del 832 KF Thermoprep, verifique si la tensión de red ajustada (véase la ilustración en la página siguiente) coincide con la tensión presente en la red. Si éste **no** fuese el caso, deberá ajustar la tensión de red de la forma siguiente:

- Desenchufar el cable eléctrico**
Desenchufar el cable eléctrico del conector a red del 832 KF Thermo-
prep.
- Desmontar el portafusibles**
Aflojar con ayuda de un destornillador el portafusibles que se encuen-
tra junto al conector de red y extraerlo completamente.
- Verificar el fusible y recambiarlo**
Sacar cuidadosamente del portafusibles el fusible instalado para la
tensión de red deseada y verificar sus especificaciones (la posición del
fusible en el portafusibles queda identificada por la flecha blanca im-
presa junto a la gama de tensión):

100...120 V, 4 A (de reacción lenta) Metrohm N° U.600.0022
220...240 V, 2 A (de reacción lenta) Metrohm N° U.600.0019
- Colocar el fusible**
Caso de necesidad, recambiar el fusible y colocarlo de nuevo en el
portafusibles.
- Colocar el portafusibles**
Según fuese la tensión de red deseada, colocar el portafusibles de
forma que la flecha blanca junto a la correspondiente gama de tensión
señale hacia la barra blanca que, a la derecha de la misma, se encuen-
tra impresa sobre el portafusibles (véase más adelante).

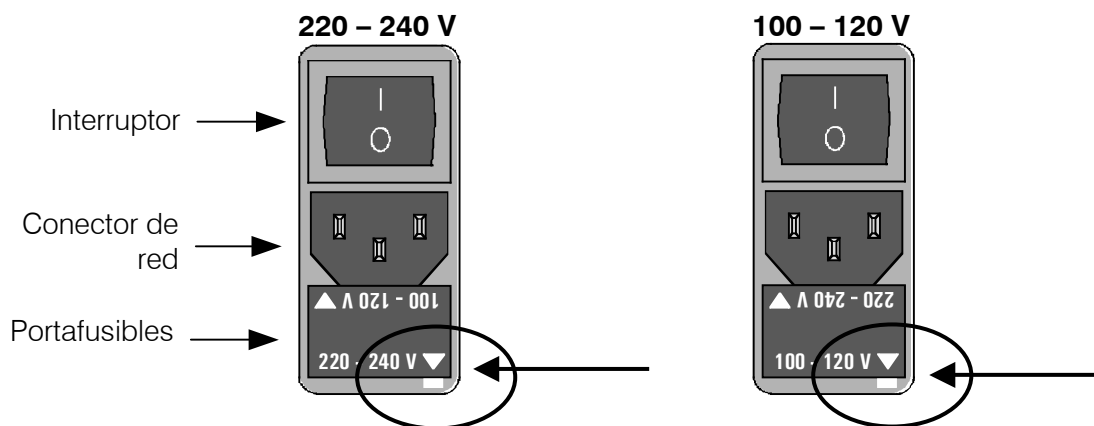
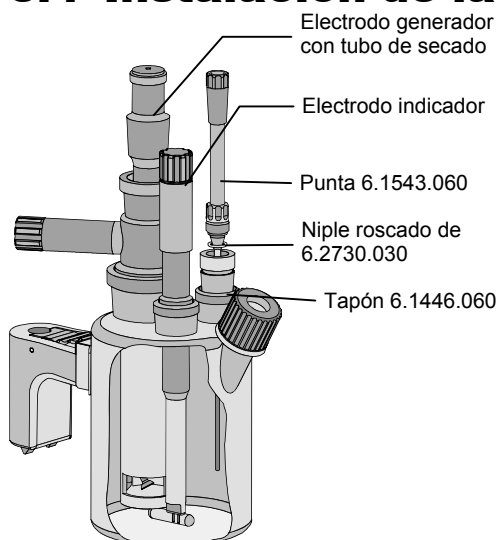


Fig. 6 Portafusibles

3.4 Instalación de la célula coulométrica



La célula coulométrica se instala para la línea de suministro del gas de la forma siguiente:

En la apertura esmerilada NS 14/15 se enrosca en el tapón 6.1446.060 la punta 6.1543.060 con ayuda del niple roscado (niple roscado de 6.2730.030 con anillo toroidal).

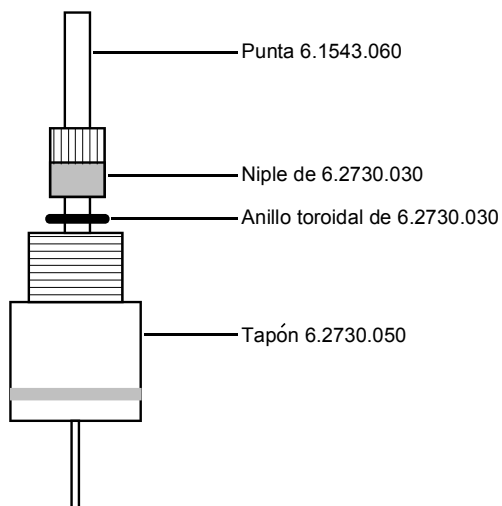
Si se requirieran simultáneamente aspiración y alimentación de gas, la línea de suministro del gas se introduce en la admisión lateral. Para ello se requieren las piezas siguientes:

Punta	6.1543.060
Tapa roscada	6.2701.040
Anillo de empaquetadura	A.254.0104

Fig. 9 Célula coulométrica

Puede suministrarse igualmente un recipiente de titración con 2 entradas laterales:
 N° de referencia 6.1465.320.

3.5 Instalación de un vaso volumétrico de titración



El vaso de titración se transforma para la línea de suministro del gas de la forma siguiente:

En lugar del tapón septo 6.2730.020 se emplea el tapón 6.2730.050 con la punta 6.1543.060. (Niple y anillo toroidal de 6.2730.030 del juego de accesorios del Titrinos.)

Fig. 10 Célula volumétrica KF

4 Servicio

En este capítulo hará los conocimientos básicos para el manejo del 832 KF Thermoprep.

4.1 Colocar y retirar frascos de muestra

Puesto que el horno del 832 KF Thermoprep puede calentarse hasta 250 °C, los frascos se colocan o retiran del horno sólo con la ayuda de la tenaza para cierres septo u otro útil auxiliar. Frascos calientes deberían colocarse sólo sobre superficies resistentes al calor.

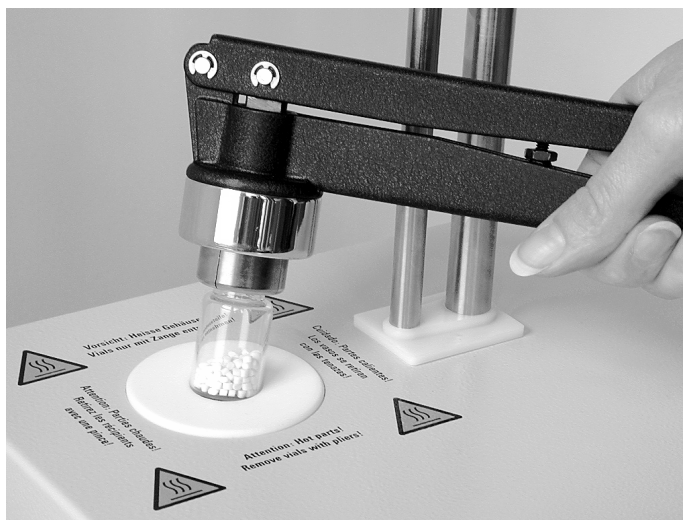


Fig. 11 Tenaza para cierres septo

4.2 Pinchar la aguja

Descienda el cabezal de guía **1** siempre con ambas manos. De esta forma queda garantizado que no pueda lesionarse con la aguja.

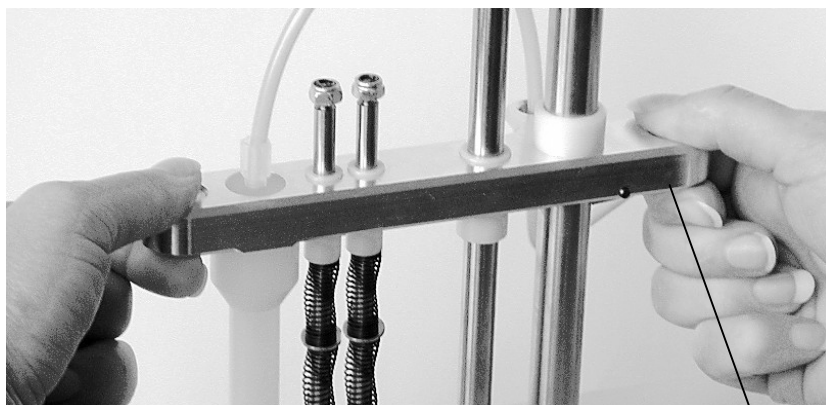


Fig. 12 Soltar el cabezal de guía

Palanca de fijación **11**

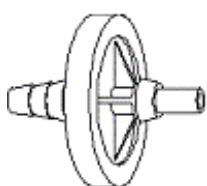
Suelte la palanca de fijación roja presionando fuertemente y desplace hacia abajo con ambas manos el cabezal de guía con la aguja. Perfore con la aguja el septo del frasco y conduzca hacia abajo el cabezal de guía hasta el tope.



Fig. 13 Aguja retraída

4.3 La bomba de aire

El 832 KF Thermoprep está equipado con una potente bomba de aire con la que se traspa a la célula de titración en corriente permanente de aire la humedad extraída de la muestra.



La apertura de admisión del aire **30** en la parte trasera del equipo debe preverse con un filtro de polvo 6.2724.010 a fin de impedir la penetración de partículas de polvo. Cambie el filtro de polvo en el entorno de operaciones de un servicio técnico regular del aparato.

Si debieran procesarse muestras térmicamente inestables que se descomponen fácilmente a temperaturas elevadas, deberá emplearse como gas portador nitrógeno en lugar de aire. Conecte la línea de suministro del nitrógeno a la oliva de tubo del filtro de polvo.

La presión de la línea de suministro del nitrógeno puede ser de 1 bar como máximo.

ducirse en cualquier momento independientemente de que se haya alcanzado o no la temperatura nominal programada.

Observe el indicador verde del valor nominal **32**. El mismo se refiere a la temperatura nominal T1 ó T2 correspondientemente programada. La pulsación prolongada de una tecla de flecha efectúa un cambio más rápido del valor nominal. Los valores nominales modificados los adopta inmediatamente la regulación de la temperatura.

4.4.3 Autooptimización de los parámetros de reglaje

La autooptimización debería activarse sólo cuando desde la regulación de la temperatura no se alcanza la temperatura nominal o la temperatura real oscila en más de 2...5 °C referidos al valor de la temperatura nominal (Oscilaciones).

Preparación

Cree las condiciones más similares posibles a las de una determinación real.

- Ajuste la temperatura nominal (T1 ó T2) a un valor que corresponda al de una determinación real (p. ej., 120 °C).
- Espere hasta que el horno haya alcanzado la temperatura nominal programada.
- Coloque en el horno un vaso de muestra cerrado, relleno con muestra.
- Descienda el cabezal de operación y perforo completamente con la aguja el septo del vaso de muestra.
- Conmute la bomba (o abra la válvula del nitrógeno) y ajuste el caudal del gas a un valor plausible, como el requerido para realizar la titración de una muestra.

Autooptimización

- Inicie el proceso de autooptimización con **EXIT** (¡Pulse la tecla **37** durante 2 segundos como mínimo!).

Durante la autooptimización centellea "tunE" en el indicador **31**. La misma está finalizada cuando cesa el centelleo. Como regla general, la autooptimización dura de 1 hasta 5 minutos. La duración depende de la temperatura seleccionada, es decir, cuanto más alta sea la temperatura tanto más breve es el intervalo.

- Memorice los parámetros de reglaje determinados mediante pulsación de la tecla **EXIT 37** durante 2 segundos.

La autooptimización puede interrumpirse pulsando brevemente la tecla **EXIT 37**.

4.4.4 Función Keylock

El regulador de temperatura puede protegerse contra modificaciones de los ajustes. En la parte trasera del 832 KF Thermoprep puede conmutarse a 'On' el conmutador basculante 'Key Lock' **29**.

4.5.1 Preparación de la combinación de equipos 832 KF Thermoprep - 756/831 KF Coulometer

1. Conmutar el 832 KF Thermoprep. El horno se caldea automáticamente a la temperatura nominal T1 ó T2 programada.
2. Si fuese necesario, modificar la temperatura nominal deseada T1 ó T2 mediante el conmutador de valor nominal.
3. Colocar en el horno un vaso cerrado (Vaso de acondicionamiento).
4. Descender la aguja a tope. Por razones de seguridad, sírvase para ello de ambas manos.
5. Conmutar la bomba de aire (caso de emplear N₂, abrir la válvula de la línea de suministro del nitrógeno).
6. Verificar el caudal de gas en el flujómetro **17** y corregirlo si fuese necesario (Valor nominal: 40...60 ml/min).
7. Iniciar el coulómetro 756/831 KF Coulometer y dejarlo acondicionar.
8. Dejar caldear el horno hasta alcanzar la temperatura nominal y esté acondicionada la célula coulométrica.

4.5.2 Determinación con deducción del valor ciego

Determinar el/los valor(es) en blanco(s)

En el horno debe encontrarse un vaso de acondicionamiento y la aguja debe estar introducida. El flujo de gas está conmutado.

1. Activar en el KF Coulometer un método (p. ej., BLANK) para la determinación del valor en blanco. La media de las determinaciones del valor en blanco debería memorizarse como variable común (Common Variable). Ajustar el tiempo de extracción a 300 s.
2. Iniciar el acondicionamiento en el KF Coulometer (con la tecla **<START>**).
3. Esperar hasta que se haya alcanzado la temperatura nominal y la célula coulométrica esté acondicionada.
4. Iniciar en el KF Coulometer con **<Start>** la determinación del valor en blanco.
5. Desplazar la aguja completamente hacia arriba y sacar del horno el vaso de acondicionamiento con la tenaza para cierres septo.
6. Colocar en el horno con la tenaza para cierres septo un vaso cerrado y vacío (muestra en blanco).
7. Perforar el septo con la aguja y descende la a tope.
8. Tras la determinación, esperar el acondicionamiento posterior y, si fuese necesario, realizar otras determinaciones del valor en blanco, es decir, proseguir con el punto 3.

Determinación de muestras

1. Activar en el KF Coulometer un método para la determinación de la muestra. El valor en blanco mediano, guardado como variable común (Common Variable), debe compensarse con el resultado de la muestra. Ajustar el tiempo de extracción a 300 s.
2. Iniciar el acondicionamiento en el KF Coulometer (con la tecla **<START>**).
3. Esperar hasta que se haya alcanzado la temperatura nominal y la célula coulométrica esté acondicionada.
4. Iniciar la determinación en el KF Coulometer con **<Start>**. Desplazar la aguja completamente hacia arriba y sacar del horno la muestra en blanco con la tenaza para cierres septo.
5. Colocar en el horno con la tenaza para cierres septo el vaso cerrado.
6. Descender la aguja a tope, introducir en el KF Coulometer el peso y confirmar con **<ENTER>**.
7. Tras la determinación, reemplazar el vaso de muestra por uno de acondicionamiento, esperar el acondicionamiento posterior y, si fuese necesario, realizar otras determinaciones.

4.5.3 Determinación sin deducción del valor en blanco

Determinación de muestras

1. Activar en el KF Coulometer un método para la determinación de la muestra. El cálculo de resultados no debe contener ninguna deducción del valor en blanco.
Ajustar el tiempo de extracción a 300 s. Bajo '>preselecciones' | 'llamada peso' debe estar asentado 'val'.
2. Iniciar el acondicionamiento en el KF-Coulometer (con la tecla **<START>**).
3. Esperar hasta que se haya alcanzado la temperatura nominal y la célula coulométrica esté acondicionada.
4. Iniciar la determinación en el KF Coulometer con la tecla **<Start>**.
5. Desplazar la aguja completamente hacia arriba y sacar del horno el vaso de acondicionamiento con la tenaza para cierres septo.
6. Colocar en el horno con la tenaza para cierres septo el vaso de muestra cerrado.
7. Descender la aguja a tope, introducir en el KF Coulometer el peso y confirmar con **<ENTER>**.
8. Tras la determinación, esperar el acondicionamiento posterior y, si fuese necesario, realizar otras determinaciones.

4.6 Notas prácticas

Elección del gas portador

Nitrógeno (N₂) debería emplearse como gas portador siempre que la muestra caliente sea sensible al aire, repect., al oxígeno (Descomposición) y emane sustancias que interfieran con la reacción KF.

Ajuste de la temperatura

Seleccionar la temperatura tan alta como la muestra lo permita (alta temperatura = breve tiempo de análisis). Sin embargo, la muestra no debe descomponerse. Excepto agua, no debe emanar ninguna sustancia oxidable.

La temperatura indicada en el regulador de temperatura indicada se refiere a la temperatura en el bloque calefactor de aluminio y no a la de la muestra. Según fuese el tamaño del frasco y ajuste de la temperatura, la temperatura de la muestra puede diferir hasta en 10%.

Flujo del gas

El flujo del gas se ajusta en el regulador del caudal en la parte delantera del 832 KF Thermoprep y se conduce por la botella secadora. El flujo del gas debería mantenerse lo más reducido posible. En particular, cuando se trata de muestras muy húmedas, debe prestarse atención a que no lleguen demasiado rápidamente al vaso de titración volúmenes de agua demasiado grandes. La solución en la célula debe poder absorber la humedad despedida. Normalmente es óptimo un caudal de 40...60 ml/min.

Al introducir a tope la aguja en el vaso de muestra, la corriente de gas fluye por la muestra y, a continuación, por la aguja de evacuación al vaso de titración, donde se absorbe la humedad.

Tiempo de extracción

En el titulador conectado debería ajustarse un tiempo de extracción de 5 min. como mínimo a fin de prevenir la interrupción de la titración antes de que la muestra haya entregado el agua.

Acondicionar el sistema

Anterior a una medición debe acondicionarse el sistema con un frasco de muestra (Vaso de acondicionamiento) vacío y cerrado.

Literatura

- Hydranal[®]-Manual, Riedel-de Haën
- Los siguientes Metrohm Application Bulletins pueden recabarse gratuitamente:
 - Nº 109 Karl Fischer water determination with the KF drying oven (Determinación KF del agua con el horno de secado)
 - Nº 145 Determination of low water contents in plastics using the KF oven method (Determinación de pequeños contenidos de agua en plásticos)
 - Nº 217 Karl Fischer water determination in pharmaceuticals using the oven method (Determinación KF del agua en fármacos utilizando el método del horno)

5 Notas sobre el mantenimiento

El 832 KF Thermoprep requiere poca conservación. Cuide de no exponerlo a una suciedad o influencias corrosivas excesivas.

- Renueve a tiempo el tamiz molecular usado. Debería cambiar el mismo tan pronto como en la célula Karl-Fischer aparezcan elevados valores de deriva.
- Enjuague de vez en cuando las conexiones de tubo y la pieza del distribuidor. Seque, a continuación, los tubos con todo esmero.
- Limpie la cámara del horno a intervalos regulares.
- Recambie el filtro de polvo en la parte trasera del equipo siempre que fuese necesario.

6 Validación GLP

Anterior a su entrega, cada equipo de la marca Metrohm se somete a un riguroso control de calidad.

GLP (Good Laboratory Practice) exige, entre otros, la comprobación periódica de los equipos analíticos de medición en lo que concierne la precisión y exactitud en base a instrucciones estándar de trabajo (inglés: **Standard Operating Procedure, SOP**).

Literatura recomendada

- Publicación Metrohm " Quality Management with Metrohm " (Gestión de calidad con Metrohm), información detallada sobre los principios y modos de proceder de Good Laboratory Practice .
- Metrohm Application Bulletin 252/1 "Validation of Metrohm titrators (potentiometric) according to GLP/ISO 9001" (Validación de equipos de titración Metrohm conforme a GLP/ISO 9001).
- Homepage de Metrohm
www.metrohm.com – Support – Validation and Quality Management

7 Localización de anomalías

7.1 Tratamiento de errores

Fenómeno observado	Posible causa	Medidas
Los resultados de la titración quedan muy dispersos.	Tamiz molecular de las botellas secadoras agotado.	➔ <i>Recambiar el tamiz molecular. (Si el tamiz molecular en la botella delantera todavía está en orden, puede seguir empleándose esta botella como botella trasera. El tamiz molecular "más fresco" debe encontrarse en la botella delantera.)</i>
	Condensado en el tubo de evacuación.	➔ <i>Secar el tubo. Reducir el flujo del gas. Event., reducir la temperatura.</i>
	Flujo del gas demasiado alto.	➔ <i>Reducir el flujo del gas.</i>
	Muestra no homogénea.	➔ <i>Triturar la muestra antes de pesarla.</i>
	No se ha expulsado toda la humedad.	➔ <i>Programar en el titulador condiciones de desconmutación "más severas": deriva parada más profunda, demora de desconmutación más alta.</i>
	Conexiones de tubo no estancas.	➔ <i>Controlar los tubos y recambiarlos si fuese necesario.</i>
Deriva demasiado alta.	Tamiz molecular de las botellas secadoras agotado.	➔ <i>Recambiar el tamiz molecular. (Si el tamiz molecular en la botella delantera todavía está en orden, puede seguir empleándose esta botella como botella trasera. El tamiz molecular "más fresco" debe encontrarse en la botella delantera.)</i>
	Anillos toroidales de la célula de titración no estancos.	➔ <i>Recambiar los anillos toroidales.</i>
	Tapa septo no estanca.	➔ <i>Recambiar la tapa septo.</i>
Tiempos de titración demasiado prolongados.	Muestra no homogénea.	➔ <i>Triturar la muestra antes de pesarla.</i>

8.3 Accesorios optativos

8.3.1 Vasos para muestras

<i>N° de ref.</i>	<i>Descripción</i>
6.2419.000	Vasos para muestras, 6 mL, 1000 Un.
6.1448.050	Cierres septo para vasos para muestras 6.2419.007, 1000 Un.

Para poder emplear otros vasos para muestras de otras dimensiones, debe cambiarse la pieza de muestra. Para ello, sírvase ponerse en contacto con su representación Metrohm.

Otros accesorios, véase el catálogo Metrohm de accesorios.

