Application Note AN-K-068

Determinación del contenido de agua y titulación ácido-base en paralelo: determinación fiable y reproducible del contenido de agua en paralelo a una titulación potenciométrica acuosa

Determinación fiable y reproducible del contenido de agua en paralelo a una valoración potenciométrica acuosa

La determinación del contenido de agua por titulación Karl Fischer volumétrica es uno de los análisis más importantes en todo el mundo. Mediante un sistema OMNIS compuesto por un OMNIS Titrator y un OMNIS Sample Robot, es posible el análisis completamente automático del contenido de agua en varios productos y matrices. El OMNIS Sample Robot puede realizar varias titulaciones diferentes en paralelo.

En esta Application Note presentamos los resultados de una titulación Karl Fischer volumétrica realizada en paralelo a una titulación ácido-base acuosa en el mismo sistema. El contenido de agua no se ve influido por la titulación acuosa que se realiza en paralelo, lo que permite la combinación de titulaciones potenciométricas y titulaciones Karl Fischer en el mismo sistema automatizado.

MUESTRAS Y PREPARACIÓN DE MUESTRAS

Esta aplicación se demuestra en tartrato de sodio dihidrato certificado con un contenido de agua de 15,71 % ± 0,07 %. No se requiere preparación de muestras.

EXPERIMENTAL

Las determinaciones se llevan a cabo en un sistema automatizado que consta de un OMNIS Sample Robot S con funcionalidad Dis-Cover, un OMNIS Dosing Module y un OMNIS Professional Titrator (equipado con un electrodo de alambre de platino doble para sistemas automatizados para KFT y un dEcotrode plus para valoración ácido-base).

La muestra se pesa en el vaso de muestra, que luego se cubre con la tapa DIS-cover y se coloca en la gradilla. El robot de muestras OMNIS lleva automáticamente el vaso de precipitados a la estación de trabajo y lo descubre justo antes del análisis. Se agrega automáticamente una mezcla de solventes que consta de metanol, imidazol y dióxido de azufre y la muestra se titula con un titulante de un solo componente hasta el punto final.

Paralelamente, se realizó una valoración ácido-base acuosa en una segunda estación de trabajo en el mismo OMNIS Sample Robot.

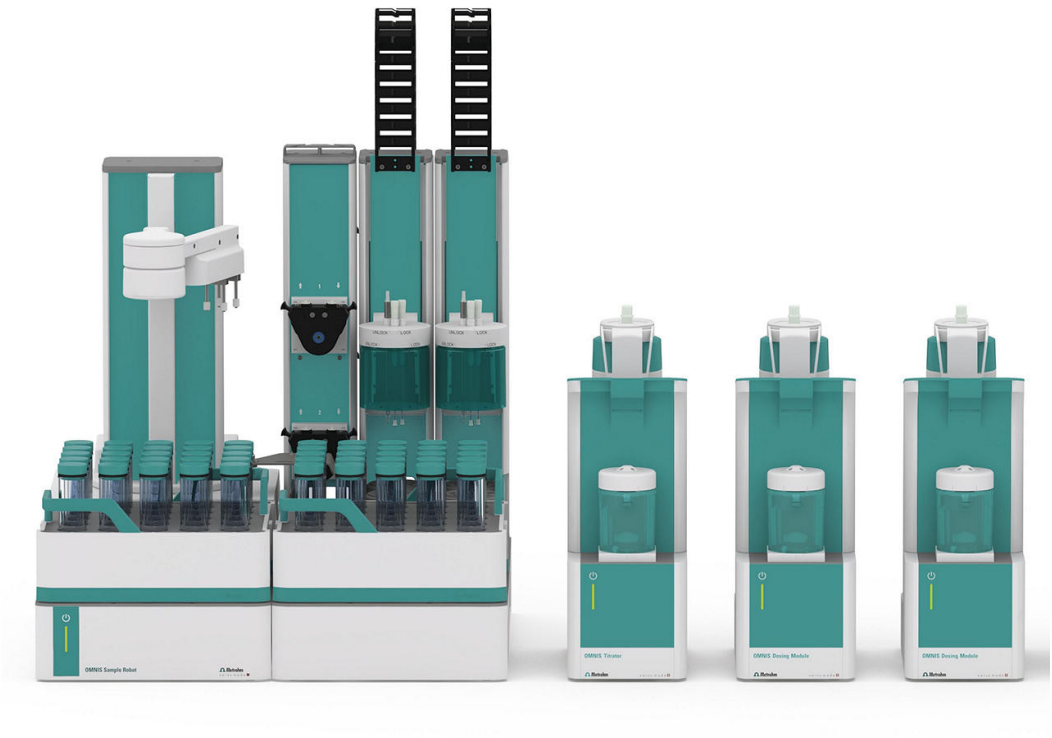

Figure 1. Sistema OMNIS automatizado para la titulación Karl Fischer volumétrica paralela y la titulación ácido-base acuosa que consta de un robot de muestras OMNIS, un módulo de dosificación OMNIS y un Titrator Professional OMNIS equipado con un electrodo de alambre de platino para sistemas automatizados y un dEcotrode plus.

RESULTADOS

Como la atención se centra en la reproducibilidad de los resultados de KF mientras se realiza la titulación ácido-base en paralelo, aquí solo presentamos los resultados de KFT. Se obtienen resultados reproducibles para el contenido de agua. Para el dihidrato de tartrato de sodio analizado se encuentra un contenido de agua de 15,67 % (n = 6, SD(rel) = 0,3 %), que se encuentra dentro del contenido de agua certificado dado.

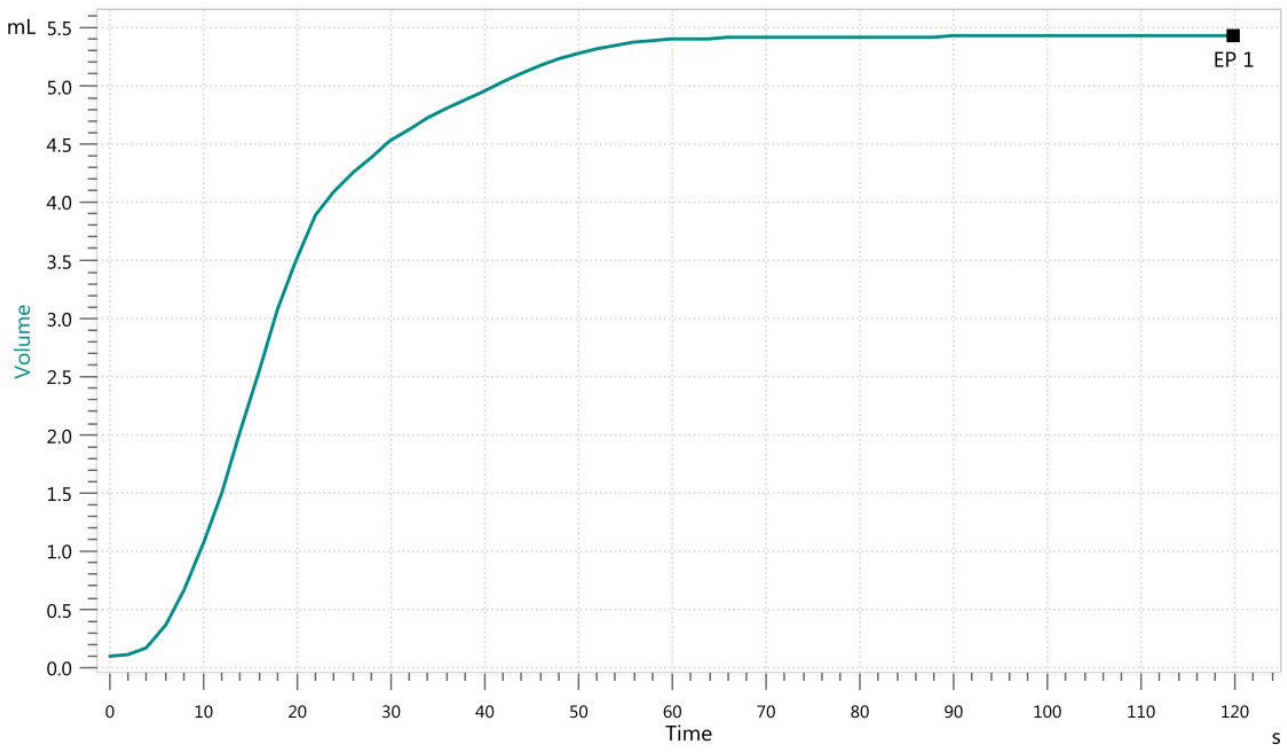

Figure 2. Curva de titulación de la determinación del contenido de agua en tartrato de sodio dihidrato.

CONCLUSIÓN

La titulación Karl Fischer es un método preciso y fiable para la determinación del contenido de agua de una muestra. Este estudio muestra que es posible una determinación paralela del contenido de agua además de la titulación ácido-base acuosa potenciométrica en un sistema OMNIS automatizado.

La determinación potenciométrica no interfiere con la valoración de Karl Fischer.

Es posible una determinación fiable del contenido de agua mientras se realizan titulaciones acuosas en paralelo con la titulación Karl Fischer en el mismo sistema OMNIS.

Internal reference: AW ISE CH-0180-122021

CONTACT

Metrohm Argentina S.A.
Avda. Regimiento de Patricios 1456
1266 Buenos Aires
info@metrohm.com.ar

CONFIGURACIÓN

Módulo principal Pick and Place S

Módulo principal para el montaje de un OMNIS Sample Robot Pick&Place del tamano S. Este módulo contiene el soporte de módulo y de gradilla. Está equipado con un elevador principal y un agarre. Para la ampliación a un Sample Robot funcional se necesitan además de las gradillas de muestra y los dedos de pinza, puesto de trabajo como el módulo Pick&Place o el módulo de bombeo. La selección de estos componentes se realiza de acuerdo con su aplicación.

Módulo Pick and Place

Módulo para el montaje en el soporte de módulo del Pick&Place del OMNIS Sample Robot. Esta puesto de trabajo acoge el vaso de muestra para el análisis. Entre un análisis y otro se limpian y ubican los sensores utilizados en un vaso de almacenamiento del módulo Pick&Place. Si se debe agitar durante el análisis, se debe utilizar en esa estación de trabajo un agitador de varilla independiente.

Módulo de bombeo peristáltico (2 canales)

Módulo para el montaje en el soporte de módulo del Pick&Place del OMNIS Sample Robot. Esta puesto de trabajo está compuesta por una bomba de lavado y una de succión. Se usan para purgar los sensores de un módulo Pick&Place y para vaciar el vaso de muestra después del análisis, antes de que vuelva a ser colocado en la gradilla.

OMNIS Rod Stirrer Sample Robot

Agitador de varilla para la conexión directa al OMNIS Sample Robot con cable de montaje fijo (2,5 m).

OMNIS Professional Titrator sin agitador

OMNIS Titrator, innovador, modular y potenciométrico para la titulación a punto final y la titulación a punto de equivalencia (monótona/dinámica). Gracias a Liquid Adapter con tecnología 3S, este titulador resulta más seguro que nunca para el manejo de productos químicos. El titulador se puede configurar libremente con módulos de medida y unidades de cilindro y, si es necesario, se le puede anadir un agitador. Incluye la licencia funcional "Professional" para la titulación en paralelo con módulos de titulación o dosificación adicionales.

- Control a través de ordenador o red local
- Posibilidad de conexión de hasta 4 módulos de titulación o dosificación más para otras aplicaciones o soluciones auxiliares
- Ampliable con agitador magnético y/o agitador de varilla
- Diferentes tamanos de cilindro disponibles: 5, 10, 20 o 50 mL
- OMNIS Liquid Adapter con tecnología 3S: manejo seguro de productos químicos, transferencia automática de los datos originales del reactivo del fabricante

Modos de medida y opciones de software:

- Titulación a punto final: licencia funcional "Basic"
- Titulación a punto final y titulación a punto de equivalencia (monótona/dinámica): licencia funcional "Advanced"
- Titulación a punto final y titulación a punto de equivalencia (monótona/dinámica) con titulación quíntuple en paralelo: licencia funcional "Professional"

OMNIS Dosing Module sin agitador

Módulo de dosificación para la conexión de un titulador OMNIS para incluir una bureta adicional de titulación/dosificación. Se puede ampliar con un agitador magnético o de varilla para su uso como stand de titulación independiente. Libre selección de la unidad de cilindro con 5, 10, 20 o 50 mL.

Tapa KF Dis-Cover para vaso de muestra OMNIS de 120 mL, 16 unidades

Tapa con juntas para titulación Karl Fischer volumétrica en vasos de muestra 6.01400.200, 6.01400.300 y 6.01400.303 en el sistema OMNIS Sample Robot Pick&Place.

Gradilla de muestras OMNIS, 16 x 120 mL, (PP)

Gradilla de muestras OMNIS para la función Pick&Place del OMNIS Sample Robot apta para 16 vasos de muestra. Se pueden utilizar los siguientes vasos de muestra: 6.01400.200, 6.01400.300, 6.01400.303.

Plástico: polipropileno (PP)

Unidad del cilindro OMNIS de 20 mL

Unidad de cilindro inteligente de 20 mL para un OMNIS Titrator, módulos de titulación o módulos de dosificación. Se incluyen tubos de dosificación y punta antidifusión.

OMNIS

A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

Licencia "Stand-Alone" de OMNIS

Habilita el modo "Stand-Alone" del software OMNIS en un ordenador con WindowsTM.

Características:

- Se incluye una licencia de los aparatos OMNIS.
- Debe activarse en el portal de licencias de Metrohm.

OMNIS
A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

OMNIS Stand-Alone: 1 licencia de aparato

1 licencia de aparato para la operación de un aparato OMNIS adicional para OMNIS Stand-Alone.

Compatible con los siguientes aparatos:
- Aparatos OMNIS
- Aparatos USB de Metrohm
- Aparatos RS-232 (p. ej., una balanza)

OMNIS
A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

Licencia funcional KFT con acondicionamiento

Licencia funcional para la titulación Karl Fischer volumétrica con acondicionamiento para un sistema de titulación OMNIS.

Electrodo de doble hilo de platino para cambiadores de muestras (cable fijo)

Electrodo indicador (diámetro = 5,3 mm, cable fijo de 2 m) que se utiliza para la titulación Karl Fischer volumétrica automatizada.

dUnitrode con Pt1000

Electrodo pH combinado digital para OMNIS con sensor de temperatura Pt1000 integrado. Es especialmente apto para:
- Medidas de pH y titulaciones en muestras difíciles, viscosas o alcalinas
- Medidas a temperatura elevada
- Para medidas a largo plazo

El diafragma esmerilado fijo es resistente a la contaminación.
Electrolito de referencia: c(KCl) = 3 mol/L, almacenamiento en una solución de conservación.
Alternativamente: electrolito de referencia para medidas a T>80 °C: Idrolyte, conservación en Idrolyte.
Los dTrodes se pueden utilizar en OMNIS Titrator.