



Application Note AN-K-072

4433 HYDRANAL™ NEXTGEN Coulomat AG-FI: Medidas de prueba mediante el reactivo libre de imidazol para la titulación Karl Fischer coulométrica

Mediciones de prueba con reactivo sin imidazol para la titulación
culombimétrica de Karl Fischer

La constante de reacción de la reacción de Karl Fischer depende del valor del pH. Por lo tanto, los reactivos de Karl Fischer contienen sustancias tampón para garantizar un pH estable y, por lo tanto, una reacción estable. El imidazol se usa ampliamente como tampón en los reactivos KF.

En 2012, la Unión Europea seleccionó el imidazol para la evaluación de sustancias con el fin de aclarar si

constituye un riesgo para la salud humana o para el medio ambiente. En 2015, el imidazol se clasificó como sustancia CMR y se añadió la declaración H360D (puede dañar al feto).

Desde entonces ya se pueden comprar otros reactivos libres de imidazol. Esta Application Note resume las medidas de prueba con 34433 HYDRANALTM NEXTGEN Coulomat AG-FI.

MUESTRAS Y PREPARACIÓN DE MUESTRAS

Se utilizaron tres estándares de agua diferentes:

1. 34828 Estándar de agua HYDRANALTM 1.0
2. 34446 Estándar de agua HYDRANALTM 0.1 PC
3. 34748 Horno KF estándar de agua HYDRANALTM 220–230 °C

Los estándares de agua líquida se aspiraron en una jeringa y se inyectaron directamente en la celda de titulación. El estándar de horno se vertió en un vial de muestra y se cerró con una tapa con septo.

EXPERIMENTO

Se realizaron una serie de mediciones ($n = 6$) con los dos estándares líquidos (1 y 2; varios tamaños de muestra entre 0,5 y 2,9 g) utilizando un electrodo generador sin diafragma. Las medidas se repitieron utilizando un electrodo generador con diafragma. El

compartimento del cátodo se llenó con 5 ml de 34840 HYDRANALTM Coulomat CG. Además, una determinación de 6 veces con el horno estándar (3; varios tamaños de muestra entre 50 y 70 mg) se llevó a cabo a una temperatura de horno de 230 °C.

RESULTADOS

Las siguientes tres tablas enumeran los resultados de

las mediciones.

Tabla 1. Resultados de las medidas ($n = 6$) utilizando un electrodo generador sin diafragma.

Norma	Recuperación	s(abs)	s (rel)
1 (1000ppm)	100,1%	0,056%	0,06%
2 (100ppm)	104,9%	0,654%	0,62%

Tabla 2. Resultados de las medidas (n = 6) utilizando un electrodo generador con diafragma.

Norma	Recuperación	s(abs)	s (rel)
1 (1000ppm)	100,9%	0,298%	0,30%
2 (100ppm)	104,1%	1,446%	1,41%

Tabla 3. Resultados de las medidas (n = 6) utilizando un electrodo generador con diafragma.

Norma	Recuperación	s(abs)	s (rel)
3 (5,55%)	99,29%	0,325%	0,33%

CONCLUSIÓN

Los resultados muestran que utilizando el reactivo sin imidazol se obtienen resultados precisos y reproducibles.

Las recuperaciones están dentro del rango esperado de 97–103 % (1000 ppm y porcentaje de agua; estándares **1** y **3**) y 90 a 110% (100 ppm de agua; estándar **2**). Debido al menor contenido de agua del

estándar de 100 ppm **2**, las desviaciones estándar relativas y absolutas son más altas en comparación con el estándar de 1000 ppm **1**, pero en un rango aceptable.

No es necesario adaptar los parámetros del método. Se pueden utilizar los parámetros predeterminados.

CONTACT

Metrohm Hispania
Calle Aguacate 15
28044 Madrid

mh@metrohm.es

CONFIGURACIÓN



OMNIS
A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

OMNIS Titrator KF

El OMNIS Titrator KF le ofrece el paquete completo para la titulación Karl Fischer volumétrica. El paquete incluye el OMNIS Basic Titrator con agitador magnético para la titulación potenciométrica de punto final, la licencia funcional KFT con acondicionamiento, el OMNIS Solvent Module y los accesorios completos para la titulación Karl Fischer volumétrica.

Benefíciase de una facilidad de uso única con el inicio de titulación automático después de la adición de muestras y la máxima seguridad gracias al manejo sin contacto de los reactivos con el 3S-Liquid Adapter y el OMNIS Solvent Module.

Licencia "Stand-Alone" de OMNIS

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

Características:

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