

Valoración Karl Fischer como Método de Referencia para la Determinación Automatizada del contenido de Agua

Principio:

El nuevo procesador automatizado de muestras VA-236II asociado al detector Culombimétrico CA-310 supone un concepto renovado en la determinación automatizada de agua.

El agua presente en la muestra se extrae mediante una corriente de nitrógeno seco por el efecto térmico al estar introducido en un horno vertical, resultando transferido al recipiente de Valoración donde se efectúa la Valoración Karl Fischer Culombimétrica.

El método tradicional del horno tubular horizontal VA-300 se mantiene constituyendo el principio analítico para el desarrollo de este sistema.

Cuatro razones para recomendar reactivos KF MITSUBISHI Aquamicron®

- 1) línea de producto.
- 2) Componentes baja toxicidad
- 3) Funcionalidad
- 4) Satisfacción generalizada

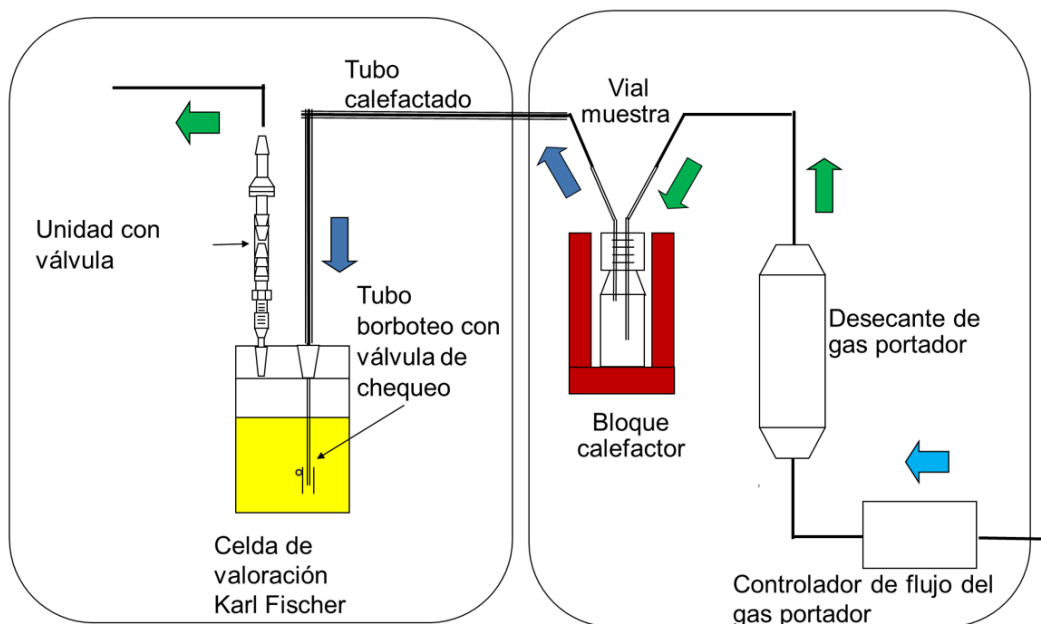
farmaceuticos	Farmaceuticos	Volumétrico	humedad > 1%	SS-Z/GEX, OLX, KTX
Alimentos	Azucares y condimentos			SS-Z/SU, OLX, GEX
Electrónica	Tintas impresión Material de imágenes			SS-Z/GEX, OLX
Petroquímica	Petróleo y sus derivados	Culombimétrico	Humedad < 1 %	AX/CXU, AKX/CXU
Inorgánicos	Metales y sustancias simples			AX/CXU, FLS (Método Vaporizador)
Resinas	Plásticos			AX/CXU, AXI (Método Vaporizador)



Lo realmente nuevo es que las muestras ya no se pesan en las navcillas sino en sus propios viales sellados individuales que son colocados en el rack de muestras automatizado. Cuando la muestra es procesada el vial de muestra se desplaza a la posición de trabajo donde una doble aguja penetra a través del septum que sella el vial a través de las cuales discurre una corriente de nitrógeno seco arrastrando la Humedad vaporizada hasta el recipiente de Valoración.

Nittoseiko Analytech

Esquema del sistema analítico de la determinación automatizada de Humedad.



El sistema automatizado para la determinación de agua ofrece unas ventajas claras frente al vaporizador manual:

- Aumenta la capacidad analítica sin intervención del operador.
- Ahorro de tiempo considerable.
- Reduce la manipulación de la muestra.
- La disposición de muestras en viales sellados evita la contaminación de las mismas por Humedad externa.
- La preparación se reduce a la pesada de las muestras y su sellado.
- No existe contaminación de la celda de Valoración esto significa que los reactivos duran más y se evitan posibles efectos memoria.

Nittoseiko Analytech

- Las condiciones analíticas son idénticas y reproducibles para todas las muestras lo que mejora la reproducibilidad de resultados.
- El sistema permite la programación de rampas y perfiles de temperatura.
- El diseño mejorado ha optimizado el Volumen del vial, esto permite el análisis de muestras inestables a muy bajas temperaturas.
- La monitorización continua del sistema analítico con patrones a lo largo de las series analíticas.
- El límite de Detección y la Precisión de los resultados depende solo del coulombimetro utilizado.

Multiplicidad de aplicaciones:

El vaporizador automático VA-236II puede utilizarse con todas las muestras que liberan su Humedad mediante calentamiento. El gas seco dispone de una elevada capacidad de extracción de Humedad que, aunque no pasa a través de la muestra circula a través de todo el sistema obteniendo la liberación cuantitativa de la Humedad incluso a bajas temperaturas.

La naturaleza de la muestra no afecta a la efectividad del muestreador permitiendo el análisis de sólidos y líquidos viscosos. Permite efectuar gradientes de temperatura y registrar la salida de agua como función de la temperatura lo que permite obtener conclusiones de cómo el agua esta enlazada.

Una Plataforma global que usted define como función de sus necesidades.



Crudo, aceites y derivados del Crudo:

El agua y su concentración afectan en gran medida sobre las propiedades de estos productos, a nivel de trazas en caso de aceites de transformador pueden eliminar su efecto aislante resultando crítico por ello.

La determinación Karl Fischer Coulombimétrica directa de estos productos genera muchos problemas dado que los productos resultan difícilmente solubles en los reactivos Karl Fischer al estar constituidos en su mayor parte por hidrocarburos de cadena larga.

Soluciones
para quienes
mueven el mundo

c/ Penedés, 46
08820 El Prat de Llobregat
Barcelona - Tel. +34 934 787 161
barcelona@instru.es

c/ Isabel Colbrand, 10
Nave 89 - 28050 Madrid
Tel. +34 913 588 879
madrid@instru.es



www.instru.es

www.instru-nittoseikoanalytech.es

Nittoseiko Analytech

La baja conductividad de los aceites interfiere en la indicación electroquímica de las valoraciones directas.

Si las muestras se inyectan directamente en la celda de Valoración las paredes de la celda y los electrodos se contaminan generando sobrevaloración y debiendo limpiarlos asiduamente con el consiguiente consumo de tiempo y reactivos.

Los crudos petroquímicos contienen aditivos que son oxidantes y consumen Yodo y pueden simular un exceso de contenido de Humedad. Todo ello obliga al análisis de aceites mediante extracción indirecta para prevenir y evitar todas estas reacciones.

El horno tubular VA-210 resulta una alternativa coherente y menos sofisticada para estos análisis.



Plásticos:

La calidad de los plásticos en muchos casos depende de la calidad de la granza al ser procesada. En la fabricación de films la Humedad puede dar lugar a la formación de burbujas no deseadas reduciendo la calidad del producto. Este tipo de matriz permite el análisis directo de Humedad en muy pocos casos.

La extracción de Humedad de la granza precisa elevadas temperaturas y los Contenidos de Humedad normalmente son muy bajos. La vía analítica más utilizada es la indirecta mediante calentamiento combinado asociado a Vaporizador y Culombímetro.

El nuevo sistema automatizado permite este análisis de un modo más fácil con posibilidad de rampas de temperatura para la obtención de la temperatura óptima para cada plástico (70- 300 °C), con el registro de salida de agua de acuerdo al tiempo y a la temperatura.

La cantidad de trabajo preciso para la optimización y la validación de un método se reduce, adicionalmente puede reducirse el tiempo analítico si se eleva la temperatura por encima del punto de fusión de los plásticos. Las reacciones interferentes que tienen lugar por oxidación y descomposición en el caso de poliamidas a temperaturas de 120 °C pueden eliminarse mediante el uso de Nitrógeno como gas portador.

Concepto modular CA-310 Análisis de sólidos, plásticos, resinas, polímeros



Liofilizados:

Los liofilizados son productos farmacéuticos que han sido secados a vacío y bajas temperaturas para no deteriorar las sustancias activas lo que mantiene y aumenta su caducidad.

Estos productos se encuentran en pequeñas cantidades y en ampollas selladas mediante un septum precisándose determinar el contenido de Humedad completo de la ampolla. Si el contenido del mismo se transfiere a un sistema analítico los valores blancos fluctúan introduciendo innecesarias fuentes de error.

Si se utiliza el sistema de extracción directo ni el vial de muestra ni la celda de Valoración han de abrirse y no precisa establecer blancos. (VA-230).



Literatura:

- (1) E. Scholz, Karl-Fischer Titration, Springer-Verlag 1984.