



CYMED DE BOIERO MARCELO
Adm. y Lab.: Azcuénaga N° 1627 Quilmes, Bs. As. (1879)
TE / FAX: 011-2146-8039 // 7509-5121
e-mail:ventas@cymed.com.ar

TITULADORES Y KARL FISHER – PRECAUCIONES DE USOS Y CUIDADOS

ALCANCE

Este manual de uso y mantenimiento aplica para el uso y cuidados en tituladores, independientemente que sean analógicos o digitales.

Descripción

Un análisis exacto equivale a resultados de primer nivel

La preparación adecuada antes de su análisis ayudará a garantizar que sus análisis se ejecuten sin problemas y con exactitud. También se debe tener cuidado después del análisis para asegurarse que su equipo funcione de manera óptima en el futuro. Tomarse cinco minutos más y poner especial atención en los detalles puede marcar la diferencia.

Análisis

Inspeccione la instrumentación antes y después del análisis.

Para asegurarse que los resultados del titulador sean exactos, el equipo y el electrodo deben inspeccionarse antes y después del análisis.

Análisis previo

Electrodo:

El electrodo es la parte del sistema de titulación responsable de controlar la reacción de titulación; es fundamental garantizar que el electrodo siga funcionando según lo previsto. Lo primero que se debe verificar es el nivel de llenado del electrolito. Este se debe rellenar con la solución adecuada cuando el nivel se encuentre por debajo de una pulgada del orificio de llenado. También es importante retirar el tapón de llenado durante la titulación para permitir el flujo constante del electrolito en la muestra que se requiere para la estabilidad del electrodo. Verifique siempre que el electrodo se almacenó adecuadamente antes del análisis. Para saber las condiciones de almacenamiento apropiadas, consulte el manual del electrodo o contacte a su representante de ventas. Antes de comenzar el análisis, debe enjuagar la punta del electrodo con agua destilada. Durante el análisis, el electrodo se debe sumergir a



CYMED DE BOIERO MARCELO
Adm. y Lab.: Azcuénaga N° 1627 Quilmes, Bs. As. (1879)
TE / FAX: 011-2146-8039 // 7509-5121
e-mail:ventas@cymed.com.ar

la profundidad adecuada. Algunos electrodos requerirán calibración antes de realizar la titulación. Revise sus procedimientos operativos si es necesario.

Titulante:

Antes de analizar una muestra, asegúrese que el envase contiene suficiente reactivo y que la manguera de dosificación está colocada en el líquido. También es importante verificar que no haya burbujas de aire en la bureta y en las mangueras, verificar que no haya residuos o solidos precipitados en el fondo del envase. Algunas veces es necesario cebar las mangueras para retirar las burbujas. Realizar un simple enjuague de la punta, liberar una pequeña cantidad de reactivo a través de la manguera de dosificación, puede ser suficiente para disipar las burbujas de aire de la punta de dosificación.

Recuerde que el volumen del titulante consumido para alcanzar el punto final afecta directamente los resultados.

Nada es peor que tener una curva de titulación perfecta y después encontrar que se ha estado aspirando aire del frasco de titulante debido a que no hay reactivo suficiente o perdidas en el sistema. Revisa siempre el nivel del reactivo titulante.

Análisis posterior

Inmediatamente después de terminar la titulación, se debe retirar el electrodo de la muestra. Prolongar la exposición en la muestra puede causar daño en los electrodos y reducir su vida útil, así como afectar la respuesta del electrodo, causar ruido del electrodo y afectar las muestras subsecuentes.

Para prevenir la contaminación cruzada es importante que el electrodo, la propela de agitación, el sensor de temperatura (si está presente) y la punta de dosificación se enjuaguen con agua destilada entre cada muestra y hasta finalizar la carga de trabajo. Si trabaja con muestras que puedan causar obstrucciones o incrustaciones a los electrodos, hay soluciones de limpieza especiales e instrucciones para mantenerlo en condiciones óptimas.

Cuando guarde el equipo por periodos de tiempo más largos, el tapón del orificio de llenado debe ser colocado para prevenir que la solución electrolítica se evapore. Los electrodos se deben almacenar de acuerdo con las recomendaciones del manual o los procedimientos operativos.

Revisión de los resultados

Obtener una gráfica de titulación uniforme y recibir resultados del titulador, no es siempre garantía de que son exactos. Siempre revise sus resultados, sus cálculos y los controles de calidad.



CYMED DE BOIERO MARCELO

Adm. y Lab.: Azcuénaga N° 1627 Quilmes, Bs. As. (1879)

TE / FAX: 011-2146-8039 // 7509-5121

e-mail:ventas@cymed.com.ar

Conozca sus especificaciones

Es importante, cuando se revisen los resultados de la titulación, preguntarse: “¿tiene sentido este resultado?”, sobre todo cuando se cambian las metodologías, por ejemplo, de una titulación manual a una titulación automática. Puede ser alarmante ver un número desconocido, pero es importante revisar muy de cerca las especificaciones para determinar la causa de la desviación. Las cuatro partes más importantes que se deben considerar en una especificación son las unidades, los dígitos significativos, el intervalo y la metodología utilizada.

Cálculo de resultados:

Existen diferentes formas de representar los resultados de titulación. Las unidades pueden variar, pero las especificaciones se representan comúnmente en %, ppm (mg/L o mg/g), o simplemente en mL (mililitros) del reactivo usado para determinar el punto de estabilidad final. Los resultados se pueden personalizar en las opciones del método para que coincidan con los de las especificaciones en la mayoría de los casos. Los resultados que varían de la especificación original por un factor común, como 10 o 100 son atribuidos comúnmente a una diferencia en las unidades y se pueden ajustar fácilmente.

La otra parte de la unidad es el analito, la sustancia química específica que se está analizando. Para asegurar que los resultados coincidan con la especificación, debe quedar clara la forma del analito que se representa.

En el ejemplo de una titulación de sales, algunos clientes prefieren que los resultados se representen en cloruro de sodio, mientras que en algunas especificaciones se representa el resultado solo como cloruro. La titulación es exactamente igual para ambas unidades, pero los cálculos de los resultados difieren debido a la diferencia en la masa molecular entre el cloruro de sodio y el cloruro. En el caso de la acidez, los resultados de la titulación se representan normalmente en unidades del ácido predominante. Un resultado expresado en % de ácido láctico, variará considerablemente de un resultado representado en % de ácido cítrico. Esto no solo se debe a las diferencias en la masa molecular, sino también a la relación de la reacción entre el titulante y el ácido específico. Estas desviaciones se pueden corregir en el método para que los resultados coincidan con la especificación.

Intervalo:

Por lo general, las especificaciones se escriben dentro de un intervalo. Por ejemplo, en la titulación de sales, la muestra debe contener entre 2.0% y 2.5% de cloruro de sodio. Al tener un amplio grado de tolerancia en el intervalo de una especificación, permite cierto margen de ahorro de tiempo y fuentes



CYMED DE BOIERO MARCELO

Adm. y Lab.: Azcuénaga N° 1627 Quilmes, Bs. As. (1879)

TE / FAX: 011-2146-8039 // 7509-5121

e-mail:ventas@cymed.com.ar

de error. Un intervalo muy limitado requerirá buenas técnicas de laboratorio y el cumplimiento de las mejores prácticas para asegurar que los resultados obtenidos sean exactos.

Metodología

Si es posible, siempre es una buena idea entender la metodología utilizada para originar la especificación. Los métodos diferentes tienen grados variados de exactitud e interferencias potenciales únicas. Cuando se cambia de una metodología a otra, por ejemplo, de una titulación manual a una titulación automática, puede haber una pequeña diferencia en los resultados. En el caso de las titulaciones manuales, generalmente se excede del punto final y los resultados pueden variar entre los operadores. Esto conlleva a obtener números ligeramente mayores que los resultados reales. Las especificaciones podrían necesitar reevaluarse cuando se cambian las metodologías para mejorar la exactitud de los resultados.

En resumen, conocer las especificaciones hará que interpretar los resultados de la titulación sea mucho más fácil.

Implementar controles de calidad, explicados a continuación, le ayudará a garantizar que los resultados de la titulación sean exactos.

Implementar controles de calidad

Los controles de calidad son usados por los laboratorios para garantizar la exactitud de sus resultados reportados. Al implementar controles de calidad en sus procedimientos de análisis, no solamente tendrá tranquilidad, sino también tendrá la documentación en caso de que los resultados sean cuestionados. Existen diferentes tipos de controles de calidad, pero nos enfocaremos en los blancos, muestras de control de laboratorio, duplicados y muestras matriz.

Blanco

Un blanco es una muestra del disolvente que se lleva través del procedimiento de preparación de la muestra y luego se titula para asegurar que no hay interferencia o contaminación del procedimiento de análisis. Recuerde que cualquier titulante que se esté dosificando será considerado en el cálculo de los resultados. El titulante que reacciona con el disolvente no deberá incluirse en los resultados de la muestra y puede tomarse en cuenta en las opciones del método del titulador.



CYMED DE BOIERO MARCELO

Adm. y Lab.: Azcuénaga N° 1627 Quilmes, Bs. As. (1879)

TE / FAX: 011-2146-8039 // 7509-5121

e-mail:ventas@cymed.com.ar

Muestra de control de laboratorio (LCS)

Una muestra de control de laboratorio es un estándar del analito con concentración conocida que se lleva por el mismo procedimiento de análisis de la muestra para evaluar la exactitud del método de titulación. Por ejemplo, si titulamos la concentración de níquel en un baño galvánico, deberemos usar un estándar de níquel con concentración verificada para validar la exactitud del procedimiento de análisis. Las muestras de control de laboratorio se pueden utilizar para validar nuevos métodos o para asegurar la precisión continua de los métodos actuales.

Duplicados.

Un duplicado es una muestra que se ha analizado como dos muestras independientes para asegurar que los resultados del método son repetibles. Muchas veces, al validar nuevos métodos, se analizan múltiples replicas para determinar la desviación estándar relativa (RSD) entre las muestras.

Matriz de muestra (MS)

Una matriz de muestra es una muestra que se duplica y a la cual se agrega un estándar de concentración conocida a una de las réplicas. Las muestras matriz son útiles para determinar si los otros componentes de la muestra están interfiriendo con los métodos.

Nota: Los controles de calidad no se limitan al titulador. Las pipetas y las balanzas también deben verificarse utilizando material de referencia para garantizar que mantienen su precisión y exactitud. Los controles de calidad se pueden realizar con la frecuencia que se prefiera, pero usualmente se realizan al menos diariamente o al comienzo de cada turno.

Consulte opciones de capacitación en nuestra web, www.cymed.com.ar o directamente al mail, cursos@cymed.com.ar