

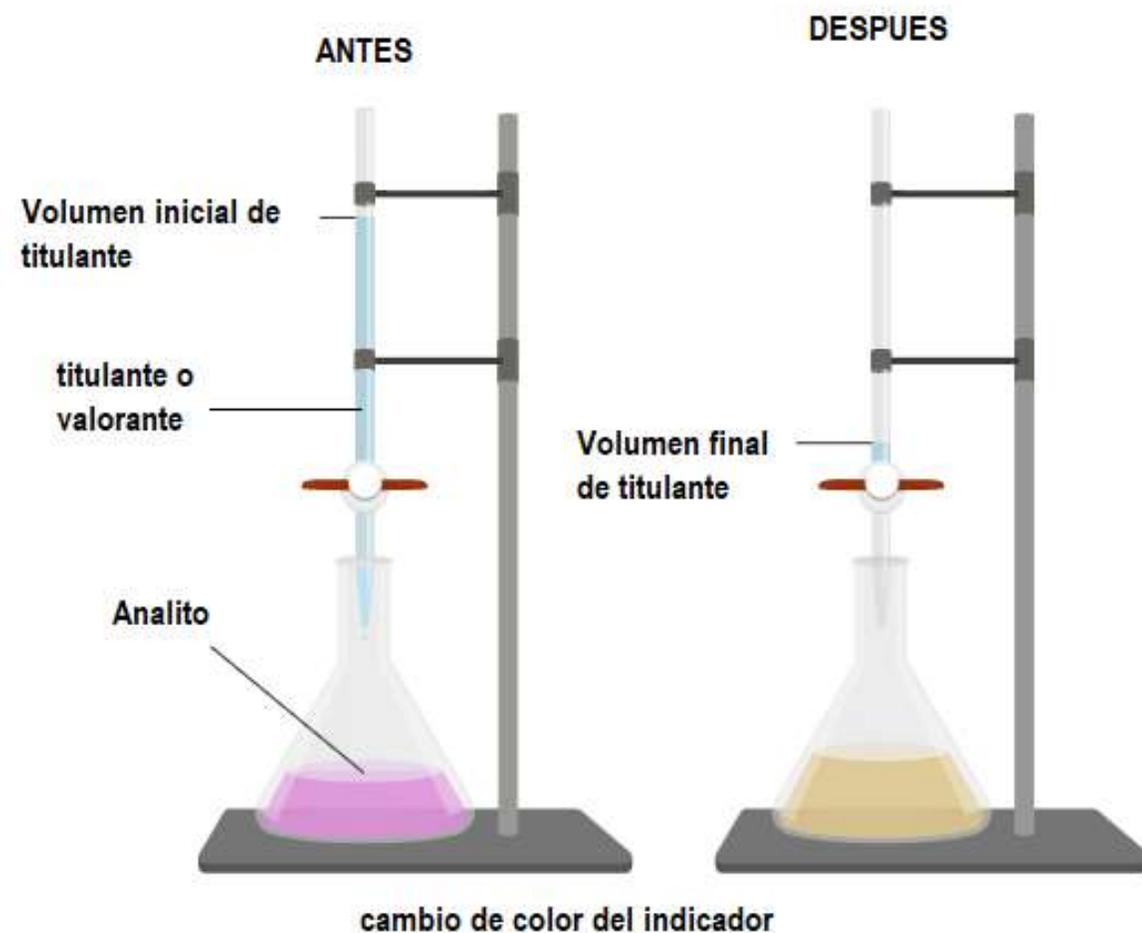


# IMPORTANCIA Y APLICACIÓN DE LA TITULACIÓN EN LA INDUSTRIA

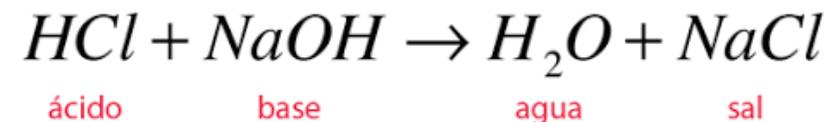
[www.hannabolivia.com](http://www.hannabolivia.com)

# ¿Qué es la titulación?

- El análisis titulométrico, es una técnica dentro de la química analítica. Permite determinar la concentración de una sustancia desconocida, llamada “analito”, midiendo el volumen utilizado de un reactivo de concentración conocida, llamado titulante, que se añade al analito en incrementos hasta que reaccione por completo.
- La titulación se basa en una reacción química. Las sustancias involucradas reaccionan de formar cuantitativa.
- Se sabe que la reacción se ha completado mediante un cambio brusco en alguna propiedad, comúnmente el color.



# ALGUNOS CONCEPTOS Y REQUISITOS



**PUNTO DE EQUIVALENCIA:** Cuando la reacción se ha completado, estequiométricamente hay equivalencia. Existe un cambio en un indicador u otra variable física como un cambio de voltaje, conductividad, absorción de luz, etc.

Un mol de ácido clorhídrico reacciona con un mol de hidróxido de sodio

**PUNTO FINAL:** Un cambio físico o en una variable tan abrupto que haga evidente el punto de equivalencia o permita detectar el mismo.



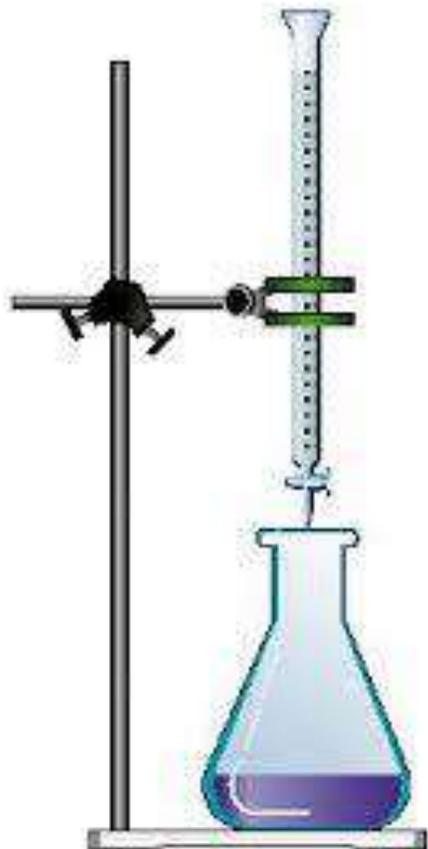
Un mol de nitrato de plata reacción con un mol de cloruro de sodio para dar un mol de cloruro de plata



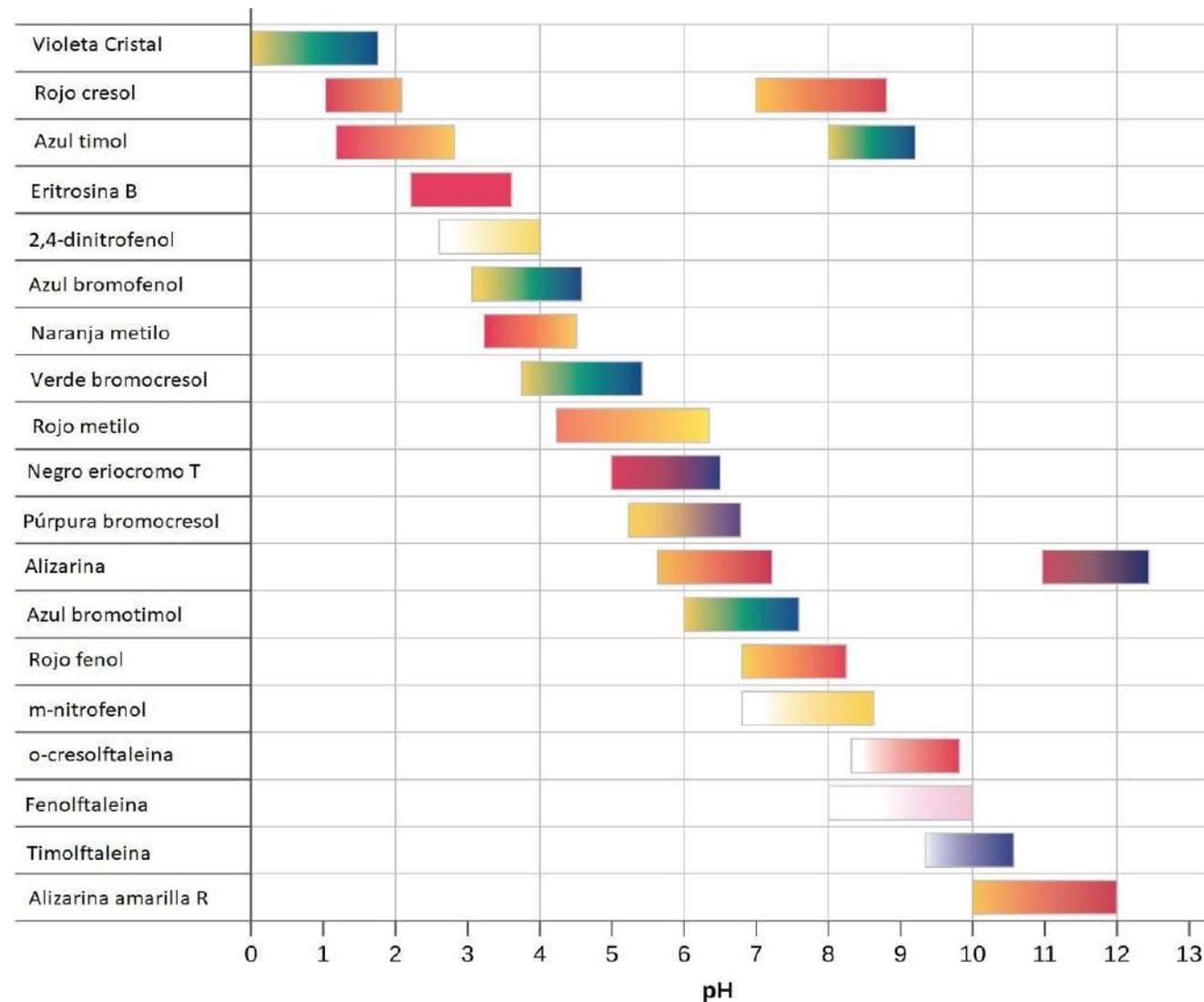
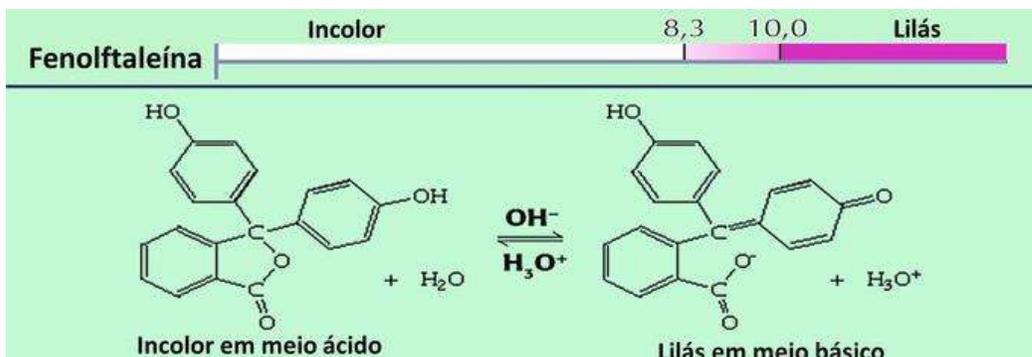
$\Delta G^\circ / \text{kJ mol}^{-1}$	K	Extensión de la reacción
menor que -60	mayor que $10^{10}$	reacción completa
entre -60 y 0	de $10^{10}$ a 1	predominan los productos en el equilibrio
0	1	equilibrio
entre 0 y +60	de 1 a $10^{-10}$	predominan los reactivos en el equilibrio
mayor que +60	menor que $10^{-10}$	no se produce la reacción

# TITULACIÓN MANUAL

- Se utiliza una bureta para dosificar el reactivo.
- Se pesa o mide volumétricamente la muestra a determinar.
- La muestra debe estar con constante agitación a medida que se dosifica el titulante.
- A medida que se acerca al punto final la dosificación debe ser menor y mas espaciada.



- Indicadores: Es un compuesto que posee una propiedad física (generalmente color) que cambia bruscamente en las proximidades del punto de equivalencia. El cambio se debe a rápida desaparición del analito o exceso del titulante.



# Ventajas y Desventajas

VENTAJAS

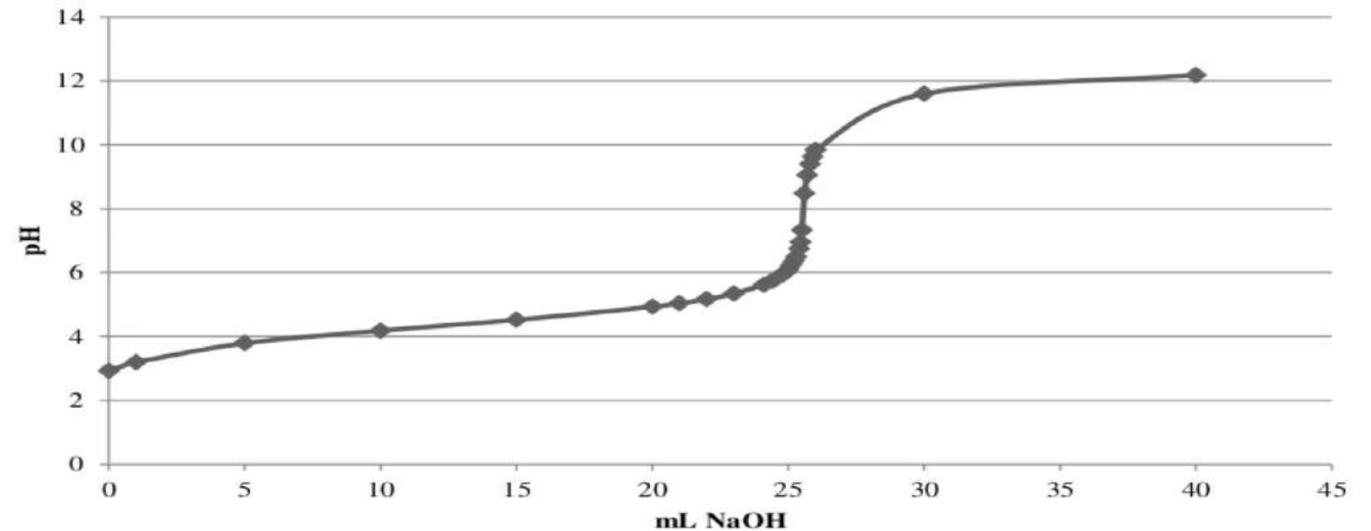
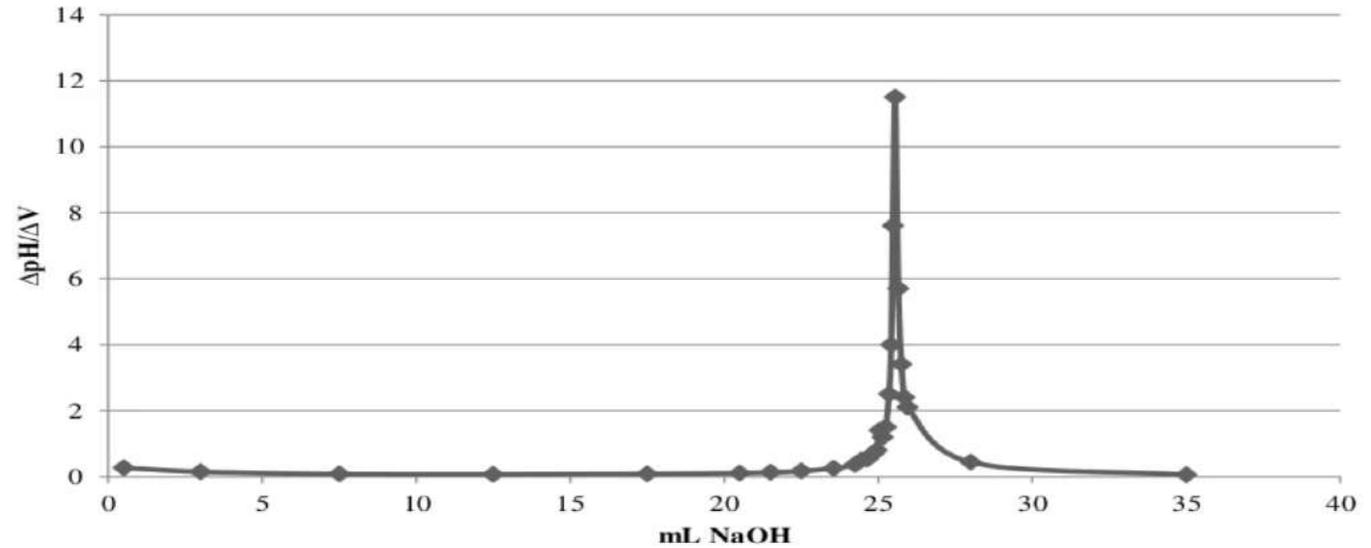
DESVENTAJAS

- Económico
- Fácil de usar

- Subjetivo
- Alta Interferencia por otros colores
- Muy tenue al inicio



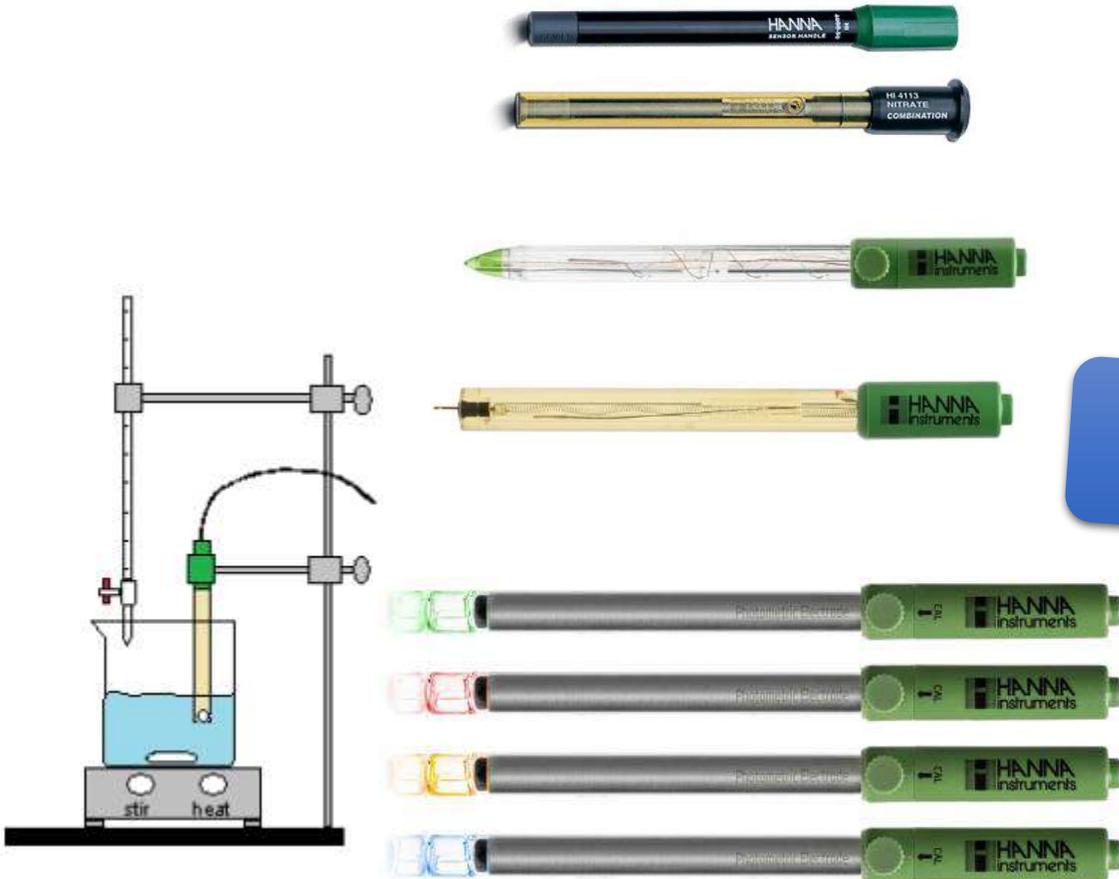
- El punto final se detecta por un cambio electroquímico (voltaje) en la solución
- Se usa un sensor electrónico (pH/ORP/ISE/Absorbancia)
- El voltaje es creado por el potencial del electrodo.
- El punto de equivalencia se da donde la pendiente es más empinada
- Pendiente= incremento/adición
- Pendiente= $\frac{pH_2 - pH_1}{\text{Volumen añadido}}$
- El cambio de pH es más rápido cerca al equilibrio





# DESVENTAJAS

# VENTAJAS



Más costoso

Mayor tiempo en graficar

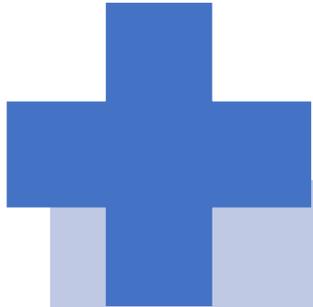
Mayor precisión

Precisa detección del punto final

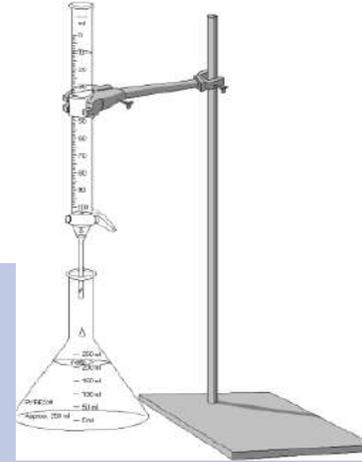
Absoluto no subjetivo



# TITULACIÓN MANUAL vs TITULACION AUTOMÁTICA



- \* Dosificación mediante una bomba de aire y una bureta automática.
- \* Funciona como un medidor electrónico también.
- \* Lecturas continuas y gráfico simultaneo
- \* Detecta el cambio máximo y determina el punto final automáticamente.



- \* Dosificar volúmenes pequeños resulta complicado
- \* Indicadores físicos son subjetivos
- \* Los gráficos tiene precisión limitada, interpolar el dato exacto es complicado en saltos grandes.



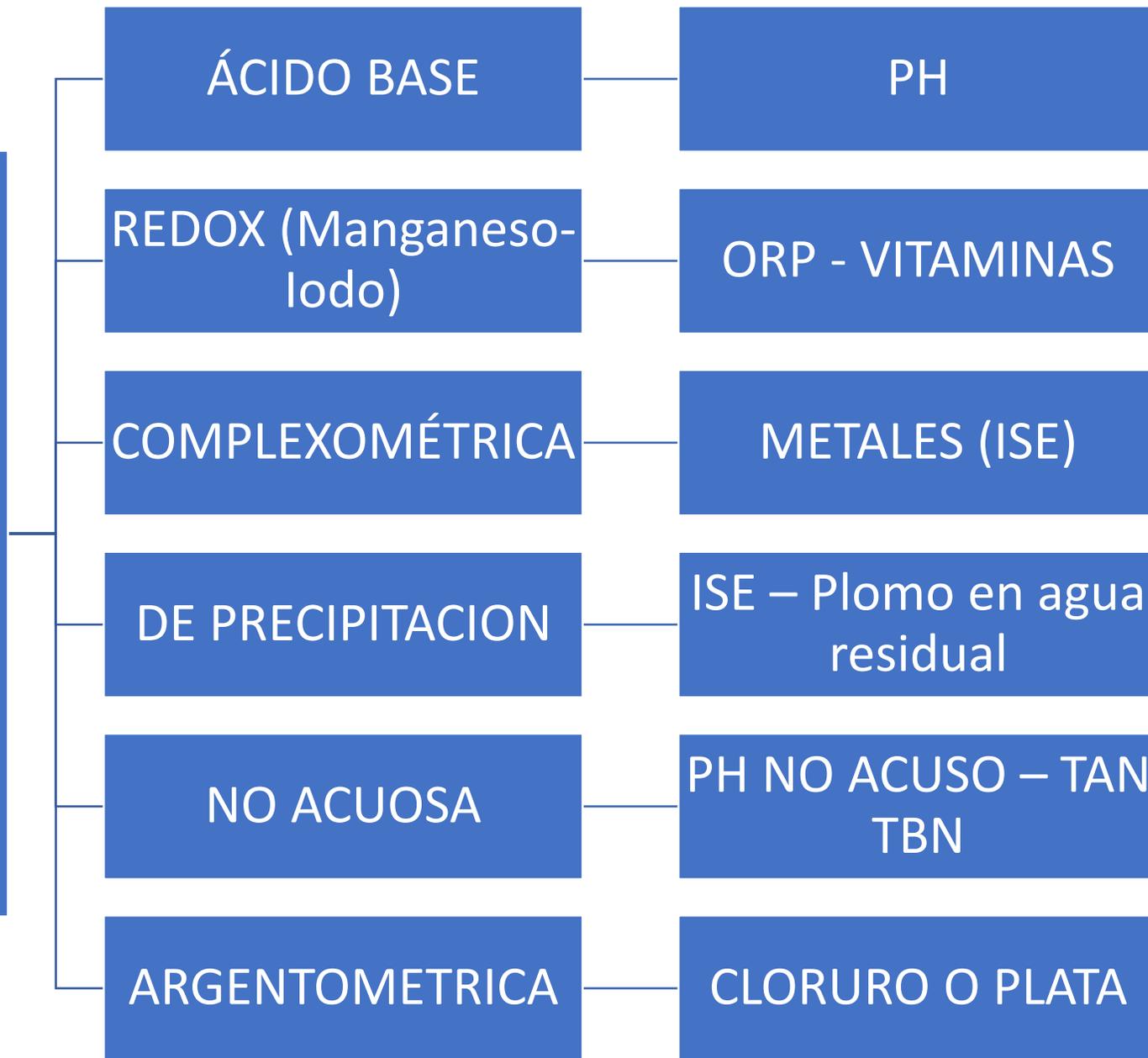
# TITULADORES AUTOMÁTICOS HANNA



\* KARL FISCHER  
POTENCIOMÉTRICO Y  
COULOBIMETRICO

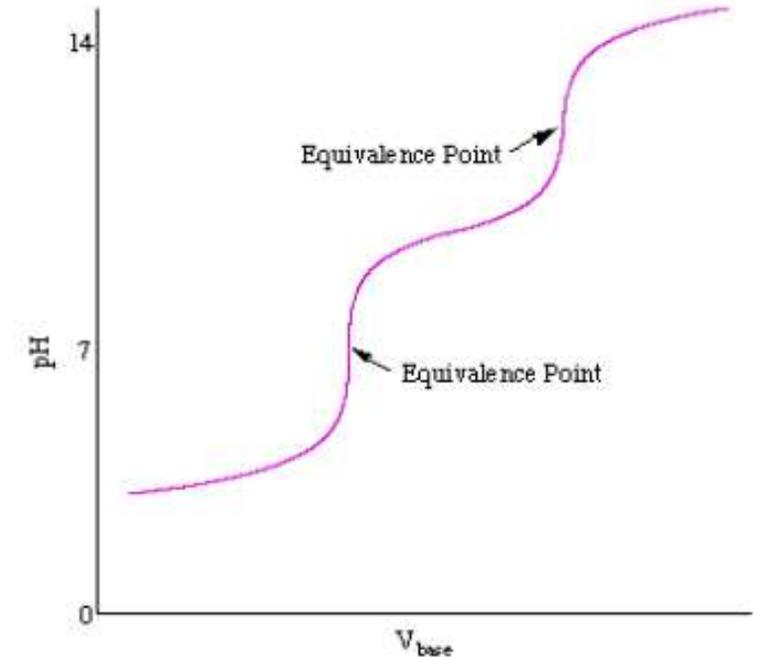
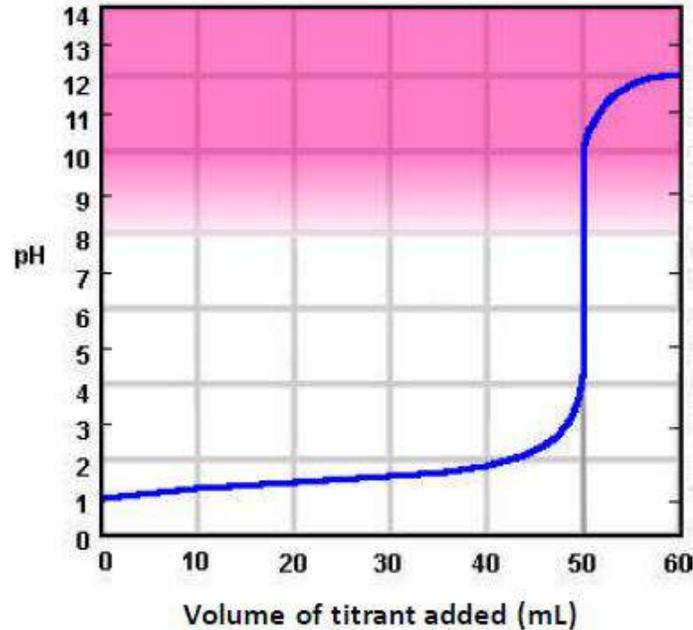


TIPOS DE TITULACIONES



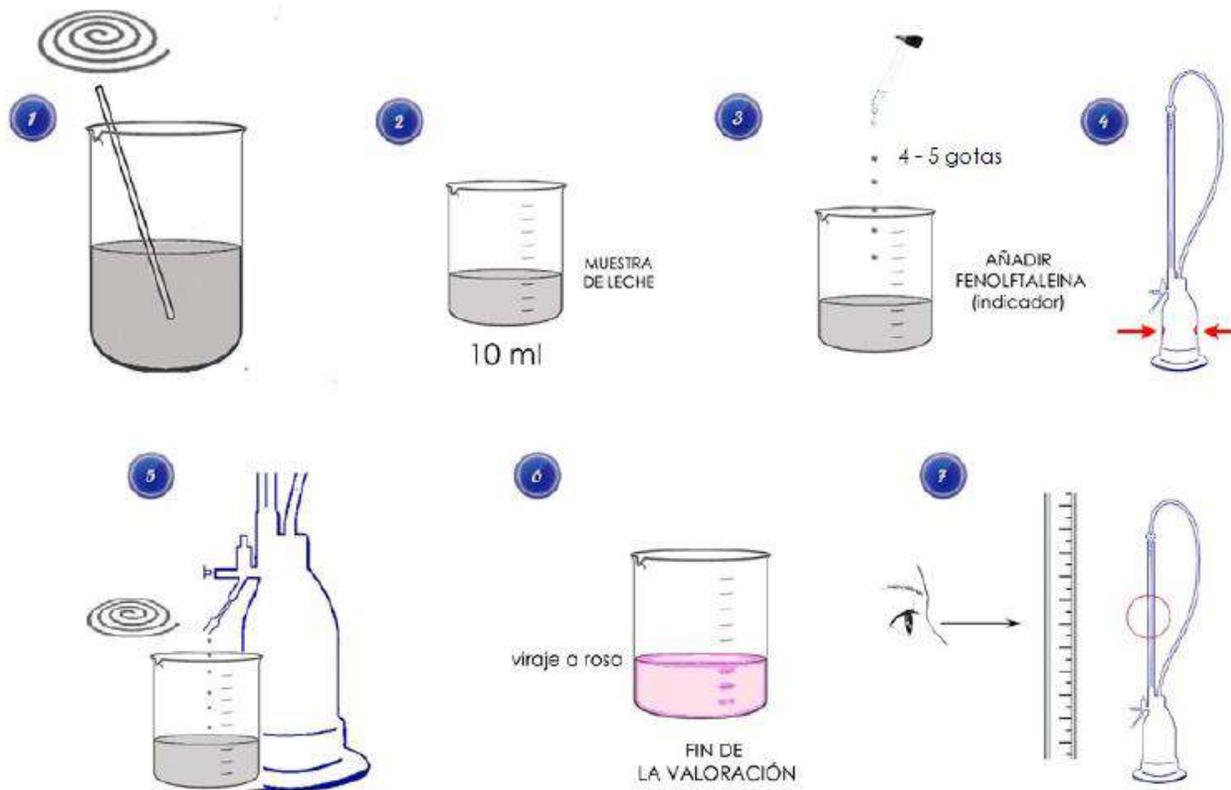
# TITULACIÓN ÁCIDO - BASE

- Es una reacción de neutralización de un ácido con una base o viceversa.
- Una neutralización es una reacción entre un ácido y una base que genera una sal y a veces agua.
- Puede determinarse por cambios de color en el indicador o bien mediante un sensor de pH.



## INDUSTRIA DE LOS ALIMENTOS

- En la industria de los lácteos, la determinación de la acidez titulable es de suprema importancia.
- La leche tiene acidez natural, por la presencia de ácido láctico, anhídrido carbónico, caseína, lactoalbúmina, fosfatos y cloruros.
- El indicador es Fenolftaleína al 2% y el titulante NaOH N/9



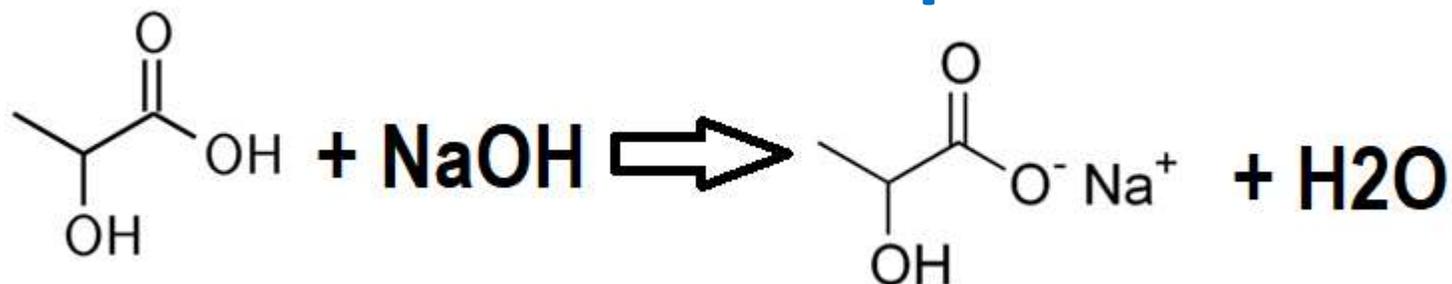
ordeños poco higiénicos  
más de 10 horas sin refrigeración

18°

14°

animales enfermos (mamitis)  
leches colostrales  
leches aguadas

## Punto Final pH=8.3



Pasa igual con:

- Jugos de fruta (ácido cítrico, tartárico o málico)
- Vinagre (ácido acético 4-9% (m/v)) y vino
- Número de Formol (alfa aminoácidos y compuestos nitrogenados, para la fermentación del jugo de uva)

$$V_{\text{NaOH}}[\text{ml}] * \frac{\frac{1}{9} \text{ mol}_{\text{NaOH}}}{1000 \text{ ml}_{\text{NaOH}}} * \frac{1 \text{ mol}_{\text{Ac.Láctico}}}{1 \text{ mol}_{\text{NaOH}}} * \frac{90 \text{ g}_{\text{Ac.Láctico}}}{1 \text{ mol}_{\text{Ac.Láctico}}} = \text{MASA}_{\text{Ac.Láctico}} [\text{g}]$$

DE	A	DIVIDIR ENTRE
%l.a.	°SH	0.0225
%l.a.	°D	0.0100
%l.a.	°Th	0.0090

1° Dornic = 0,1 ml de Sosa N/9 = 0,1 g de ácido láctico

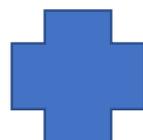




FC 210B



HI 931



HANNA INSTRUMENTS BOLIVIA

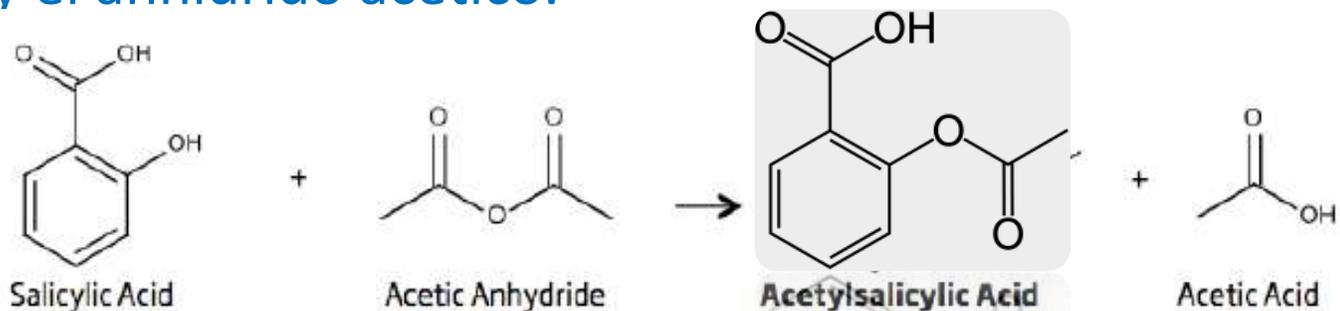


HI 84529

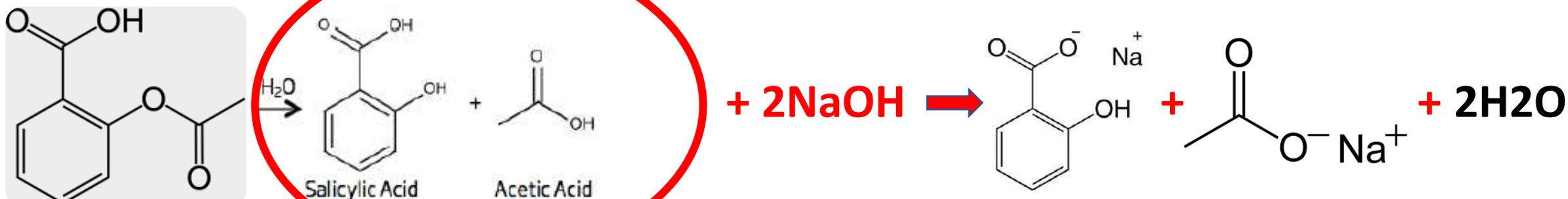
## INDUSTRIA FARMACÉUTICA

- Determinación de la pureza de la aspirina

La aspirina (Acido acetil salicílico) se produce por la reacción entre el ácido salicílico y el anhídrido acético.



Cuando se expone al aire se hidroliza en ácido Salicílico y ácido acético



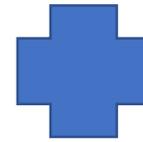
# SOLUCIÓN HANNA



FC 1043B



HI 931

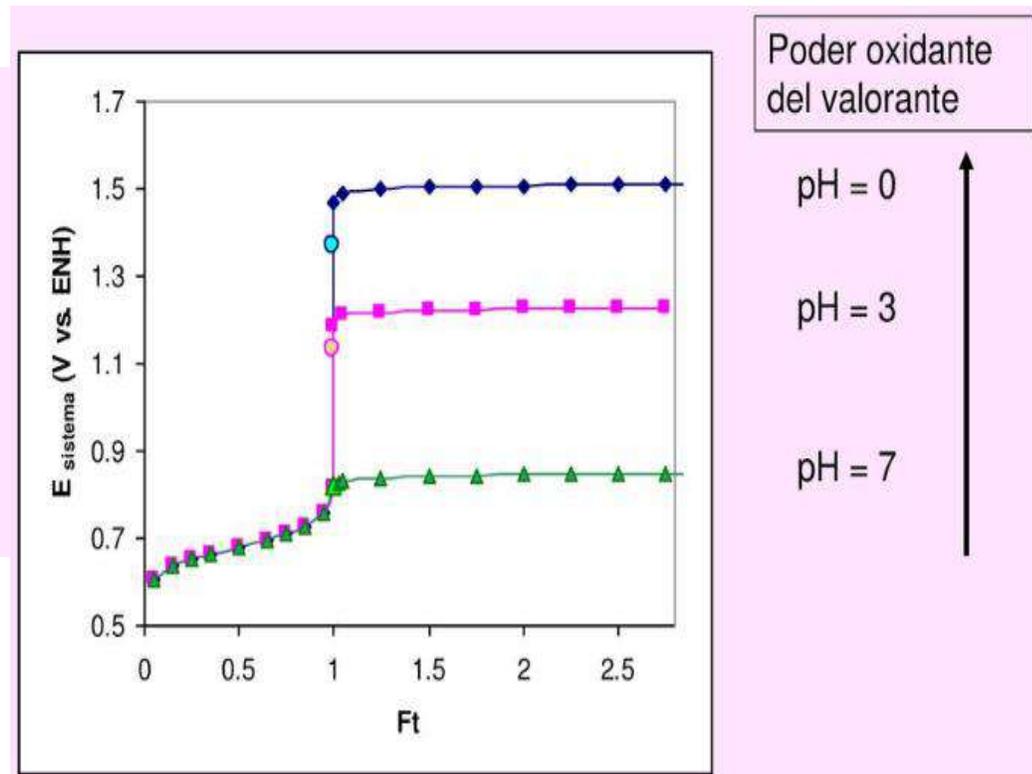
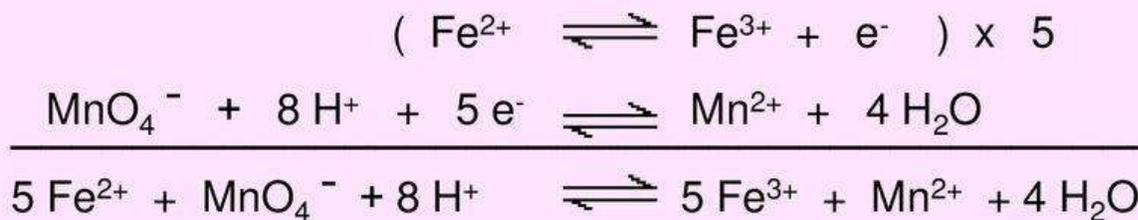


HI 84529

# TITULACIONES REDOX

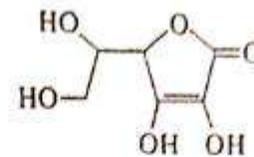
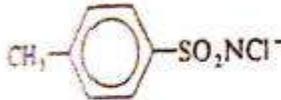
- Implica una reacción de OXIDO – REDUCCIÓN
- Involucra el intercambio de electrones de una especie química a otra, cambios en los estados de oxidación.

Valorando:  $\text{Fe}^{2+}$       Valorante:  $\text{MnO}_4^-$   
 Medio de reacción:  $[\text{H}^+] = 1 \text{ M}$  en todo momento.



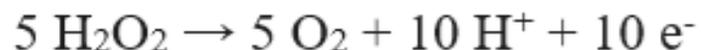
# TITULACIONES REDOX

Indicador	Color		$E^{\circ}$
	Oxidado	Reducido	
Fenosaltranina	Rojo	Incoloro	0.28
Indigo de tetrasulfonato	Azul	Incoloro	0.36
Azul de metileno	Azul	Incoloro	0.53
Difenilamina	Violeta	Incoloro	0.75
4'-Etoxi-2,4-diaminoazobenceno	Amarillo	Rojo	0.76
Ácido difenilaminosulfónico	Rojo-violeta	Incoloro	0.85
Ácido difenilbencidinosulfónico	Violeta	Incoloro	0.87
tris(2,2'-Bipiridina)hierro	Azul pálido	Rojo	1.120
tris(1,10-Fenantrolina)hierro (ferroína)	Azul pálido	Rojo	1.147
tris(5-nitro-1,10-Fenantrolina)hierro	Azul pálido	Rojo-violeta	1.25
tris(2,2'-Bipiridina)rutenio	Azul pálido	Amarillo	1.29

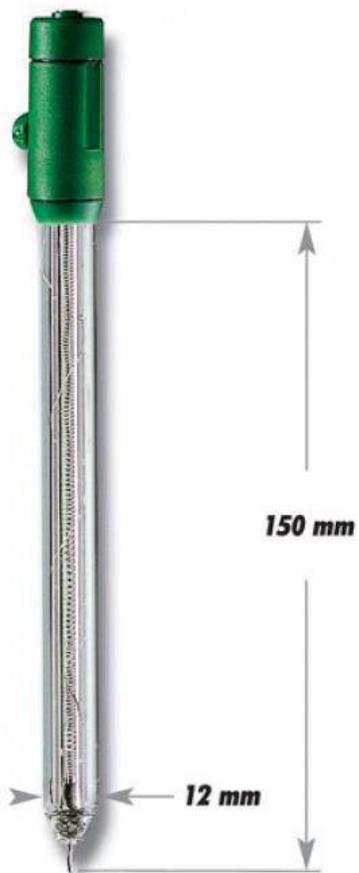
Oxidantes		Reductores	
$\text{BiO}_3^-$ $\text{BrO}_3^-$	bismutato bromato	$\text{AsO}_3^{3-}$	arsenito
$\text{Br}_2$	<b>bromo</b>		ácido ascórbico
$\text{Ce}^{4+}$	<b>cérico</b>	$\text{Cr}^{2+}$	chromoso
	cloramina T	$\text{S}_2\text{O}_4^{2-}$	ditionito
$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$	<b>dicromato</b>	$\text{Fe}(\text{CN})_6^{4-}$	ferrocianuro
$\text{H}_2\text{O}_2$	peróxido de hidrógeno	$\text{Fe}^{2+}$	ferroso
$\text{OCl}^-$	hipoclorito	$\text{N}_2\text{H}_4$	hidrazina
$\text{IO}_3^-$	<b>yodato</b>		hidroquinona
$\text{I}_2$	yodo	$\text{NH}_2\text{OH}$	hidroxilamina
$\text{Pb}(\text{acetate})_4$	acetato de plomo(IV)	$\text{Hg}_2^{2+}$	mercurioso
$\text{HClO}_4$	ácido perclórico	$\text{Sn}^{2+}$	estannoso
$\text{IO}_4^-$	periyodato	$\text{SO}_3^{2-}$	sulfito
$\text{MnO}_4^-$	<b>permanganato</b>	$\text{SO}_2$	dióxido de azufre
$\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$	peroxidisulfato	$\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$	<b>tiosulfato</b>
		$\text{H}_3\text{PO}_2$	ácido hipofosforoso

- INDUSTRIA FARMACÉUTICA – Valoración de Agua Oxigenada.

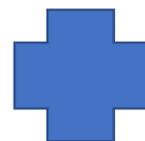
- La farmacopea indica que se debe valorar el agua oxigenada.
- Transferir 2 ml de Agua Oxigenada a un Erlenmeyer, agregar 20 ml de agua, 10 ml de ácido sulfúrico diluido y titular con permanganato de potasio 0,1 N. Cada ml de permanganato de potasio 0,1 N equivale a 1,70 mg de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>



El punto final se da por una coloración morada/rosada que dura cerca de 30 segundo o un salto de voltaje



HI 931



FC 3131B  
Punta de Platino

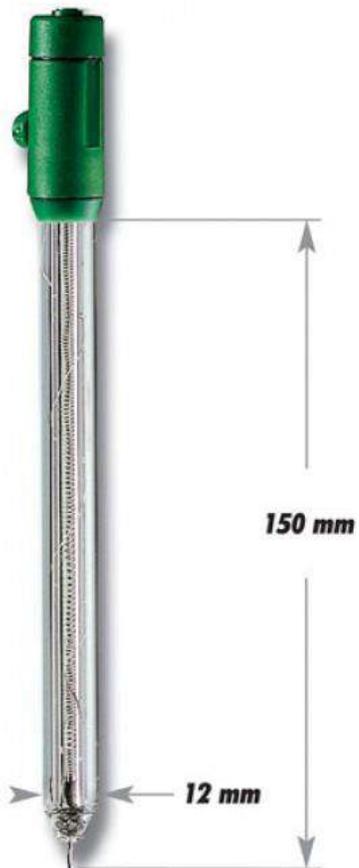
- INDUSTRIA FARMACÉUTICA / ALIMENTOS – Valoración de Vitamina C (Ácido Ascórbico).

## IODIMETRÍA

- La farmacopea indica que se debe valorar la vitamina C.
- Se pesa exactamente 400 mg de vitamina C y disolver en una mezcla de 100 ml de agua y 25 ml de ácido sulfúrico 2 N. Agregar 3 ml de almidón y titular inmediatamente con iodo 0,1 N. Cada ml de iodo 0,1 N equivale a 8,81 mg de C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>6</sub>.



El indicador de almidón cambia de negro/azul a incoloro o bien con un salto de potencial



FC 3131B  
Punta de Platino



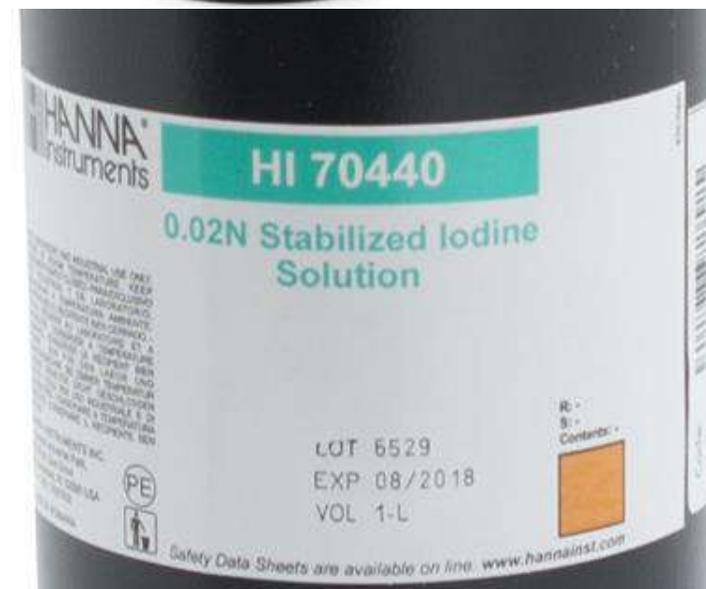
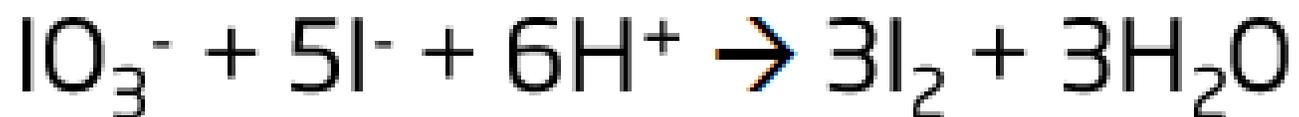
HI 931/HI 932

HANNA INSTRUMENTS BOLIVIA



HI 84529

Las soluciones de IODO son **MUY INESTABLES**, la forma normal de almacenarla es en forma de IODATO, se aumenta yoduro en un medio ácido para lograr Iodo libre.



- INDUSTRIA FARMACÉUTICA / ALIMENTOS – Valoración de Vitamina C (Ácido Ascórbico).

## IODIMETRÍA

- La farmacopea indica que se debe valorar la vitamina C.
- Se pesa exactamente 400 mg de vitamina C y disolver en una mezcla de 100 ml de agua y 25 ml de ácido sulfúrico 2 N. Agregar 3 ml de almidón y titular inmediatamente con iodo 0,1 N. Cada ml de iodo 0,1 N equivale a 8,81 mg de C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>6</sub>.

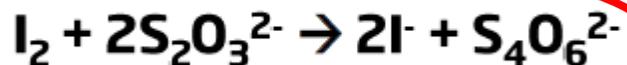
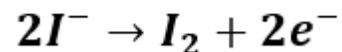
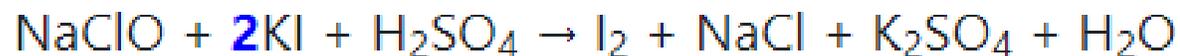


El indicador de almidón cambia de negro/azul a incoloro o bien con un salto de potencial

- INDUSTRIA FARMACÉUTICA / QUÍMICA – Valoración de HIPOCLORITO DE SODIO

## IODOMETRÍA

Llevar 3 ml de muestra a un matraz para iodo, previamente pesado, con tapón de vidrio y pesar exactamente. Agregar 50 ml de agua, 2 g de ioduro de potasio y 10 ml de ácido acético, insertar el tapón en el matraz y dejar reposar en la oscuridad durante 10 minutos. Retirar el tapón, lavar las paredes del matraz con agua y titular el iodo liberado con tiosulfato de sodio 0,1 N, agregando 3 ml de almidón. Cada mililitro de tiosulfato de sodio 0,1 N equivale a 3,723 mg de NaOCl.



RETROTITULACIÓN

OJO

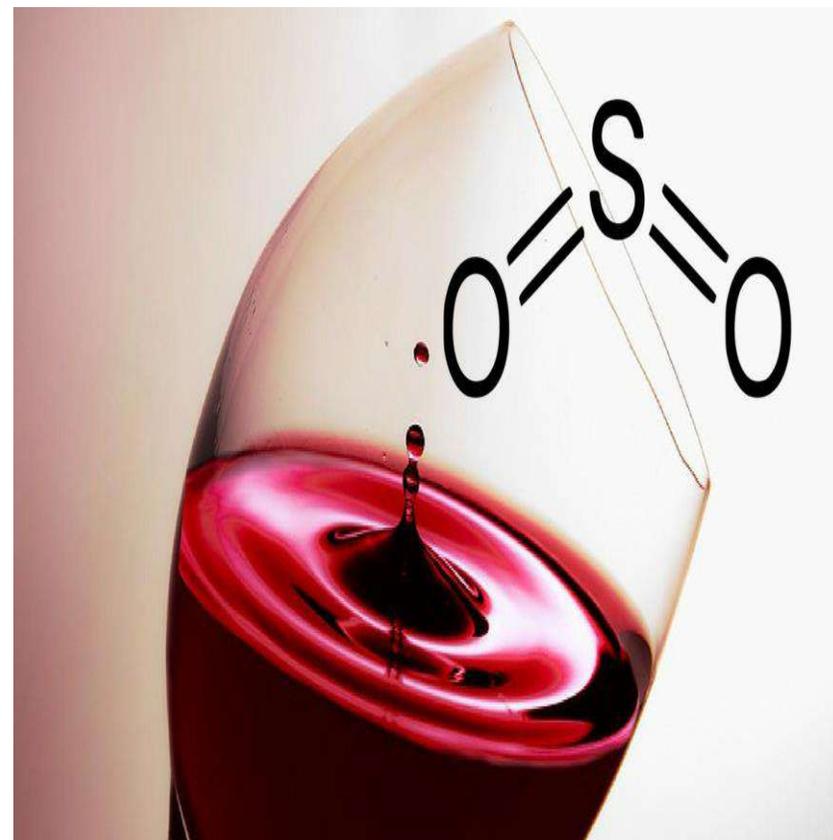
HANNA INSTRUMENTS BOLIVIA

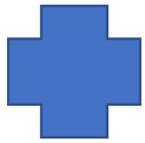


- INDUSTRIA DE LOS ALIMENTOS – Valoración de Sulfitos y Dióxido de Azufre.

## IODIMETRÍA

- Los sulfitos están presente de forma natural en algunos alimentos y también se sintetiza en laboratorio. Se utiliza como conservante, preservador de color y olor, antimicrobiano, antimicótico y previene la oxidación de la grasa en frutos secos, embutidos, bebidas y otros.
- Si no se controla su consumo puede provocar efectos tóxicos e irritantes y reacciones alérgicas. Cuando esta presente en mayor concentración de 10 mg/Kg de alimento se debe declarar en la etiqueta.
- Método Ripper: Titulación con iodo o yodato en medio acido.





FC 3149B  
Punta de Platino  
CPS

HI 901W/HI 931/HI 932

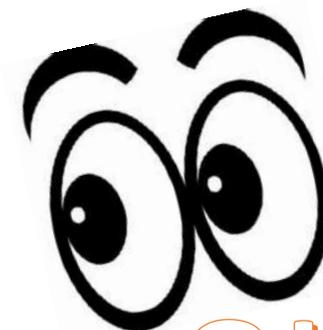
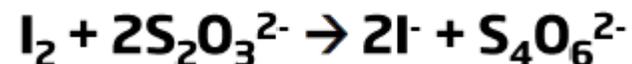
HI 84500

- INDUSTRIA MINERA/METALURGIA – Determinación de cobre en minerales.

## IODOMETRÍA

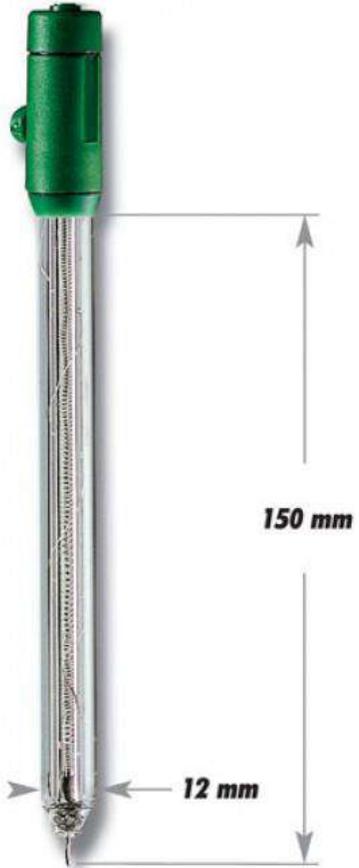
- Se hace un ataque ácido sobre el mineral triturado con ácido nítrico, ácido sulfúrico y ácido clorhídrico.
- Se oxida el arsénico y antimonio con bromo y se filtra.
- Se precipita el Hierro como hidróxido con amoníaco. El hierro se compleja con bifluoruro de amonio para que no reaccione con el yodo.
- Se reduce el cobre con 3g de KI
- Se titula ex exceso de yoduro con tiosulfato de sodio 0,1N usando almodón como indicador hasta un cambio de color a azul pálido.

**EXCESO!**



**RETROTITULACIÓN**

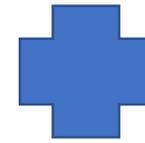
**OJO**



FC 3131B (X2)  
Punta de Platino



HI 932C2

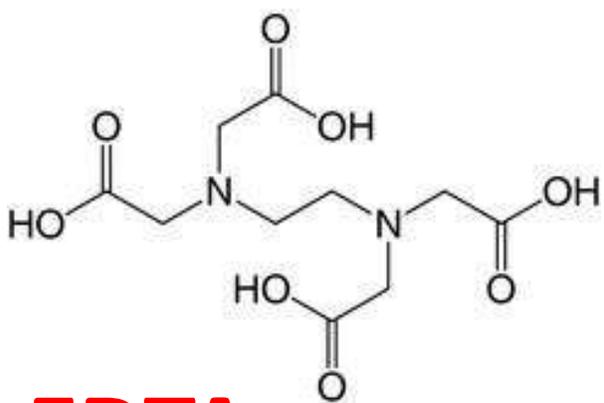


BURETA EXTRA



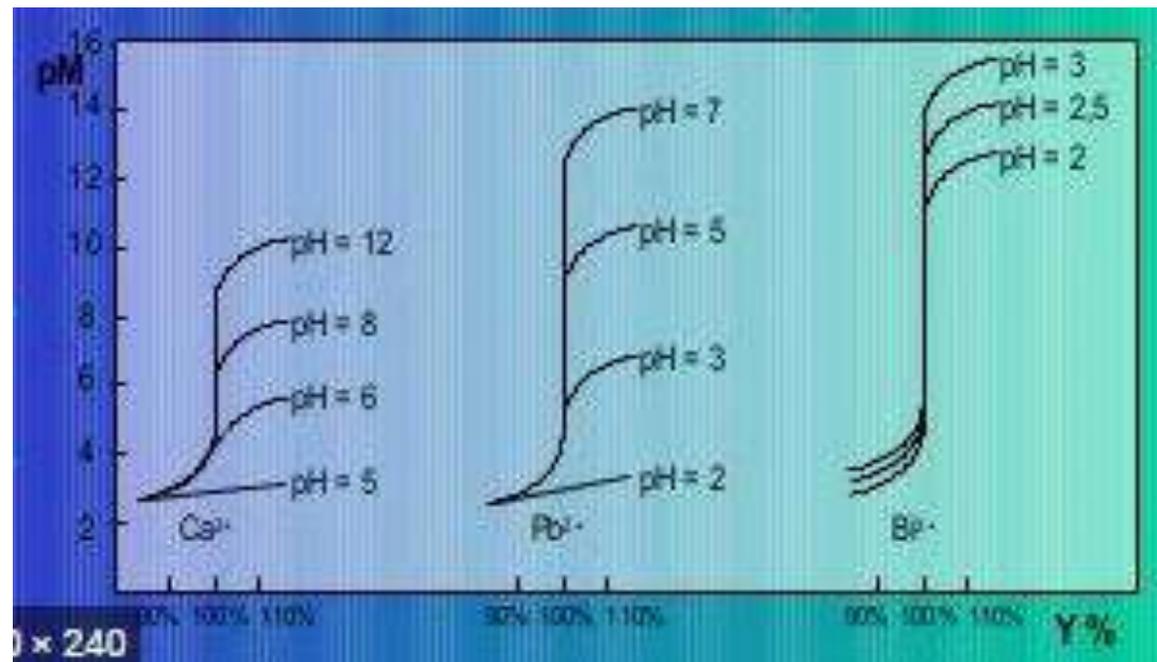
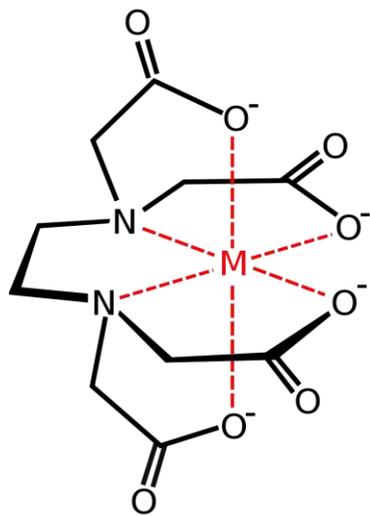
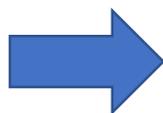
# TITULACIONES COMPLEXOMÉTRICAS

- Implica la reacción entre un metal y un agente quelante, monodentado o polidentado. El producto es un complejo muy estable.
- Los complejos tienen una relación estequiométrica 1:1, la constante de equilibrio se denomina de formación o estabilidad y suelen ser muy elevadas.



**EDTA**

**Ácido etilendiaminotetracético**



# TITULACIONES COMPLEXOMÉTRICAS

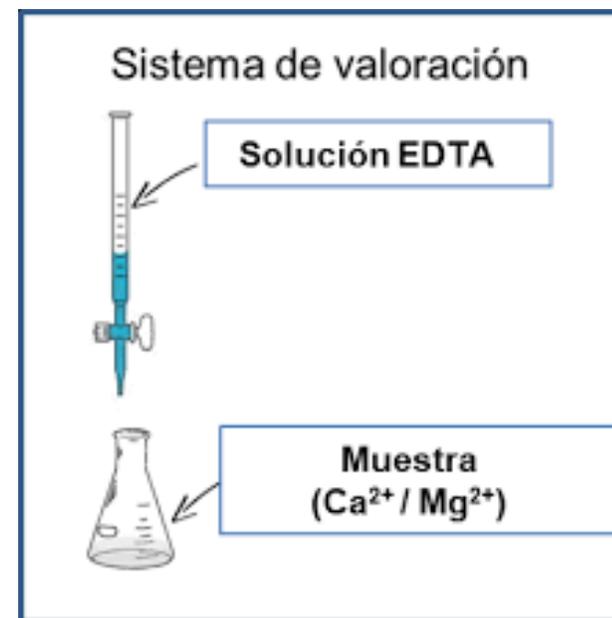
- ¿Qué a complejamos?

## Metales

- Ca, Mg, Fe, Zn, Ti, Al, Ni, Cd, Ba, Mn, Co, Cu, Ag, Pb, Hg, etc.

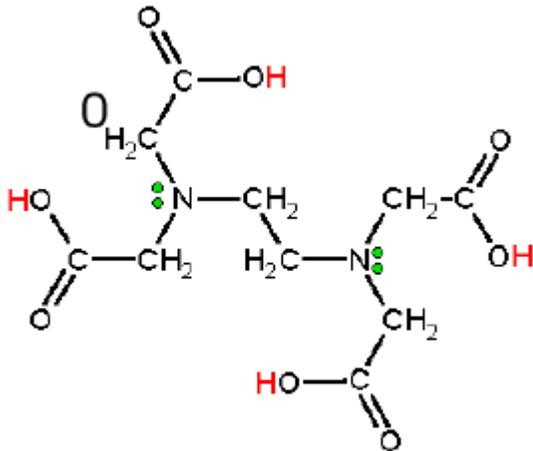
- ¿Con qué a complejamos?

Con aminas (NH<sub>3</sub>), cianuro, EDTA, CDTA, EGTA. Los monodentados como el amonio no son útiles para titular, ya que no dan curvas bien marcadas.



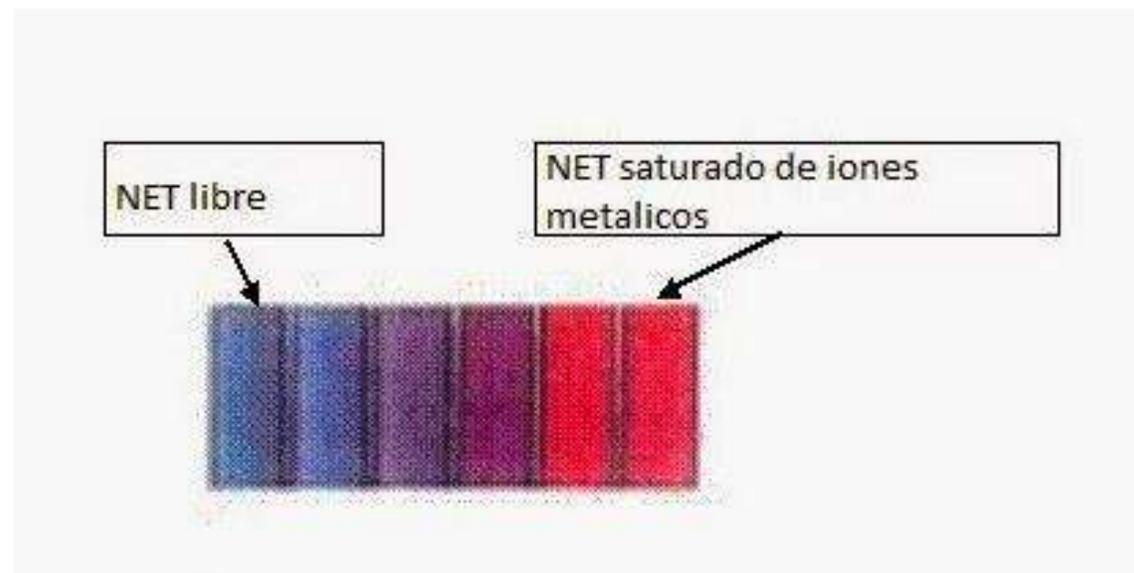
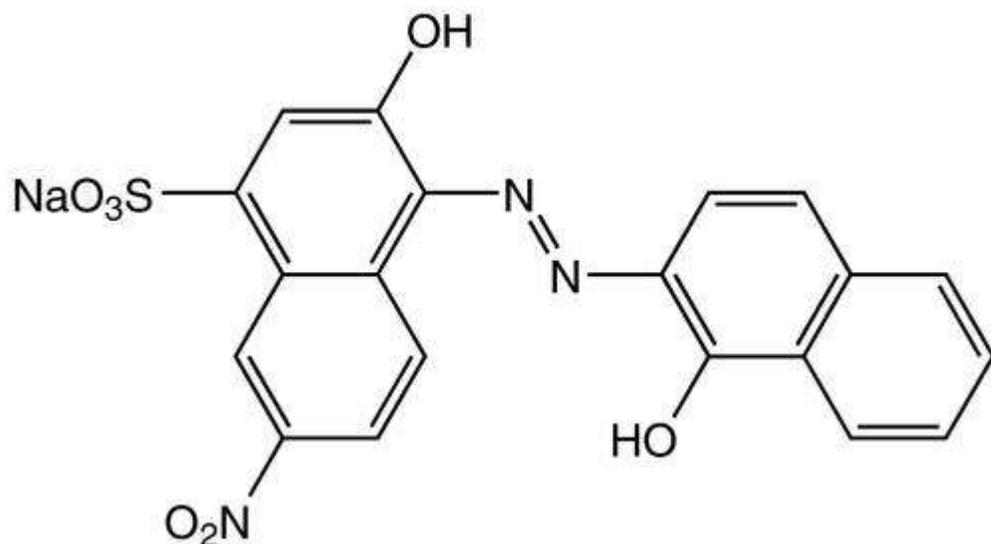
# EDTA

- Forma complejos estables 1:1
- Tiene 6 potenciales átomos para ligar (2 grupos aminos y 4 grupos carboxil)



pH	Metals with preferential affinity to EDTA
< 4 (H <sub>3</sub> )EDTA <sup>-1</sup> , (H <sub>2</sub> )EDTA <sup>-2</sup>	Fe <sup>3+</sup> , In <sup>3+</sup> , Th <sup>4+</sup> , Sc <sup>3+</sup> , Hg <sup>2+</sup> , Ga <sup>3+</sup> , Lu <sup>3+</sup>
4 - 7 (H <sub>2</sub> )EDTA <sup>-2</sup> , (H)EDTA <sup>-3</sup>	VO <sup>2+</sup> , Ni <sup>2+</sup> , Cu <sup>2+</sup> , Y <sup>3+</sup> , Pb <sup>2+</sup> , Sm <sup>3+</sup> , Zn <sup>2+</sup> , Cd <sup>2+</sup> , Al <sup>3+</sup> , Co <sup>2+</sup> , La <sup>3+</sup> , Fe <sup>2+</sup> , Mn <sup>2+</sup>
> 7 (H)EDTA <sup>-3</sup> , EDTA <sup>-4</sup>	Ca <sup>2+</sup> , Sr <sup>2+</sup> , Mg <sup>2+</sup> , Ni <sup>2+</sup> , Al <sup>3+</sup>

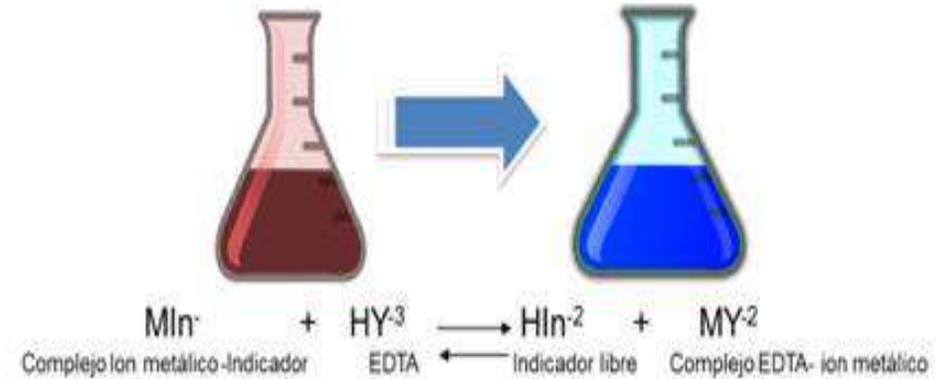
# INDICADORES – NEGRO DE ERIOCROMO T



Los indicadores son capaces de acomplejarse con los metales libres, pero sus constantes de formación son débiles. De manera que cuando entra en la solución un acomplejante mas fuerte y que produzca complejos mas estables, el metal abandona al indicador y se une al acomplejante. Los indicadores tienen diferentes colores según estén o no ligados a un metal.

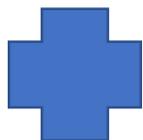
- DETERMINACION DE LA DUREZA TOTAL DEL AGUA / MAGNESIO Mg(OH)/ CALCIO

- Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 18th edition. 2340C
- La calmagita y el negro eriocromo T son indicadores que en presencia de calcio y magnesio a un pH de 10.01 tienen un color rosado. Cuando el EDTA acompleja al calcio y magnesio y el indicador cambia de color a azul/morado. El Incremento de pH hace que la curva sea mas marcada, sin embargo exceder en este parámetro puede producir hidróxidos precipitados.
- Una muestra de 25 ml se diluye a 50 ml, se agrega 1 o 2 ml de buffer (Cloruro de amonio/hidróxido de amonio). Agregar 1 o 2 gotas de indicador. Titular con EDTA 0.01M hasta que cambio de rosado a azul.

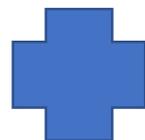




HI 900601  
(525nm)

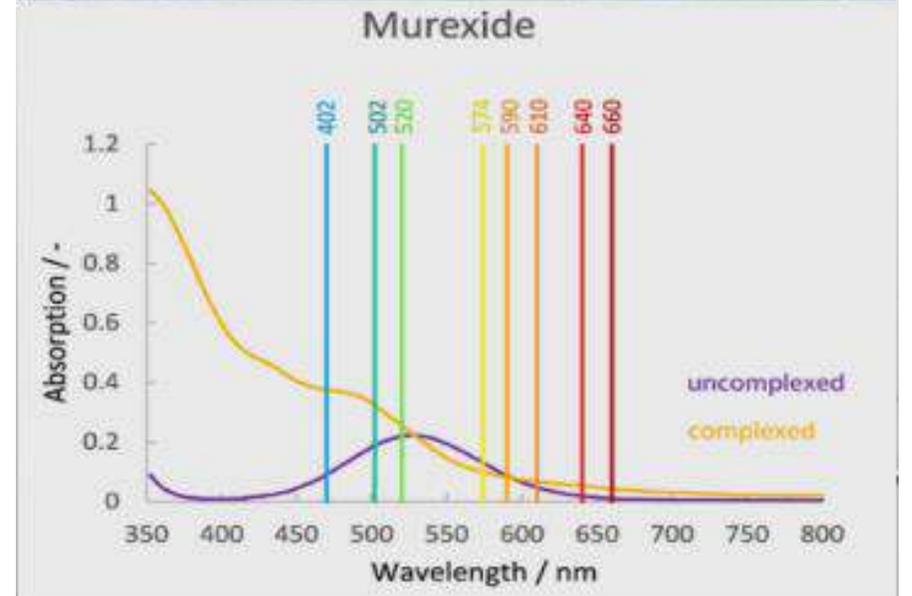
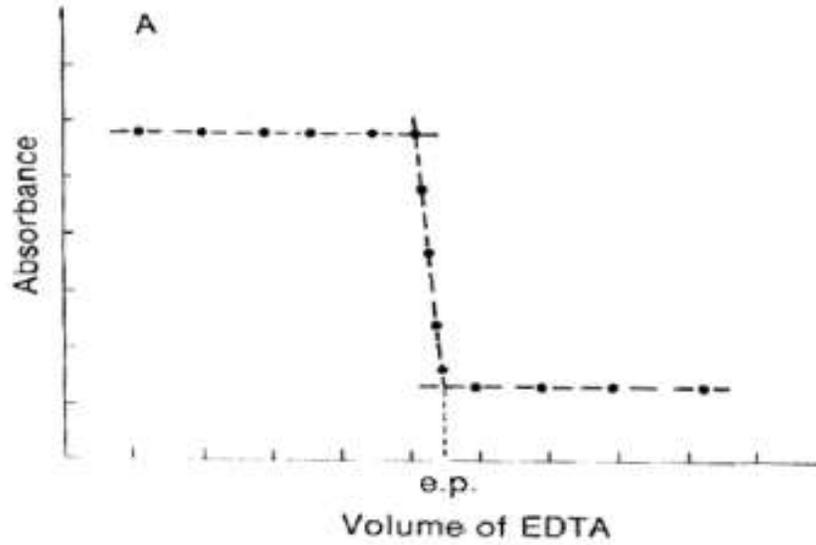


HI 932C1



EDTA  
0.02 M

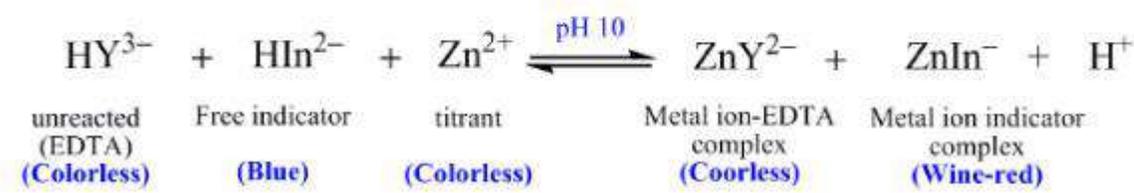
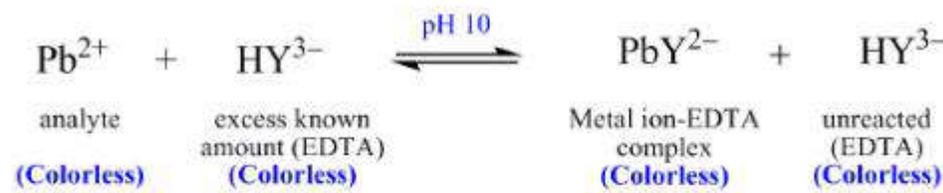
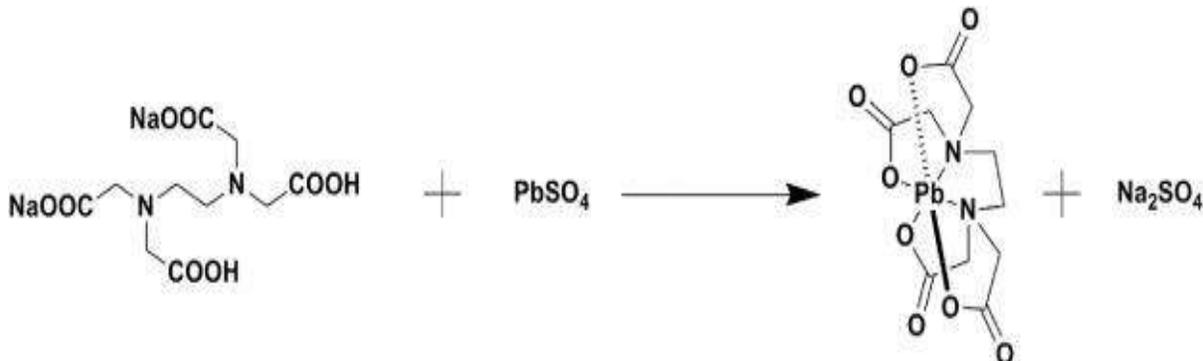




- DETERMINACION DE PLOMO

- La determinación de plomo es de vital importancia en muchas industrias: ambiental, minería/metalurgia, cosméticos, pinturas, etc.
- El plomo en forma Pb(II), se titula con EDTA, en medio ácido, normalmente esto se logra con una ataque ácido con HCl y HNO3 para posteriormente sulfatar con H2SO4 y lograr sulfato de plomo. PbSO4.
- Existen muchos indicadores, el mas común naranja de xilenol cuyo viraje es de violeta a amarillo.

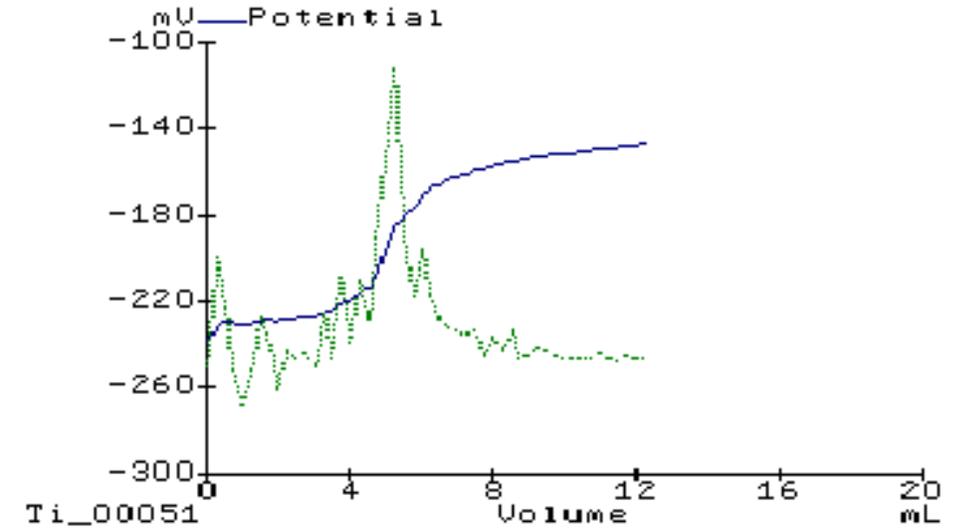
## RETROTITULACIÓN



# SOLUCIÓN HANNA



HI 931/HI 932

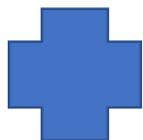


HI 4112 ISE  
PLOMO/SULFATO

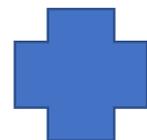
- DETERMINACION DE ZINC



- La determinación de zinc normalmente se hace en las industrias: ambiental, minería/metalurgia (latón), farmacia y alimentos (suplementos alimenticios), etc.
- El zinc es tratado en un medio ácido, normalmente ácido nítrico, y se titula con EDTA. El indicador dependerá del pH usado en valores de pH 10 se usa calmagita y en pH mayor a 12,5 se utiliza calcón.
- Para la farmacopea se considera el sulfato de zinc que se tamponea con amoniaco/cluro de amonio y se titula con EDTA usando Indicador Negro de eriocromo T, mismo que vira hasta azul.
- Cada edtato sódico 0.05M equivale a 8.075 mg de Sulfato de Zinc.



HI 932C1



INDICADOR NEGRO  
ERIOCROMO T

EDTA  
0.02 M



HI 900603  
(590nm)

# TITULACIÓN DE PRECIPITACIÓN / ARGENTOMÉTRICA

- Se da una reacción tal que los productos forman un precipitado sólido, insoluble en el medio que incluye la especie en estudio.
- El color y composición de los precipitados dependen de los otros iones en solución.



## REGLAS DE SOLUBILIDAD

NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	Todos los nitratos son solubles
Cl <sup>-</sup>	Todos los cloruros son solubles, menos el AgCl, Hg <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> y PbCl <sub>2</sub> .
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	La mayoría de los sulfatos son solubles, menos BaSO <sub>4</sub> , PbSO <sub>4</sub> y SrSO <sub>4</sub>
CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	Todos los carbonatos son solubles menos el NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> y los del primer grupo
OH <sup>-</sup>	Todos son solubles menos los del primer grupo que son ligeramente insolubles
S <sup>2-</sup>	Todos los sulfitos son insolubles excepto los de la primera y segunda familia

- **DETERMINACION DE SODIO EN LOS ALIMENTOS**

- El consumo de sodio en exceso puede llevar a desarrollar enfermedades cardiovasculares, enfermedades relacionadas a la presión sanguínea y cerebro vasculares.
- Los alimentos enlatados, comida chatarra, embutidos y otros llevan gran cantidad de sodio, se sabe que el 70% del sodio consumido no viene de la sal de mesa.
- Los alimentos debe informo respecto al contenido de sodio.
- El titulante es una mezcla de  $Al(NO_3)_3/KNO_3$  y  $(NH_4F \cdot HF)$  en medio ácido. Al entrar en contacto con el sodio se forma el  $NaK_2AlF_6$  llamado "EPASOLITE", es te es un precipitado insoluble.





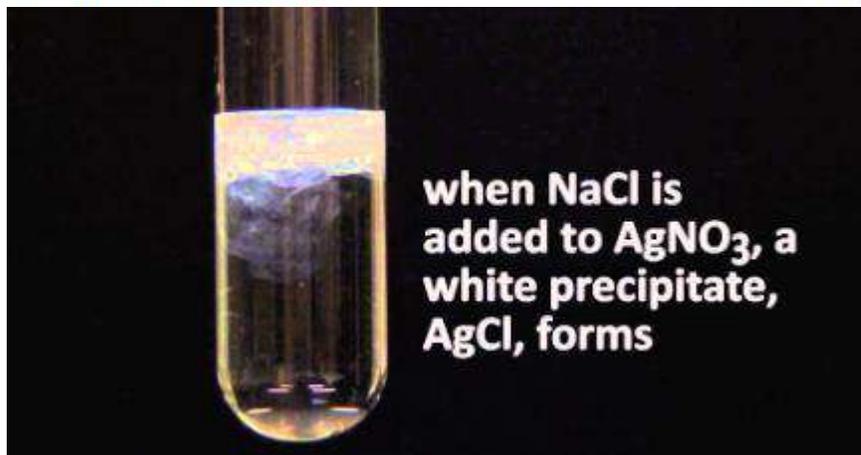
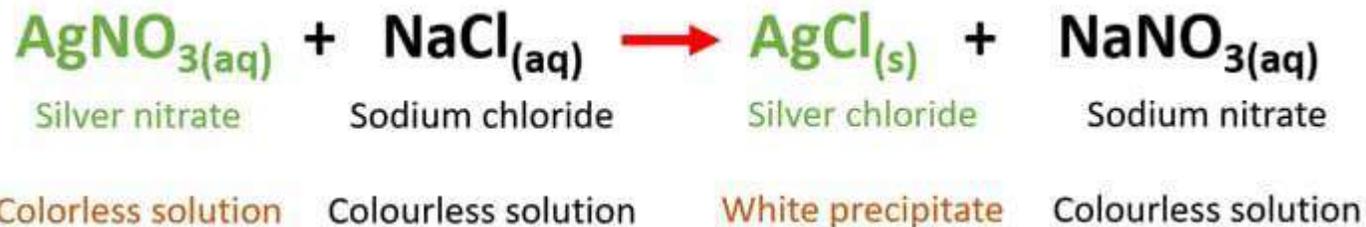
HI 931/HI 932



HI 4112 ISE  
PLOMO/SULFATO

# ARGENTOMETRÍA

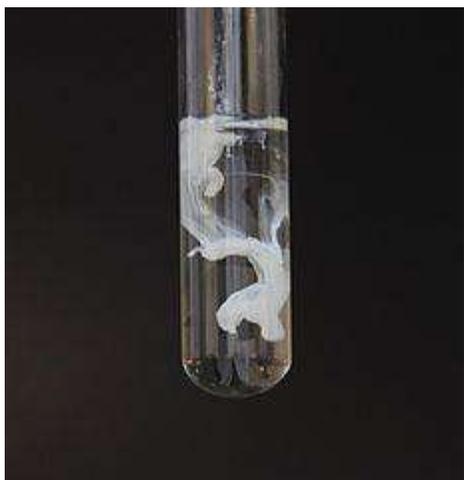
- La plata actúa como agente precipitante.
- La plata precipita de forma inmediata
- Útil para la determinación de sodio, cloruros y plata.



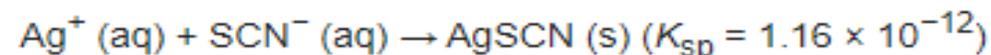
- INDUSTRIA DE LOS ALIMENTOS, CONSTRUCCION, : DETERMINACIÓN DE CLORUROS...¿Y PLATA?
- En la industria de la construcción el CaCl<sub>2</sub> es un aditivo para acelerar el fraguado del cemento.
- El uso de Cloruros en productos lácteos es muy común.
- Las naftas llevan cloruros de manera natural pero también el contenido de cloruro puede darse por residuos del proceso de limpieza de los cloruros orgánicos. Este es sumamente corrosivo para los motores.
- El método de Mohr es el mas común. Se titula con nitrato de plata 0,1N, la muestra debe estar neutralizada, para eso se puede recurrir a carbonato de calcio, bicarbonato, bórax o acido nítrico, según corresponda.



**1ml de AgNO<sub>3</sub> = 0,035457g de Cl = 0,058454 g de NaCl**

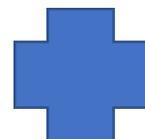
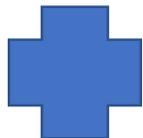


Método de Volhard o por retorno



**RETROTITULACIÓN**

# SOLUCIÓN HANNA



HI 4107 ISE  
CLORUROS

HI 4115 ISE PLATA

HI 5148B PLATA

HI 932C1/C2

**JUNTOS O POR SEPARADO SON  
APLICABLES PARA EL CASO**

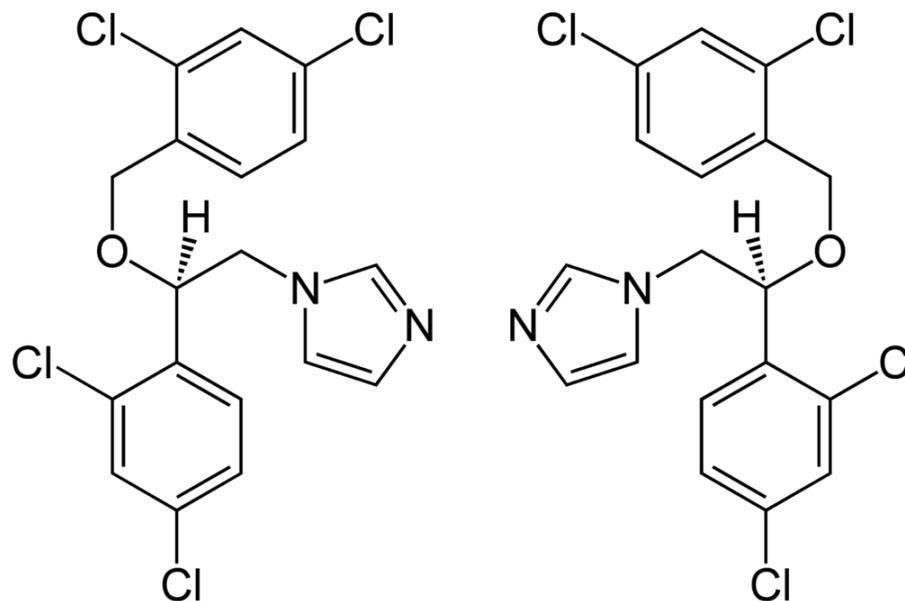
**HANNA INSTRUMENTS BOLIVIA**

# TITULACIÓN NO ACUOSA

- Algunas sustancias adquieren mejores características ácidas o básicas en solventes orgánicos. En caso de sustancias básicas estas se titulan con ácido perclórico en ácido acético glacial. En el caso de sustancias ácidas, el titulante puede ser un alcóxido de metales alcalinos o hidróxidos de tetralquilamonio.



- INDUSTRIA FARMACÉUTICA: DETERMINACIÓN NITRATO DE MICONAZOL
- Es un antifúngico usado en cremas por lo general y prácticamente insoluble en agua
- Pesar exactamente alrededor de 350 mg de Nitrato de Miconazol, disolver en 75 ml de ácido acético glacial, calentar si fuera necesario y titular con ácido perclórico 0,1 N determinando el punto final potenciométricamente. Cada ml de ácido perclórico 0,1 N equivale a 47,91 mg del compuesto



## • INDUSTRIA GAS AND OIL: DETERMINACIÓN TAN - TBN

- TAN: Número de ácido total para productos de petróleo (ASMT D-664)
- Los productos de petróleo pueden llevar aditivos o productos de degradación que son ácidos.
- La muestra se disuelve en disuelve en una muestra de tolueno y propan-2-ol y se titula potenciométricamente con hidróxido de potasio alcohólico con un electrodo de vidrio.
- TBN: Número de base total para productos de petróleo (ASMT D-2896)
- Los productos de petróleo pueden bases orgánicas e inorgánicas, aminas y sales que le dan un carácter básico.
- La muestra se disuelve en disuelve en una muestra de clorobenceno y ácido acético glacial y se titula potenciométricamente con ácido perclórico en ácido acético glacial con un electrodo de vidrio.

$$\text{Acid number, mg KOH/g} = (A - B) \times M \times 56.1/W$$

- A= volumen de KOH ; B=Valor de A en el blanco; M=concentración de KOH en mol/L; W= masa de la muestra en g.

$$BN, \text{ mg KOH/g} = [(E - F) \cdot N_A \cdot 56.1]/S \quad (6)$$

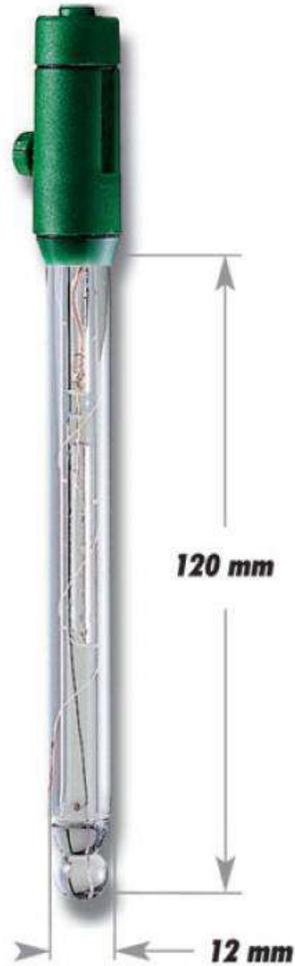
where:

- $E$  =  $\text{HClO}_4$  solution used to titrate the sample to the inflection point on the titration curve, mL,
- $F$  = volume corresponding to  $E$  for blank titration at same potential as sample, mL
- $N_A$  = normality of  $\text{HClO}_4$  solution, and
- $S$  = sample, g.

# SOLUCIÓN HANNA



HI 1151B (viene vacío, se llena con LiCl 3M)



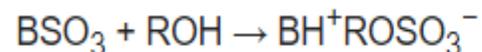
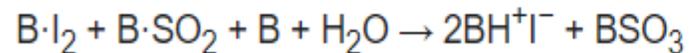
HI 931



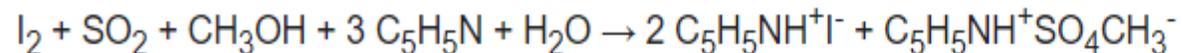
# TITULACIÓN KARL FISCHER

## DETERMINACIÓN DE HUMEDAD

Es una reacción entre el iodo molecular y dióxido de azufre disueltos ambos en una base y alcohol.



Si utilizamos piridina (C<sub>5</sub>H<sub>5</sub>N) y metanol (CH<sub>3</sub>OH), la reacción global quedaría de la forma:



El iodo se reduce a ion ioduro y el dióxido de azufre se oxida al complejo de ion sulfato. Para que tenga lugar la reacción es imprescindible la presencia de agua.

En otras palabras un mol de agua genera 2 electrones, este cambio de potencial ocasionado es detectado por el electrodo bipotencioametrico.



- Excelente manera de determinar el agua libre y unida a una muestra.
- Es el método mas preciso, rápido y reproducible. Sin mencionar que el rango es el mas amplio de 1 ppm hasta 100%.
- Cuantificar agua es de gran importancia ya que influye en las propiedades físicas y químicas de los materiales, vida útil, rendimiento de reacciones y acelera reacciones enzimáticas.
- Es el mas recomendado desde la normativa ASTM, farmacopeia americana y europea, etc.

# KARL FISCHER VOLUMETRICO

- El iodo es el titulante, se reconoce el punto final por un color café dorado, sin embargo, la técnica electrónica es mas común. Se usa para casos de elevado contenido de agua. (0.1% o 100ppm hasta 100%).
- La muestra debe estar disuelta completamente, por lo que el solvente debe ser adecuadamente seleccionado.
- El reactivo puede ser de un componente o dos componentes.
- El reactivo de un componente lleva el iodo, la base, el dióxido de sulfuro y el alcohol mezclado. El solvente no esta combinado con nada.
- El reactivo de dos componentes, lleva el iodo y metanol únicamente, y el solvente contiene la base y el dióxido de sulfuro.

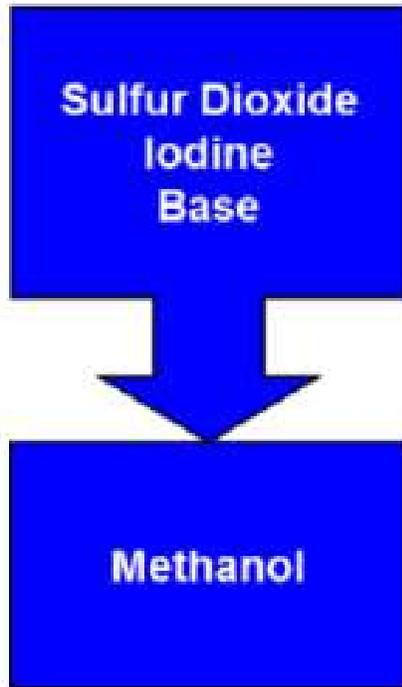


# TITULADOR AUTOMÁTICOS HI 933

- Bomba dosificadora de 40000 pasos, dosifica hasta 0.125 uL.
- Punta antidifusión
- Dosificación de titulante dinámica
- Sistema de titulante y solvente sellado
- Punto final personalizable
- Hasta 100 métodos de usuario y fabrica, y con informes personalizados.
- Varios periféricos adaptables.



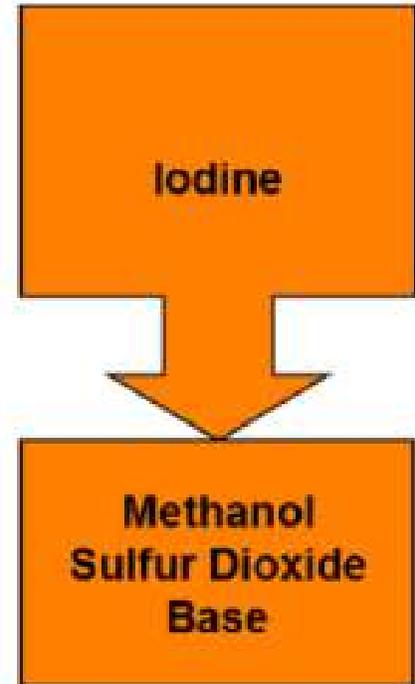
**Titrant**



**Solvent**

<b>One-Component</b>	<b>Two-Component</b>
+ High Flexibility + Simple Handling	+ Faster Titrations + High Stability
- Stability (two-years) - Titration Speed	- Less Flexible - Restricted Solvent Capacity

**Titrant**



**Solvent**

- INDUSTRIA ALIMENTOS: HUMEDAD EN LA MIEL

La humedad debe tener máximo 16% a 21% según establece el CODEX ALIMENTARIO

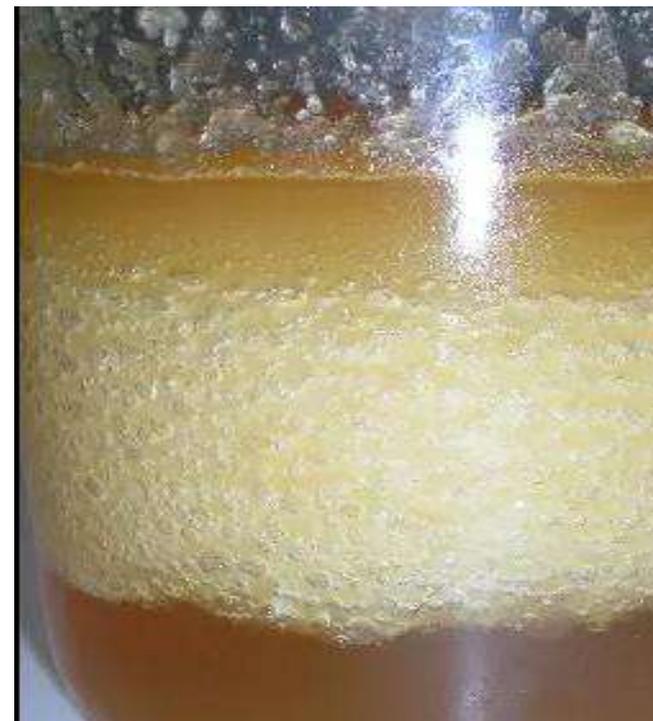
La humedad es un indicador de calidad de la miel, madurez y la capacidad de fermentarse mas o menos lento.

- Se utiliza el reactivo 5 mg/mL y el solvente es metanol seco.

**Calculations:**

Titrant units:	mg/mL
Titrant volume consumed:	V (mL)
Final results units:	% Mass
Titrant concentration:	5.0000 mg/mL
Sample mass:	0.1000 g

$$\% \text{ Mass} = \frac{V \times 5.0000}{0.1000 \times 10}$$



- INDUSTRIA ALIMENTOS: HUMEDAD EN EL AZUCAR

La humedad debe tener máximo entre 250 y 350 ppm.

- Se utiliza el reactivo 1 mg/mL  
y el solvente es metanol seco y cloroformo.

### Calculations:

Calculations:

Titrant units:	mg/mL
Titrant volume consumed:	V (mL)
Final results units:	ppm
Titrant concentration:	1.0000 mg/mL
Sample mass:	7.5000 g

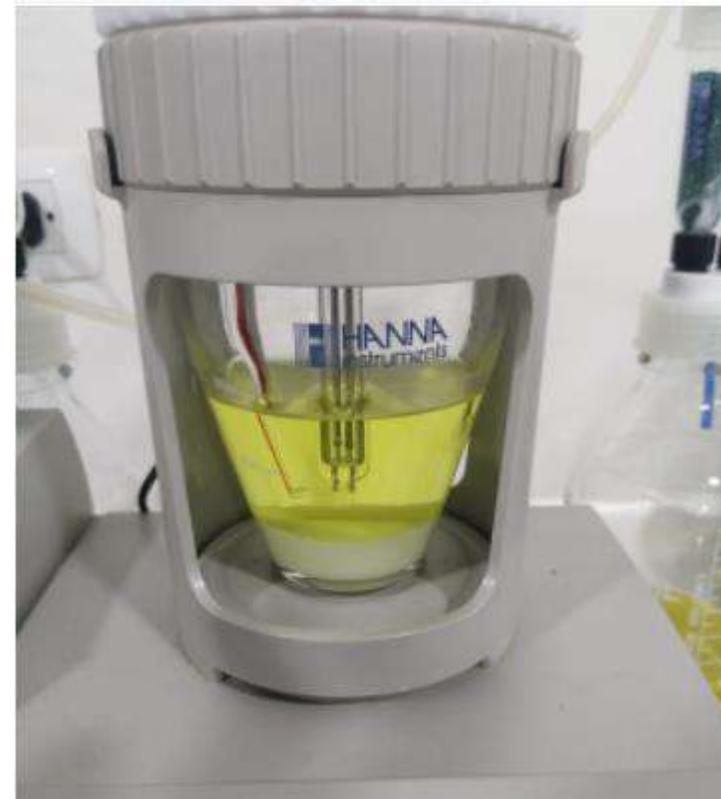
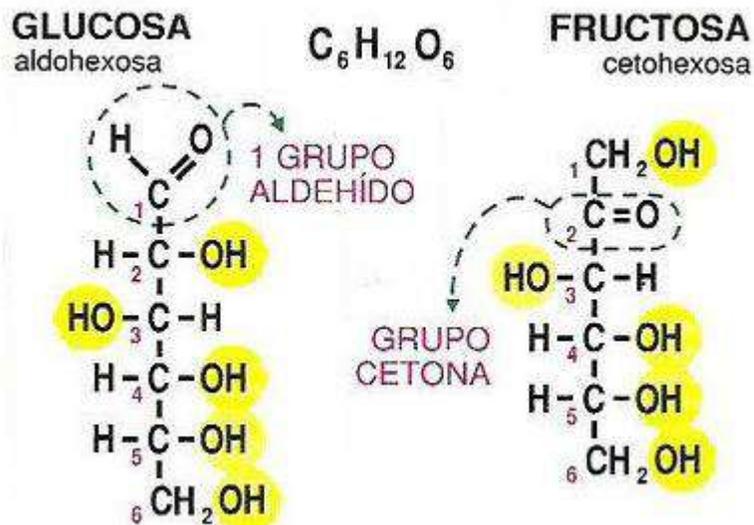
$$\text{ppm} = \frac{V \times 1.0000 \times 1000}{7.5000}$$



- INDUSTRIA FARMACEUTICA: HUMEDAD EN LA GLUCOSA

*La farmacopea indica que se realiza por Titulación volumétrica directa.*

Cuando en el rótulo se indique que Glucosa es anhidra no debe contener más de 1,0 %, determinado sobre 0,5 g. Cuando en el rótulo se indique que Glucosa es monohidrato debe contener entre 7,0 y 9,5 %, determinado sobre 0,5 g.



# KARL FISCHER COULOMETRICO HI 934

- Es para niveles muy bajos de agua desde 1ppm hasta 5% o 5000 ppm.
- El Iodo se genera en la celda mediante el paso de corriente (400mA), la bureta se sustituye por un electrodo generador.
- Sistema sellado
- Dosificación de titulante dinámica.
- Compensación de humedad externa (drift)
- 100 métodos de usuario y fábrica



- INDUSTRIA GAS AND OIL: HUMEDAD EN PRODUCTOS DE PETROLEO, LUBRICANTES Y ADITIVOS.

La ASTM D-6304-04 define una metodología para el ensayo y establece que se utilice un equipo Karl Fischer Coulométrico.

$$\begin{aligned} \text{water, mg/kg or } \mu\text{g/g} &= \frac{W_1}{W_2} \text{ or} \\ \text{water, } \mu\text{L/mL} &= \frac{V_1}{V_2} \end{aligned} \quad (1)$$

where:

$W_1$  = mass of water titrated,  $\mu\text{g}$ ,

$W_2$  = mass of sample used, g,

$V_1$  = volume of water titrated,  $\mu\text{L}$ , and

$V_2$  = volume of sample used, mL.

15.2 Calculate the water concentration, in mass or volume %, of the sample as follows:

$$\begin{aligned} \text{water, mass \%} &= \frac{W_1}{10\,000 \times W_2} \text{ or} \\ \text{volume \%} &= \frac{V_1}{10 \times V_2} \end{aligned} \quad (2)$$

where  $W_1$ ,  $W_2$ ,  $V_1$ , and  $V_2$  are same as in 15.1.



HI 933	HI 934
Rango de operación de 100 ppm (0.01%) – 100%	Rango de operación de 1 ppm (0.0001%) – 5 %
Maneja bomba dosificadora 40.000 pasos y bureta de 5 o 10 ml para dispensar el titulante (yodo)	El titulante es generado o producido por un electrodo generador con o sin diafragma
Muestras líquidas y sólidas	Preferiblemente muestras líquidas, sólidas con extracción externa
Cálculo del contenido de agua a partir del volumen dispensado de titulante (Volumétrico)	Cálculo del contenido de agua a partir de la cantidad requerida de corriente (Coulométrico)
Indicación potenciométrica del punto final	Indicación potenciométrica del punto final



**EN HANNA INSTRUMENTS  
ESTAMOS PARA COLABORARLE  
CON TODA LA ASESORÍA  
TÉCNICA NECESARIA PARA  
SATISFACER SUS NECESIDADES**

**NO DUDE EN CONTACTARSE!**

**HANNA INSTRUMENTS BOLIVIA**



#HannaContigo



#HannaContigo





GRACIAS!