

# 899 Coulometer



## Manual

8.899.8001E5 / 2020-02-25





Metrohm AG

CH-9100 Herisau

Suiza

Teléfono +41 71 353 85 85

Fax +41 71 353 89 01

[info@metrohm.com](mailto:info@metrohm.com)

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

# **899 Coulometer**

## **Manual**

Technical Communication  
Metrohm AG  
CH-9100 Herisau  
techcom@metrohm.com

Esta documentación está protegida con derechos de autor. Todos los derechos reservados.

Esta documentación se ha elaborado con la mayor precisión. No obstante puede que haya algún error. Le rogamos nos informe de eventuales errores a la dirección arriba indicada.

# Índice

|          |                                                           |          |
|----------|-----------------------------------------------------------|----------|
| <b>1</b> | <b>Introducción</b>                                       | <b>1</b> |
| 1.1      | Descripción del aparato                                   | 1        |
| 1.1.1    | Conectores                                                | 1        |
| 1.1.2    | Uso adecuado                                              | 2        |
| 1.2      | Acerca de la documentación                                | 2        |
| 1.2.1    | Convenciones gráficas                                     | 2        |
| 1.3      | Indicaciones de seguridad                                 | 3        |
| 1.3.1    | Indicaciones generales de seguridad                       | 3        |
| 1.3.2    | Seguridad eléctrica                                       | 3        |
| 1.3.3    | Conexiones de tubos y capilares                           | 5        |
| 1.3.4    | Disolventes y productos químicos combustibles             | 5        |
| 1.3.5    | Reciclaje y eliminación                                   | 5        |
| <b>2</b> | <b>Visión conjunta del aparato</b>                        | <b>6</b> |
| 2.1      | Parte anterior                                            | 6        |
| 2.2      | Parte posterior                                           | 7        |
| <b>3</b> | <b>Instalación</b>                                        | <b>8</b> |
| 3.1      | Instalación del aparato                                   | 8        |
| 3.1.1    | Embalaje                                                  | 8        |
| 3.1.2    | Comprobación                                              | 8        |
| 3.1.3    | Lugar de instalación                                      | 8        |
| 3.2      | Configuración de la célula de titulación para coulometría | 9        |
| 3.2.1    | Instalación de la célula de titulación                    | 9        |
| 3.2.2    | Preparación de la célula de titulación                    | 9        |
| 3.2.3    | Montaje del tubo de adición/aspiración (uso con Ti Stand) | 13       |
| 3.2.4    | Uso de la célula de titulación con horno de Karl Fischer  | 14       |
| 3.2.5    | Uso de la célula de titulación con cambiador de muestras  | 14       |
| 3.3      | Conexión del coulómetro a la alimentación eléctrica       | 14       |
| 3.3.1    | Conexión de la fuente de alimentación                     | 14       |
| 3.3.2    | Conexión de la Power Box                                  | 16       |
| 3.4      | Conexión de sensores                                      | 17       |
| 3.4.1    | Conexión de un electrodo generador                        | 17       |
| 3.4.2    | Conexión de un electrodo indicador                        | 18       |
| 3.4.3    | Conexión de un sensor de temperatura                      | 20       |
| 3.5      | Conexión de un agitador adicional                         | 21       |
| 3.6      | Conexión de una balanza                                   | 22       |
| 3.7      | Conectar un teclado, impresora u otros aparatos USB       | 24       |

|       |                                                                             |    |
|-------|-----------------------------------------------------------------------------|----|
| 3.8   | Conectar un cambiador de muestras al conector Remote .....                  | 27 |
| 4     | <b>Titulación coulométrica</b> .....                                        | 29 |
| 4.1   | <b>Principio de la coulometría según Karl Fischer</b> .....                 | 29 |
| 4.2   | <b>Trabajo con estándares de agua</b> .....                                 | 30 |
| 4.2.1 | Estándares de agua certificados .....                                       | 30 |
| 4.2.2 | Recomendaciones prácticas .....                                             | 30 |
| 4.3   | <b>Adición de muestras</b> .....                                            | 32 |
| 4.3.1 | Tamaño del peso de muestra .....                                            | 32 |
| 4.3.2 | Trabajo con muestras líquidas .....                                         | 33 |
| 4.3.3 | Trabajo con muestras sólidas .....                                          | 33 |
| 4.4   | <b>Condiciones óptimas de trabajo</b> .....                                 | 34 |
| 4.4.1 | Aspectos generales .....                                                    | 34 |
| 4.4.2 | Deriva .....                                                                | 34 |
| 4.4.3 | Recambio de reactivo .....                                                  | 35 |
| 4.4.4 | Electrodo indicador .....                                                   | 35 |
| 5     | <b>Manejo</b> .....                                                         | 36 |
| 5.1   | <b>Encender y apagar el aparato</b> .....                                   | 36 |
| 5.2   | <b>Fundamentos del manejo</b> .....                                         | 37 |
| 5.2.1 | El teclado .....                                                            | 37 |
| 5.2.2 | Estructura de las ventanas de diálogo .....                                 | 37 |
| 5.2.3 | Navegación en el diálogo .....                                              | 38 |
| 5.2.4 | Entrada de texto y números .....                                            | 38 |
| 5.2.5 | Selección en un listado de selección .....                                  | 39 |
| 5.3   | <b>Editor de fórmulas</b> .....                                             | 40 |
| 5.4   | <b>Métodos</b> .....                                                        | 41 |
| 5.4.1 | Plantillas de método .....                                                  | 41 |
| 5.4.2 | Cargar una plantilla de método .....                                        | 41 |
| 5.4.3 | Guardar un método .....                                                     | 42 |
| 5.4.4 | Exportar un método .....                                                    | 43 |
| 5.5   | <b>Control</b> .....                                                        | 44 |
| 5.6   | <b>Datos de muestra</b> .....                                               | 45 |
| 5.6.1 | Introducir los datos de muestra en el diálogo principal .....               | 45 |
| 5.6.2 | Consultar los datos de muestra durante el inicio de una determinación ..... | 46 |
| 5.7   | <b>Tabla de muestras</b> .....                                              | 47 |
| 5.7.1 | Aspectos generales .....                                                    | 47 |
| 5.7.2 | Editar datos muestra .....                                                  | 49 |
| 5.7.3 | Enviar el peso de muestra desde una balanza .....                           | 50 |
| 5.8   | <b>Ejecutar una determinación</b> .....                                     | 51 |
| 5.9   | <b>Modificaciones durante una determinación</b> .....                       | 54 |
| 5.9.1 | Editar los datos de muestra de la determinación en curso .....              | 54 |

|             |                                                                          |           |
|-------------|--------------------------------------------------------------------------|-----------|
| 5.9.2       | Editar una tabla de muestras en el transcurso de una determinación ..... | 55        |
| 5.9.3       | Editar parámetros en vivo .....                                          | 56        |
| <b>5.10</b> | <b>Resultados .....</b>                                                  | <b>57</b> |
| <b>5.11</b> | <b>Estadística .....</b>                                                 | <b>59</b> |
| <b>5.12</b> | <b>Imprimir manualmente un informe .....</b>                             | <b>60</b> |
| <b>5.13</b> | <b>Control manual .....</b>                                              | <b>62</b> |
| 5.13.1      | Agitar .....                                                             | 62        |
| <b>6</b>    | <b>Ajustes del sistema .....</b>                                         | <b>64</b> |
| 6.1         | Ajustes básicos .....                                                    | 64        |
| 6.2         | Gestión de las variables comunes .....                                   | 67        |
| 6.2.1       | Aspectos generales .....                                                 | 67        |
| 6.2.2       | Editar variables comunes .....                                           | 67        |
| 6.3         | Gestión de archivos .....                                                | 69        |
| 6.4         | Configuración de aparatos externos .....                                 | 70        |
| 6.5         | Diagnóstico de aparato .....                                             | 73        |
| 6.5.1       | Cargar versiones de programa y archivos de idioma .....                  | 73        |
| 6.5.2       | Funciones de diagnóstico .....                                           | 74        |
| <b>7</b>    | <b>Parámetros .....</b>                                                  | <b>75</b> |
| 7.1         | Titulaciones Karl Fischer coulométricas (KFC) .....                      | 75        |
| 7.1.1       | Acondicionamiento .....                                                  | 75        |
| 7.1.2       | Condiciones de arranque .....                                            | 77        |
| 7.1.3       | Parámetros de control .....                                              | 78        |
| 7.1.4       | Parámetros de titulación .....                                           | 81        |
| 7.1.5       | Condiciones de parada .....                                              | 83        |
| 7.1.6       | Cálculo .....                                                            | 84        |
| 7.1.7       | Estadística .....                                                        | 88        |
| 7.1.8       | Informes .....                                                           | 88        |
| <b>8</b>    | <b>Solución de problemas .....</b>                                       | <b>90</b> |
| 8.1         | Titulación Karl Fischer .....                                            | 90        |
| 8.2         | Miscelánea .....                                                         | 92        |
| <b>9</b>    | <b>Apéndice .....</b>                                                    | <b>94</b> |
| 9.1         | Velocidad de agitación .....                                             | 94        |
| 9.2         | Balanza .....                                                            | 95        |
| 9.3         | Aparatos USB .....                                                       | 96        |
| 9.3.1       | Teclado numérico USB 6.2147.000 .....                                    | 96        |
| 9.3.2       | Distribución de las teclas de un teclado USB .....                       | 97        |
| 9.3.3       | Ratón de PC .....                                                        | 97        |
| 9.3.4       | Impresora .....                                                          | 98        |

|        |                                                                     |     |
|--------|---------------------------------------------------------------------|-----|
| 9.4    | Parámetros de control y corriente de polarización .....             | 98  |
| 9.5    | Ejemplos de métodos para el trabajo con el horno Karl Fischer ..... | 100 |
| 9.6    | Inicialización del sistema .....                                    | 101 |
| 9.7    | Interface Remote .....                                              | 102 |
| 9.7.1  | Asignación de patillas del interface Remote .....                   | 102 |
| 9.7.2  | Diagrama de estado del interface Remote .....                       | 103 |
| 9.8    | Control remoto a través de una conexión RS-232 .....                | 104 |
| 9.8.1  | Instrucciones y variables .....                                     | 105 |
| 9.9    | Algoritmos de cálculo en 899 Coulometer .....                       | 106 |
| 10     | Características técnicas .....                                      | 109 |
| 10.1   | Entradas de medida .....                                            | 109 |
| 10.1.1 | Electrodo indicador .....                                           | 109 |
| 10.1.2 | Temperatura .....                                                   | 109 |
| 10.2   | Conector generador .....                                            | 109 |
| 10.2.1 | Electrodo generador .....                                           | 109 |
| 10.3   | Agitador interno .....                                              | 110 |
| 10.4   | Interfaces y conectores .....                                       | 110 |
| 10.5   | Alimentación eléctrica .....                                        | 110 |
| 10.6   | Temperatura ambiente .....                                          | 111 |
| 10.7   | Condiciones de referencia .....                                     | 111 |
| 10.8   | Dimensiones .....                                                   | 111 |
| 11     | Accesorios .....                                                    | 112 |
|        | Índice alfabético .....                                             | 113 |

# Índice de las ilustraciones

|           |                                                                                                 |     |
|-----------|-------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Figura 1  | Parte anterior 899 Coulometer .....                                                             | 6   |
| Figura 2  | Parte posterior 899 Coulometer .....                                                            | 7   |
| Figura 3  | Instalación de la célula de titulación (coulometría) .....                                      | 9   |
| Figura 4  | Llenado del tubo de adsorción .....                                                             | 10  |
| Figura 5  | Equipamiento de la célula de titulación (coulometría) .....                                     | 11  |
| Figura 6  | Montaje del tubo de adición/aspiración .....                                                    | 13  |
| Figura 7  | Conexión de la fuente de alimentación .....                                                     | 15  |
| Figura 8  | Conexión de la Power Box .....                                                                  | 16  |
| Figura 9  | Desenroscado de la tapa del electrodo generador .....                                           | 17  |
| Figura 10 | Roscado del cable de electrodo en el electrodo generador .....                                  | 18  |
| Figura 11 | Conexión de un electrodo generador .....                                                        | 18  |
| Figura 12 | Desenroscado de la tapa del electrodo indicador .....                                           | 19  |
| Figura 13 | Enroscado del cable de electrodo en el electrodo indicador .....                                | 19  |
| Figura 14 | Conexión de un electrodo indicador .....                                                        | 19  |
| Figura 15 | Conexión de un sensor de temperatura .....                                                      | 20  |
| Figura 16 | Conexión de un agitador .....                                                                   | 21  |
| Figura 17 | Conexión de la balanza mediante la RS-232/USB Box .....                                         | 22  |
| Figura 18 | Conectar los aparatos USB .....                                                                 | 24  |
| Figura 19 | Conectar una memoria USB .....                                                                  | 26  |
| Figura 20 | Conectar un teclado USB 6.2147.000 con memoria USB y impre-<br>sora .....                       | 27  |
| Figura 21 | Conectar un concentrador USB con memoria USB, impresora y el<br>RS-232/USB Box 6.2148.030 ..... | 27  |
| Figura 22 | Conectar el cable Remote .....                                                                  | 28  |
| Figura 23 | Teclado 899 Coulometer .....                                                                    | 37  |
| Figura 24 | Estructura de directorios en la memoria USB .....                                               | 69  |
| Figura 25 | Velocidad de rotación en función de la velocidad de agitación .....                             | 94  |
| Figura 26 | Parámetros de control y corriente de polarización .....                                         | 99  |
| Figura 27 | Asignación de patillas de la toma y del enchufe Remote-Stecker ....                             | 102 |
| Figura 28 | Diagrama de estado Remote .....                                                                 | 103 |
| Figura 29 | Conectar la RS-232/USB Box con el ordenador .....                                               | 104 |



# 1 Introducción

## 1.1 Descripción del aparato

El 899 Coulometer es un aparato que se utiliza para la determinación coulométrica del contenido de agua según Karl Fischer. Hay disponibles plantillas de método ya configuradas salvo por algunos de sus parámetros. Se pueden crear métodos y memorizarlos bajo otro nombre. Los métodos se pueden exportar a una memoria USB conectada. Esta función permite copiar métodos de un equipo a otro de una forma rápida y sencilla.

El 899 Coulometer posee un agitador magnético integrado visible en la parte superior de la carcasa. La célula de titulación (coulometría) puede colocarse cómodamente en el agitador magnético. Gracias a la ejecución compacta puede utilizar el aparato en un espacio pequeño como titulador independiente. La interface Remote le permite además conectar un cambiador de muestras con módulo de horno y ejecutar determinaciones de forma automatizada.

Como alternativa a la alimentación eléctrica con la fuente de alimentación incluida, el 899 Coulometer se puede utilizar con un acumulador (una Power Box). La Power Box es una opción que se vende por separado. Es adecuada especialmente para el uso en entornos con alimentación eléctrica inestable o inexistente.

### 1.1.1 Conectores

El aparato cuenta con los conectores siguientes:

- **Conector de red**  
Para conectar a la red de alimentación por medio de la fuente de alimentación incluida o bien para conectar a la Power Box 6.2164.500.
- **Conector MSB (Metrohm Serial Bus)**  
Para conectar un agitador adicional.
- **Conector USB (OTG)**  
Con el adaptador 6.2151.100 se puede, p. ej., conectar una impresora, una memoria USB o un teclado USB.
- **Conectores de sensores**  
Tres conectores para los siguientes tipos de sensores:
  - Electrodo de platino doble
  - Electrodo generador
  - Sensor de temperatura (Pt1000)
- **Conector hembra de puesta a tierra**  
Para la puesta a tierra del coulómetro.



- **Conector Remote**

Para conectar aparatos con interface Remote (p. ej. 885 *Compact Oven* SC).

### 1.1.2 Uso adecuado

El 899 Coulometer está concebido para el uso como un titulador en laboratorios analíticos. Su ámbito de aplicación es la determinación coulométrica del contenido de agua según Karl Fischer.

Este aparato es adecuado para procesar productos químicos y muestras combustibles. Por ello, para poder utilizar el 899 Coulometer es necesario que el usuario tenga conocimientos básicos y experiencia con el manejo de sustancias tóxicas y corrosivas. Además, se requieren conocimientos sobre la aplicación de las medidas de prevención de incendios prescritas en los laboratorios.

## 1.2 Acerca de la documentación



## ATENCIÓN

Lea la presente documentación atentamente antes de poner el aparato en funcionamiento. Esta documentación contiene información y advertencias que el usuario debe respetar a fin de garantizar la seguridad durante el funcionamiento del aparato.

### 1.2.1 Convenciones gráficas

En la presente documentación se utilizan los siguientes símbolos y formatos:

|                        |                                                                                                                                                 |
|------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| (5-12)                 | <b>Referencia cruzada a una figura</b><br>El primer número se refiere al número de la figura y el segundo, a la parte del aparato en la figura. |
| <b>1</b>               | <b>Paso de instrucción</b><br>Ejecute estos pasos sucesivamente.                                                                                |
| <b>Método</b>          | <b>Texto del diálogo, Parámetro</b> en el programa                                                                                              |
| <b>Archivo ► Nuevo</b> | Menú o elemento de menú                                                                                                                         |
| <b>[Continuar]</b>     | <b>Botón o tecla</b>                                                                                                                            |



## ADVERTENCIA

Este símbolo advierte de un posible peligro de muerte o de sufrir lesiones.



## ADVERTENCIA

Este símbolo advierte del riesgo de sufrir una descarga eléctrica.



## ADVERTENCIA

Este símbolo advierte del peligro por calor o piezas calientes.



## ADVERTENCIA

Este símbolo advierte de un posible peligro biológico.



## ATENCIÓN

Este símbolo advierte de un posible deterioro de los aparatos o de sus componentes.



**NOTA**

Este símbolo indica información y consejos adicionales.

### 1.3 Indicaciones de seguridad

### 1.3.1 Indicaciones generales de seguridad



## ADVERTENCIA

Utilice este aparato observando siempre las indicaciones de la presente documentación.

Este aparato ha salido de fábrica en perfecto estado técnico de seguridad. Para mantener este estado y para una operación segura del aparato, deben observarse escrupulosamente las siguientes indicaciones de seguridad.

### 1.3.2 Seguridad eléctrica

Queda garantizada la seguridad eléctrica para el manejo del aparato en el marco de la norma internacional IEC 61010.



## ADVERTENCIA

Solo se permite realizar trabajos de reparación en los componentes electrónicos al personal cualificado de Metrohm.



## ADVERTENCIA

No abra nunca la carcasa del aparato, ya que podría dañarlo. También existe el peligro de sufrir lesiones de consideración si se tocan componentes bajo tensión eléctrica.

En el interior de la carcasa no hay piezas en las que el usuario deba realizar ningún mantenimiento ni que deban sustituirse.

## Tensión de red



## ADVERTENCIA

Una tensión de red incorrecta puede dañar el aparato.

Utilice el aparato únicamente con la tensión de red especificada (véase la parte posterior del aparato).

## Protección contra cargas estáticas



## ADVERTENCIA

Los componentes electrónicos son sensibles a la carga estática y pueden resultar dañados por las descargas.

Desenchufe siempre el cable de alimentación de la toma de conexión a la red antes de conectar o desconectar dispositivos eléctricos en la parte posterior del aparato.

### 1.3.3 Conexiones de tubos y capilares



#### ATENCIÓN

Las fugas en las conexiones de los tubos y capilares son un riesgo para la seguridad. Apriete bien todas las conexiones a mano. Evitar emplear violencia excesiva con conexiones de tubos. Extremos de tubos dañados provocan fugas. Al aflojar conexiones, herramientas adecuadas se pueden utilizar.

Revisar con regularidad la estanqueidad de las conexiones. Si el aparato se utiliza preponderante en operación sin vigilancia, comprobaciones semanales son indispensables.

### 1.3.4 Disolventes y productos químicos combustibles

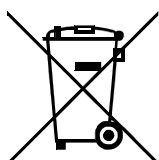


#### ADVERTENCIA

Al trabajar con disolventes y productos químicos combustibles se deben observar las medidas de seguridad correspondientes.

- Instale el aparato en un lugar bien ventilado (p. ej., vitrina de laboratorio).
- Mantenga alejadas del lugar de trabajo todas las fuentes de ignición.
- Elimine de inmediato los líquidos y materias sólidas derramados.
- Siga las indicaciones de seguridad del fabricante de los productos químicos.

### 1.3.5 Reciclaje y eliminación



Este producto pertenece a la Directiva 2012/19/CE del Parlamento Europeo y del Consejo, Directiva RAEE sobre residuos de aparatos eléctricos y electrónicos.

La correcta eliminación de su aparato usado ayuda a evitar los efectos negativos sobre el medio ambiente y la salud.

Podrá obtener más información sobre la eliminación de sus aparatos a través de las autoridades locales, de un servicio de recogida o del comercio distribuidor.

## 2 Visión conjunta del aparato

## 2.1 Parte anterior

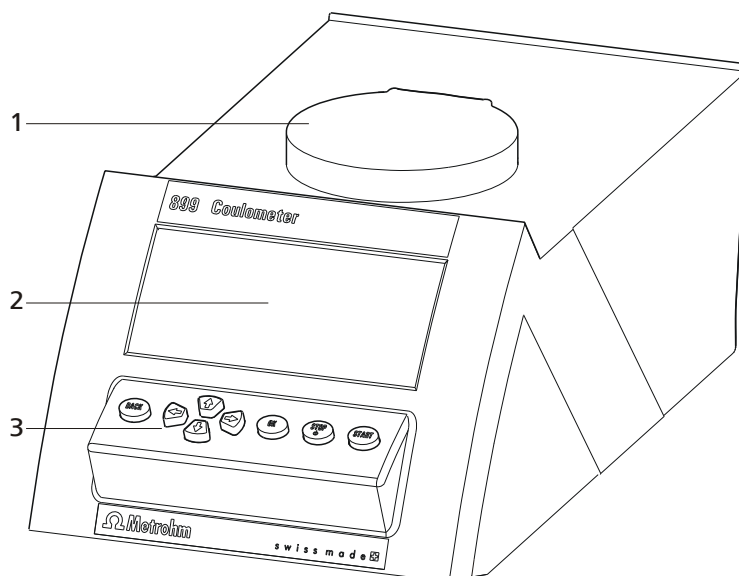


Figura 1 Parte anterior 899 Coulometer

- 1 Agitador magnético**  
Para colocar el soporte de recipiente de titulación.
- 3 Teclado**

- ## 2 Pantalla



### 3.1 Instalación del aparato

El aparato se suministra en un embalaje especial de excelentes propiedades de protección junto con los accesorios, que están embalados por separado. Conserve estos embalajes, ya que solo con ellos es posible un transporte seguro del aparato.

Compruebe inmediatamente después de la recepción el contenido del paquete con el albarán de entrega para verificar que el envío esté completo y no haya sufrido daños.

El aparato ha sido desarrollado para el uso en espacios interiores y no se debe utilizar en entornos potencialmente explosivos.

Ubique el aparato en un lugar del laboratorio favorable para el manejo y sin vibraciones, protegido de atmósferas corrosivas y de la contaminación por productos químicos.

Se recomienda proteger el aparato de los cambios excesivos de temperatura y de la irradiación solar directa.



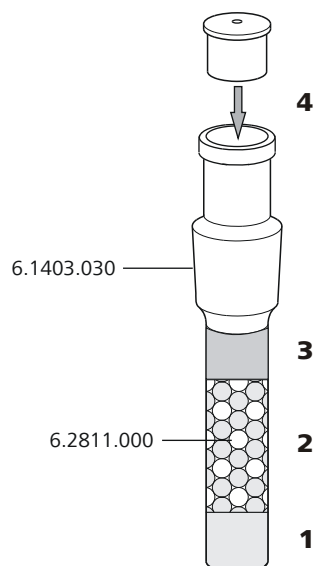


Figura 4 Llenado del tubo de adsorción

- 1 Coloque un pequeño tapón de algodón en la parte inferior del tubo de adsorción. No lo apriete demasiado.
- 2 Llénelo de tamiz molecular hasta las  $\frac{3}{4}$  partes.
- 3 Coloque un pequeño tapón de algodón en el tamiz molecular. No lo apriete demasiado.
- 4 Cierre el tubo de adsorción con la tapa correspondiente.



## AVISO

Tenga en cuenta que el tamiz molecular se debe sustituir a intervalos periódicos. Cada vez que llene el tubo de adsorción con tamiz molecular puede escribir la fecha directamente en el tubo de adsorción.

### Equipamiento de la célula de titulación

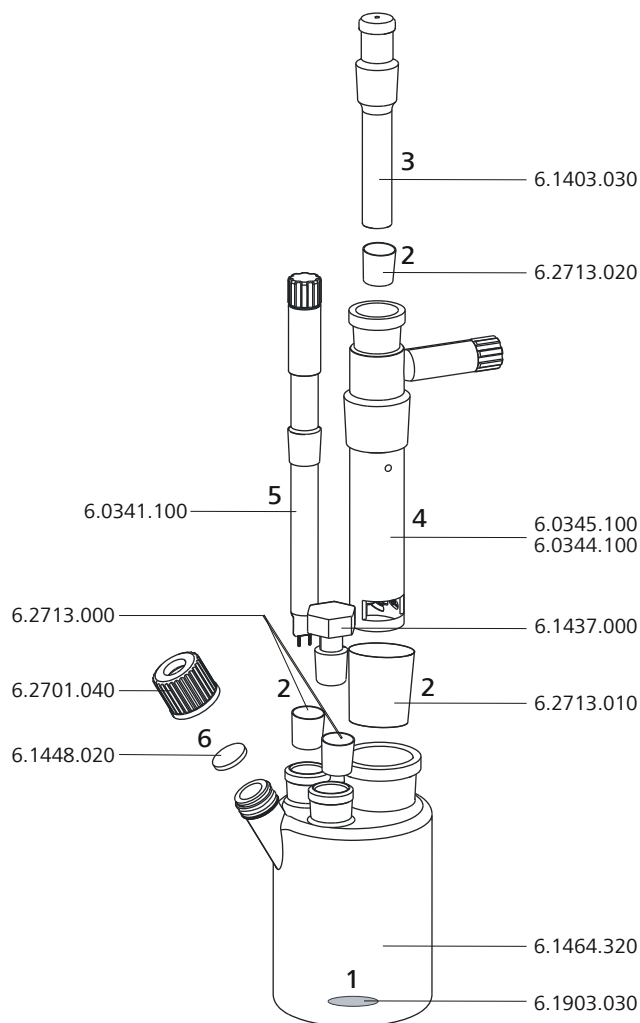


Figura 5 Equipamiento de la célula de titulación (coulometría)

Equipe la célula de titulación según sigue:

- 1** Deposite el imán agitador 6.1903.030 en la célula de titulación.

- 2** Corte los manguitos esmerilados 6.2713.0x0 a la longitud adecuada y coloque los componentes (electrodos, tubo de adsorción, etc.) en los orificios esmerilados.

Vigile que los cantos de los manguitos esmerilados estén cortados de forma limpia y que no queden flecos. Los manguitos esmerilados no deben sobresalir por el borde inferior del orificio esmerilado.

- 3** Inserte el tubo de adsorción 6.1403.030 en el electrodo generador.



- 4** Introduzca el electrodo generador sin diafragma 6.0345.100 o el electrodo generador con diafragma 6.0344.100 junto con el tubo de adsorción en el orificio esmerilado central.
- 5** Introduzca el electrodo indicador 6.0341.100 en el orificio esmerilado izquierdo.
- 6** Coloque el septo 6.1448.020 en el orificio delantero de la célula de titulación y atorníllelo con el tapón 6.2701.040.  
Enrosque el tapón lo suficiente para que se cierre herméticamente. El septo no debe deformarse.

### Llenado de la célula de titulación (electrodo generador con diafragma)

Si utiliza un electrodo generador con diafragma, proceda de la siguiente forma:

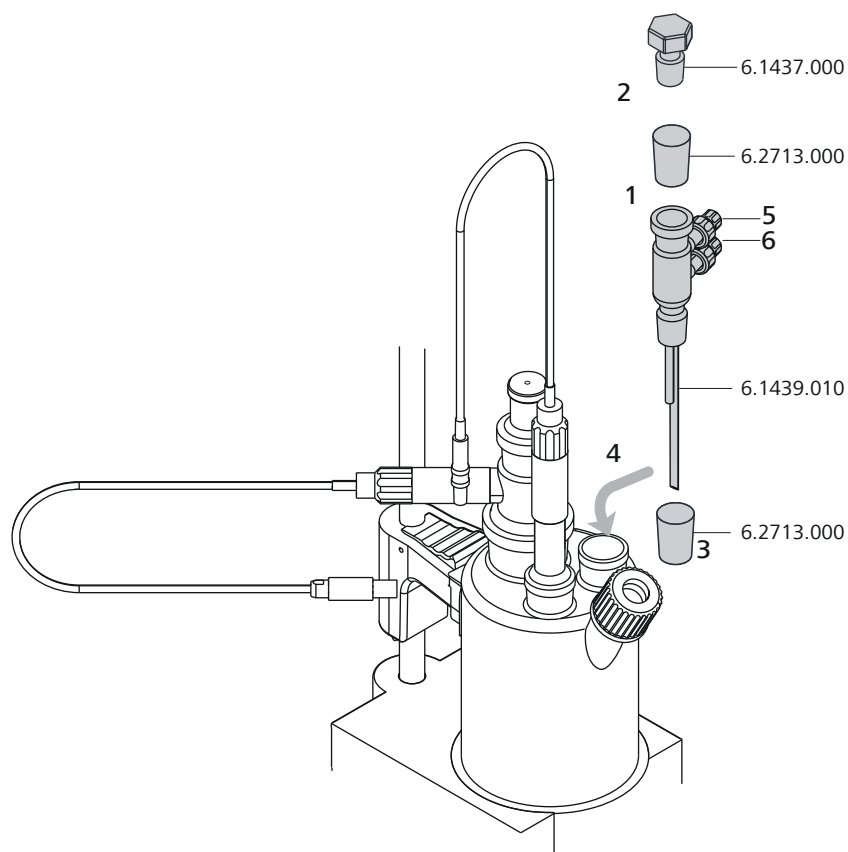
- 1 Introduzca aprox. 5 mL de catolito en el electrodo generador.
- 2 Añada aprox. 100 mL de anolito con ayuda de la tolva 6.2738.000 en la célula de titulación. El nivel del anolito deberá hallarse aprox. 1 a 2 mm sobre el nivel del catolito.
- 3 Cierre el último orificio esmerilado de la derecha con el tapón esmerilado 6.1437.000 (con el manquito esmerilado colocado).

### Llenado de la célula de titulación (electrodo generador sin diafragma)

Si utiliza un electrodo generador sin diafragma, proceda de la siguiente forma:

- 1 Añada aprox. 100 mL de reactivo con ayuda de la tolva 6.2738.000 en la célula de titulación.
- 2 Cierre el último orificio esmerilado de la derecha con el tapón esmerilado 6.1437.000 (con el manquito esmerilado colocado).

### 3.2.3 Montaje del tubo de adición/aspiración (uso con Ti Stand)



*Figura 6 Montaje del tubo de adición/aspiración*

Coloque el tubo de adición y aspiración en la célula de titulación según sigue:

- 1 Coloque el manguito esmerilado cortado 6.2713.000 en el orificio esmerilado del tapón 6.1437.000.
- 2 Coloque el tapón en el tubo de adición/aspiración 6.1439.010.
- 3 Coloque el manguito esmerilado cortado 6.2713.000 en el orificio esmerilado del tubo de adición/aspiración.
- 4 Introdúzcalo todo junto en el orificio esmerilado.
- 5 Conecte al conector superior del tubo de adición/aspiración (5) el tubo para la adición de reactivo.



- 6** Conecte al conector inferior del tubo de adición/aspiración (6) el tubo para la aspiración de la célula de titulación.

Encontrará la información detallada para la conexión del tubo de adición y el de aspiración en el manual de *803 Ti Stand*.

### 3.2.4 Uso de la célula de titulación con horno de Karl Fischer

Si las muestras expulsan su agua despacio o solo a elevadas temperaturas, se aplica el método de extracción térmica. La muestra se calienta en un horno KF (p. ej. *860 KF Thermoprep*) y el agua liberada se conduce con un gas portador a la célula de titulación. En el capítulo 9.5, *página 100* se indican los ajustes recomendados de los parámetros para la determinación con un horno de Karl Fischer.

Encontrará una descripción detallada de la estructura de la célula de titulación con horno KF en el manual correspondiente.

### 3.2.5 Uso de la célula de titulación con cambiador de muestras

Si el número de muestras es muy grande, la determinación del contenido de agua se puede automatizar con la ayuda de un cambiador de muestras con módulo de horno (p. ej. *885 Compact Oven SC*). En el capítulo 9.5, *página 100* se indican los ajustes recomendados de los parámetros para la determinación con un horno de Karl Fischer.

Encontrará una descripción detallada de la estructura de la célula de titulación con el cambiador de muestras en el manual correspondiente.

### 3.3 Conexión del coulómetro a la alimentación eléctrica

El 899 Coulometer se puede alimentar de dos maneras:

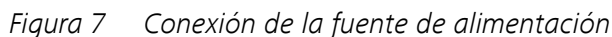
- Conectando el coulómetro directamente a la red mediante la fuente de alimentación incluida.
- Conectando el coulómetro a la Power Box 6.2164.500, cuando no hay disponible una red estable.

### 3.3.1 Conexión de la fuente de alimentación

El 899 Coulometer posee una fuente de alimentación externa para la alimentación eléctrica de 24 V (CC). Esta se conecta a la toma de conexión a la red del coulómetro.



Utilice el aparato únicamente con la tensión de red especificada. Utilice para ello exclusivamente la fuente de alimentación incluida.



**1** Conecte el enchufe macho de la fuente de alimentación externa a la toma de conexión a la red (2-7) del coulómetro.



El enchufe macho de la fuente de alimentación cuenta con una protección contra la extracción para impedir la extracción accidental del cable. Si se retira el enchufe macho, se debe retirar primero el manguito del enchufe.

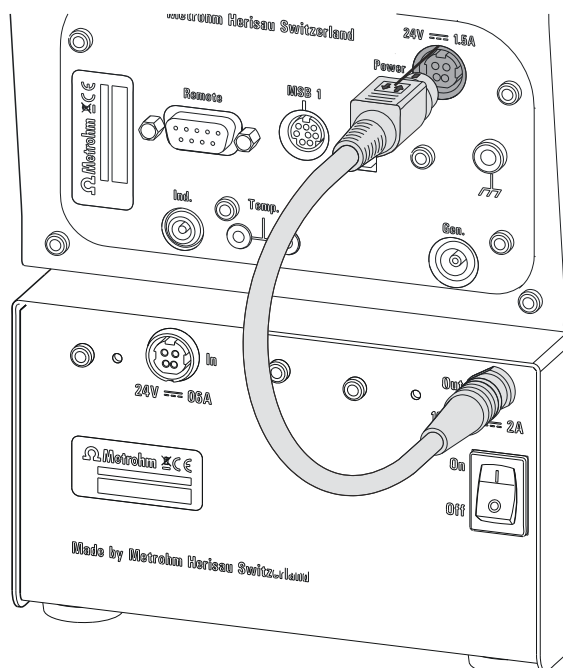
**2** Conecte el cable de red a la fuente de alimentación externa del coulómetro y a la red.



Apague el 899 Coulometer pulsando la tecla roja **[STOP]** de la forma correcta antes de interrumpir la entrada de corriente. De lo contrario, existe el riesgo de perder los datos.

### 3.3.2 Conexión de la Power Box

De forma alternativa a la alimentación eléctrica a través de la red, existe la posibilidad de alimentar el 899 Coulometer mediante la Power Box 6.2164.500. De este modo, es posible utilizar el aparato en entornos en los que no existe una red estable. Encontrará información detallada sobre la Power Box en el manual correspondiente.



*Figura 8 Conexión de la Power Box*

Proceda de la siguiente forma:

- 1** Conecte el enchufe macho de la Power Box a la toma de conexión a la red (2-7) del coulómetro.



## AVISO

El enchufe macho de la Power Box cuenta con una protección contra la extracción accidental del cable. Si se retira el enchufe macho, se debe retirar primero el manquito del enchufe.



## ATENCIÓN

Apague el 899 Coulometer pulsando la tecla roja **[STOP]** de la forma correcta antes de interrumpir la conexión con la Power Box. De lo contrario, existe el riesgo de perder los datos.

## 3.4 Conexión de sensores

La interface de medida incluye las siguientes entradas de medida:

- **Gen.** para un electrodo generador
- **Ind.** para un electrodo de platino doble
- **Temp.** para un sensor de temperatura del tipo Pt1000



### ATENCIÓN

Se debe evitar en todo caso intercambiar los cables de electrodo del electrodo indicador y el electrodo generador. Para ello, se deben marcar los cabezales roscados de los diferentes cables.

### 3.4.1 Conexión de un electrodo generador

#### Roscado del cable de electrodo en el electrodo generador

- 1 Desenrosque la tapa del electrodo generador.

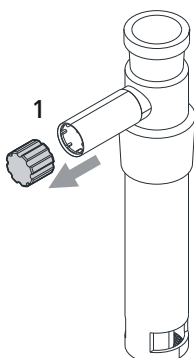


Figura 9 Desenroscado de la tapa del electrodo generador

- 2 Apriete el cable de electrodo 6.2104.120 en el electrodo generador.

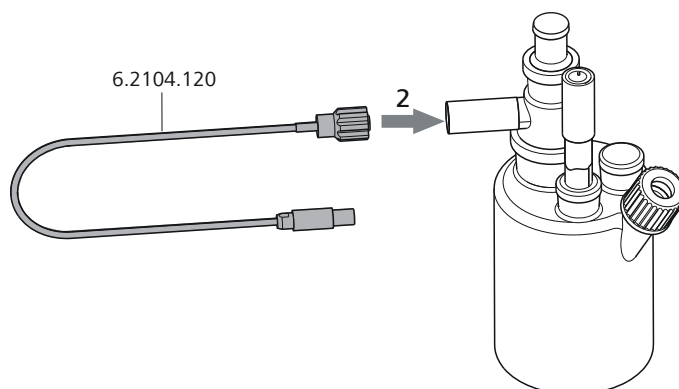


Figura 10 Roscado del cable de electrodo en el electrodo generador

### Conexión del cable de electrodo al coulómetro

- 1 Introduzca el enchufe macho del electrodo en el enchufe hembra **Gen.** del coulómetro.

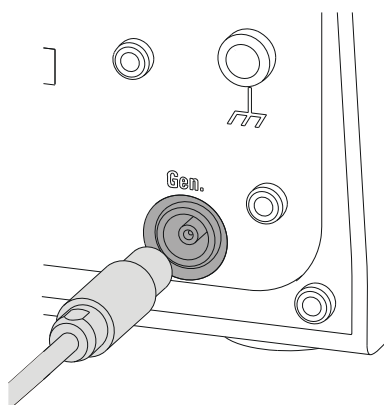


Figura 11 Conexión de un electrodo generador



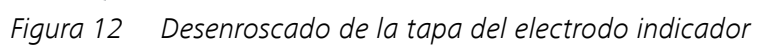
#### AVISO

El cable de electrodo cuenta con una protección contra su extracción accidental. Si se retira el enchufe macho, se debe retirar primero el manguito externo del enchufe.

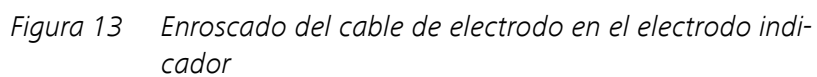
### 3.4.2 Conexión de un electrodo indicador

#### Enroscado del cable de electrodo en el electrodo indicador

- 1 Desenrosque la tapa del electrodo indicador.

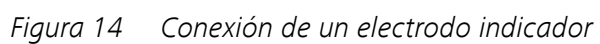


- 2



### Conexión del cable de electrodo al coulómetro

- 1





## AVISO

El cable de electrodo cuenta con una protección contra su extracción accidental. Si se retira el enchufe macho, se debe retirar primero el manguito externo del enchufe.

### 3.4.3 Conexión de un sensor de temperatura

Al conector **Temp.** se puede conectar un sensor de temperatura del tipo Pt1000.

Conecte el sensor de temperatura del siguiente modo:

- 1** Introduzca el enchufe macho del sensor de temperatura en los enchufes hembra **Temp.** del coulómetro.

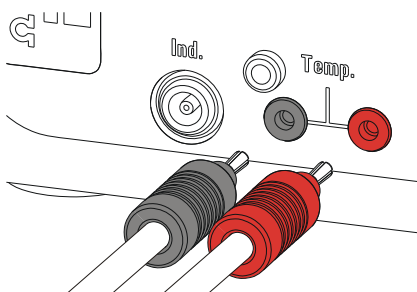


Figura 15 Conexión de un sensor de temperatura



## AVISO

Introduzca el enchufe macho rojo siempre en el enchufe hembra de color rojo. Solo así se puede garantizar el blindaje contra las interferencias eléctricas.

### 3.5 Conexión de un agitador adicional

En lugar del agitador magnético integrado se pueden utilizar los agitadores magnéticos *801 Stirrer* o *803 Ti Stand*.

Proceda de la siguiente forma:

- 1 Apague el coulómetro.
- 2 Conecte el cable de conexión del agitador magnético al MSB 1 en la parte posterior del coulómetro.

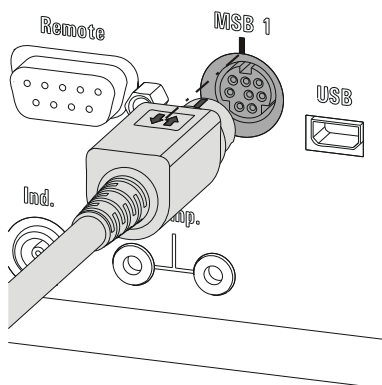


Figura 16 Conexión de un agitador



#### AVISO

Compruebe que el lado plano del enchufe macho coincide con la marca del enchufe hembra.

- 3 Ponga en marcha el coulómetro.

### 3.6 Conexión de una balanza

Normalmente las balanzas disponen de un interface serie RS-232. Para conectar una balanza necesitará la RS-232/USB Box 6.2148.030.

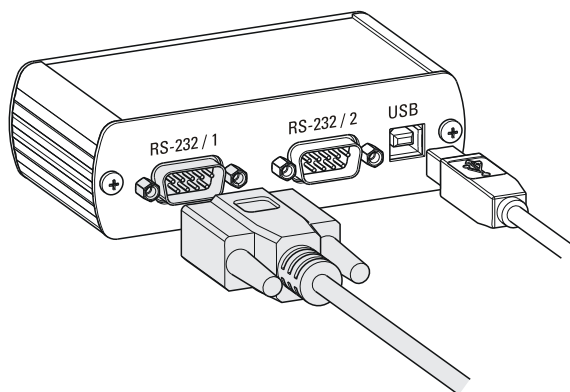


Figura 17 Conexión de la balanza mediante la RS-232/USB Box

Proceda de la siguiente forma:

- 1** Conecte la RS-232/USB Box con cable de conexión (USB A - USB B) 6.2151.020 al conector USB (OTG) del coulómetro.

Puede conectar la RS-232/USB Box mediante un concentrador USB o bien mediante un adaptador USB MINI (OTG) - USB A 6.2151.100 (véase capítulo 3.7, página 24) al coulómetro.

- 2** En el conector **RS-232/1** del enchufe macho de 9 polos, conecte el cable de conexión de la balanza correspondiente. Para conocer cuál es el cable de conexión adecuado de la balanza, consulte la lista siguiente o contacte con el fabricante de la balanza.



# AVISO

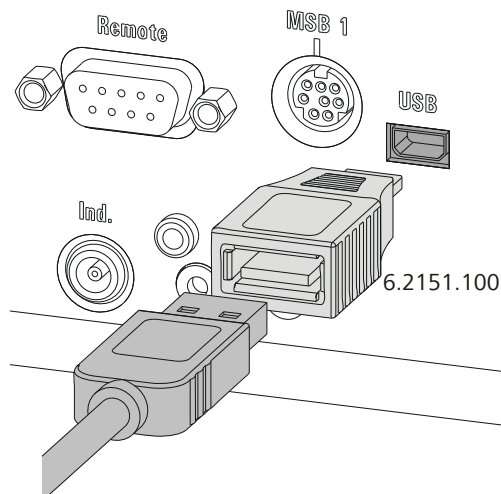
Los parámetros de las interfaces RS-232 del 899 Coulometer y la balanza deben ser los mismos (véase "Editar los ajustes de COM1", página 72). Consulte también el manual de la balanza.

En la siguiente tabla se recogen las balanzas que se pueden utilizar con el 899 Coulometer y los cables necesarios para la conexión a la interface RS-232:

| Balanza                                                                                     | Cable                                                                                                                                                     |
|---------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| AND ER, FR, FX con interface RS-232 (OP-03)                                                 | 6.2125.020 + 6.2125.010                                                                                                                                   |
| Mettler AB, AG, PR (LC-RS9)                                                                 | Incluido en el suministro básico de la balanza                                                                                                            |
| Mettler AM, PM, PE con interface opción 016<br>o<br>Mettler AJ, PJ con interface opción 018 | 6.2146.020 + 6.2125.010<br>accesorios adicionales de Mettler: adaptador ME 47473 y, o bien interruptor manual ME 42500, o bien pedal interruptor ME 46278 |
| Mettler AT                                                                                  | 6.2146.020 + 6.2125.010<br>accesorios adicionales de Mettler: interruptor manual ME 42500 o pedal interruptor ME 46278                                    |
| Mettler AX, MX, UMX, PG, AB-S, PB-S, XP, XS                                                 | 6.2134.120                                                                                                                                                |
| Mettler AE con interface opción 011 o 012                                                   | 6.2125.020 + 6.2125.010<br>accesorios adicionales de Mettler: interruptor manual ME 42500 o pedal interruptor ME 46278                                    |
| Ohaus Voyager, Explorer, Analytical Plus                                                    | Cable AS017-09 de Ohaus                                                                                                                                   |
| Balanzas Precisa con interface RS-232-C                                                     | 6.2125.080 + 6.2125.010                                                                                                                                   |
| Sartorius MP8, MC, LA, Genius, Cubis                                                        | 6.2134.060                                                                                                                                                |
| Shimadzu BX, BW                                                                             | 6.2125.080 + 6.2125.010                                                                                                                                   |

### 3.7 Conectar un teclado, impresora u otros aparatos USB

El 899 Coulometer cuenta con un conector USB (OTG). Utilice el adaptador USB MINI (OTG) - USB A 6.2151.100 incluido para conectar aparatos USB.



*Figura 18 Conectar los aparatos USB*



## ATENCIÓN

Apague el aparato, antes de enchufar o desconectar un aparato USB o una memoria USB.

El 899 Coulometer solamente puede reconocer el aparato USB después de ponerlo en marcha.



## AVISO

Muchos aparatos USB necesitan un concentrador USB para poder funcionar correctamente.

Un concentrador USB es un distribuidor al que se pueden conectar varios aparatos USB. Los concentradores USB se venden en los comercios especializados con diversas variaciones.

El teclado numérico USB 6.2147.000 puede utilizarse como concentrador USB además de como teclado. Cuenta con dos conectores USB. No obstante, en estos dos conectores USB no se pueden conectar teclados de PC, lectores de códigos de barras ni teclados adicionales con teclado numérico. Estos aparatos se reconocen como aparatos de entrada (igual que el teclado numérico USB), que no se pueden conectar en serie.

En la lista siguiente se muestran los diferentes aparatos USB que se pueden conectar y la forma de conectarlos al Coulometer.

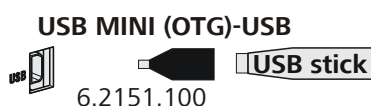
| Aparato USB                                                                                              | Opciones de conexión                                                                                                                                                            |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Lápices USB (para realizar la copia de seguridad o para guardar métodos)                                 | <ul style="list-style-type: none"> <li>Con adaptador USB MINI (OTG) - USB A 6.2151.100</li> <li>Con concentrador USB</li> <li>Con un teclado numérico USB 6.2147.000</li> </ul> |
| Teclado numérico USB 6.2147.000 (para introducir cifras cómodamente y navegar por los diálogos)          | <ul style="list-style-type: none"> <li>Con adaptador USB MINI (OTG) - USB A 6.2151.100</li> <li>Con concentrador USB</li> </ul>                                                 |
| Caja RS-232/USB 6.2148.030 (para la conexión de una balanza o un PC, o para el manejo remoto por RS-232) | <ul style="list-style-type: none"> <li>Con adaptador USB MINI (OTG) - USB A 6.2151.100</li> <li>Con concentrador USB</li> <li>Con un teclado numérico USB 6.2147.000</li> </ul> |
| Concentrador USB (con o sin alimentación eléctrica propia)                                               | <ul style="list-style-type: none"> <li>Con adaptador USB MINI (OTG) - USB A 6.2151.100</li> </ul>                                                                               |
| Impresora "Custom Neo's" con cable 6.2151.120                                                            | <ul style="list-style-type: none"> <li>Directamente al conector USB (OTG) del 899 Coulometer</li> </ul>                                                                         |

| Aparato USB                                                                | Opciones de conexión                                                                                                                                                                                                                                                   |
|----------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Impresora "Custom Neo's" con cable 6.2151.020                              | <ul style="list-style-type: none"> <li>Con adaptador USB MINI (OTG) - USB A 6.2151.100</li> <li>Con concentrador USB</li> <li>Con un teclado numérico USB 6.2147.000</li> </ul>                                                                                        |
| Impresora USB con cable de conexión 6.2151.020                             | <p>según el modelo de impresora:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>Con adaptador USB MINI (OTG) - USB A 6.2151.100</li> </ul> <p>o</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>Con concentrador USB</li> <li>Con un teclado numérico USB 6.2147.000</li> </ul> |
| Ratón de PC con cable USB (para navegar por el diálogo)                    | <ul style="list-style-type: none"> <li>Con concentrador USB</li> <li>Con un teclado numérico USB 6.2147.000</li> </ul>                                                                                                                                                 |
| Teclado de PC con cable USB (para introducir letras y números cómodamente) | <ul style="list-style-type: none"> <li>Con concentrador USB</li> </ul>                                                                                                                                                                                                 |
| Lector de código de barras con cable USB                                   | <ul style="list-style-type: none"> <li>Con concentrador USB</li> </ul>                                                                                                                                                                                                 |
| Teclado con bloque numérico con cable USB                                  | <ul style="list-style-type: none"> <li>Con concentrador USB</li> </ul>                                                                                                                                                                                                 |

En caso de que desee conectar **varios aparatos distintos sin alimentación eléctrica propia**, deberá utilizar posiblemente un concentrador USB con alimentación propia (*autoalimentado*). El conector USB (OTG) del 899 Coulometer no está diseñado para alimentar a varios aparatos con necesidades de alimentación elevadas.

Siga asimismo las notas en *capítulo 9.3, página 96*.

### Ejemplos:



*Figura 19 Conectar una memoria USB*





## 4 Titulación coulométrica

### 4.1 Principio de la coulometría según Karl Fischer

La **titulación coulométrica Karl Fischer** es una variante del método clásico de determinación del agua según Karl Fischer. El método tradicional trabaja con una solución metanólica de yodo, dióxido de azufre y una base como sustancia tampón. Cuando se titula una muestra con contenido de agua, se producen varias reacciones que se pueden resumir con la siguiente ecuación:



Según la ecuación anterior,  $\text{I}_2$  reacciona cuantitativamente con  $\text{H}_2\text{O}$ . Esta ecuación química constituye la base para la determinación del agua.

En la **titulación coulométrica Karl Fischer** se genera el yodo necesario directamente por vía electroquímica en el electrolito yodado ("bureta electrónica"). Entre la cantidad de carga eléctrica y la cantidad de yodo generado existe una estricta relación cuantitativa que se utiliza para la dosificación del yodo altamente precisa. Dado que el método coulométrico de Karl Fischer es una **determinación absoluta**, no se debe determinar ningún título. Solo hay que asegurarse de que la reacción que genera el yodo discurre con un 100% de rendimiento de corriente. Esto lo garantizan todos los reactivos disponibles actualmente.

La indicación del punto final se realiza voltamétricamente aplicando una corriente alterna de intensidad constante a un electrodo de platino doble. Esto ocasiona una diferencia de potencial entre los cables de Pt. Esta diferencia se reduce drásticamente en el momento en que existen pequeñas cantidades de yodo libre. Esta circunstancia se utiliza para determinar el punto final de la titulación.

## 4.2 Trabajo con estándares de agua

#### 4.2.1 Estándares de agua certificados

Para la validación del aparato como un sistema completo integrado deben emplearse estándares de agua certificados convencionales con contenidos de agua de  $1,00 \pm 0,003 \text{ mg/g}$  y/o  $0,10 \pm 0,005 \text{ mg/g}$ .



## AVISO

El estándar de agua de 1,0 mg/g es más fácil de manipular y, por tanto, preferible.

*Tabla 1 Gamas del peso de muestra recomendadas*

|                           |             |
|---------------------------|-------------|
| Estándar de agua 1,0 mg/g | 0,2...2,0 g |
| Estándar de agua 0,1 mg/g | 0,5...5,0 g |

### 4.2.2 Recomendaciones prácticas

Para la validación es necesario trabajar con precisión. Para minimizar las posibles imprecisiones en la medición, la preparación y el procesamiento de muestras se realizarán según una secuencia definida:

- 1 Póngase guantes (siempre en la titulación Karl Fischer).
- 2 Use una jeringa limpia.



## AVISO

Si trabaja con el estándar de agua de 0,1 mg/g, debe utilizar una jeringa de vidrio. Si trabaja con el estándar de agua de 1,0 mg/g, puede utilizar una jeringa de plástico o una de vidrio.

- 3 Tome una ampolla nueva de estándar de agua y agítela unos instantes.
- 4 Colóquese un pañuelo de papel plegado entre el pulgar y el dedo índice y rompa la ampolla por la marca.
- 5 Succione aprox. 1 mL del estándar de agua con la jeringa.

- 6** Levante el pistón de la jeringa hasta el final y gire ligeramente la jeringa.  
El interior de la jeringa se enjuaga con el estándar de agua y se elimina la contaminación del agua.
- 7** Deseche el estándar de agua usado en una botella de residuos.
- 8** Succione el resto del estándar de agua en la jeringa, con el mínimo de aire posible.
- 9** Expulse las eventuales burbujas de aire del interior de la jeringa.
- 10** Limpie la aguja con un pañuelo de papel sin pelusas y cúbrala con el capuchón correspondiente.
- 11** Ponga la jeringa en la balanza y pulse **[TARA]**.
- 12** En cuanto la deriva en el 899 Coulometer sea estable, coja la jeringa, pulse **[START]** (inicio) e inyecte aprox. 1 mL del estándar de agua a través del septo.  
Esto se puede realizar de dos modos diferentes:
  - Variante 1:  
Inyecte el estándar de agua sin sumergir la aguja en el líquido reactivo. En caso de que quede una pequeña gota colgando en el extremo de la aguja, esta se debe absorber de nuevo antes de sacar la aguja del septo.  
El estándar de agua no se debe rociar sobre el electrodo ni contra la pared de la célula de titulación.
  - Variante 2:  
Inyecte el estándar de agua directamente bajo la superficie del líquido reactivo.  
Al hacerlo, debe procurar no aspirar nada de líquido al retirar la jeringa del líquido reactivo.
- 13** Tape la jeringa con el mismo capuchón y vuelva a colocarla en la balanza.
- 14** Lea el valor indicado en la balanza e introdúzcalo como peso de muestra en el Coulometer.  
Si ha conectado una balanza en el Coulometer, puede enviar el peso de muestra directamente desde la balanza.

- 15** Una vez que haya finalizado la determinación y la célula de titulación vuelva a estar acondicionada (deriva estable), se puede iniciar la siguiente determinación.

### 4.3 Adición de muestras

Este capítulo contiene algunas instrucciones para la adición de muestras. Sin embargo, no es posible tratar por completo este tema. En los documentos del fabricante de reactivos y en los siguientes **Application Bulletin de Metrohm** encontrará más información al respecto:

| Boletín n.º | Título                                                                                                                     |
|-------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| N.º 142     | Determinación del contenido de agua según Karl Fischer en gases no explosivos                                              |
| N.º 145     | Determinación de bajo contenido de agua en plásticos según el método del horno KF                                          |
| N.º 209     | Determinaciones del contenido de agua coulométricas según Karl Fischer en aceites aislantes, hidrocarburos y sus derivados |

### 4.3.1 Tamaño del peso de muestra

El peso de la muestra debería ser pequeño para poder titular el máximo número posible de muestras en la misma solución de electrolito y para acortar el tiempo de titulación. Asegúrese de que la muestra contenga al menos 50 µg H<sub>2</sub>O. La tabla siguiente sirve de orientación para el peso de muestra.

*Tabla 2*    *Peso de muestra recomendado*

| Contenido de agua de la muestra | Peso de muestra | Contenido de agua resultante |
|---------------------------------|-----------------|------------------------------|
| 10 000 ppm = 1%                 | 10 mg...100 mg  | 100 µg...1000 µg             |
| 1000 ppm = 0,1%                 | 100 mg...1 g    | 100 µg...1000 µg             |
| 100 ppm = 0,01%                 | 1 g             | 100 µg                       |
| 10 ppm = 0,001%                 | 5 g             | 50 µg                        |

### 4.3.2 Trabajo con muestras líquidas

Las **muestras líquidas** se añaden utilizando una jeringa. Las muestras se pueden inyectar de dos maneras:

- tomando una jeringa con una aguja larga que se sumergirá en el reactivo durante la inyección
- tomando una jeringa con una aguja corta y volviendo a aspirar la última gota en la aguja.

La mejor forma de determinar la cantidad de muestra inyectada es pesando por diferencia la muestra.

Para las **determinaciones de trazas y validaciones** se deben utilizar jeringas de vidrio. Recomendamos adquirirlas de un fabricante de jeringas especializado.

Las **muestras fácilmente volátiles o de baja viscosidad** deben enfriarse antes de la toma de muestras. De este modo se evitarán pérdidas durante el trabajo. Sin embargo, no se debe enfriar la jeringa directamente, puesto que se podría formar agua condensada. Por el mismo motivo, no debe succionarse nada de aire en la jeringa en la que se ha succionado previamente una muestra enfriada.

Las **muestras muy viscosas** se pueden hacer más fluidas calentándolas. La jeringa también se debe calentar. Se puede obtener el mismo resultado diluyéndolas en un disolvente adecuado. En este caso se ha de determinar el contenido de agua del disolvente y deducirlo como valor blanco.

Las **pastas y grasas** se pueden introducir en la célula de titulación con una jeringa sin aguja. Para ello puede utilizar un orificio esmerilado. Si además desea realizar una absorción, puede usar la abertura con el tapón septo. La mejor forma de determinar la cantidad de muestra es pesando por diferencia la muestra.

En muestras que solo contengan **trazas de agua** se tendrá que secar bien la jeringa previamente. Siempre que sea posible, se deberá enjuagar la jeringa con la solución de muestra, llenándola y vaciándola varias veces con la solución.

### 4.3.3 Trabajo con muestras sólidas

Si es posible, las muestras sólidas se extraen o se disuelven en un disolvente adecuado. La solución resultante se inyecta pero será necesario efectuar una corrección del valor blanco del disolvente.

En caso de que no se encuentre ningún disolvente adecuado para una muestra sólida o si la muestra reacciona con el reactivo Karl Fischer, se deberá utilizar un horno de Karl Fischer.

Si se van a introducir muestras sólidas directamente en la célula de titulación, se debe utilizar el electrodo generador sin diafragma. Las muestras

se pueden introducir a través del orificio esmerilado o del orificio lateral.  
Asegúrese de que:

- la muestra se desprenda de toda la humedad
- no se produzca ninguna reacción secundaria con el reactivo Karl Fischer
- las superficies de los electrodos no queden cubiertas por la sustancia de la muestra (reacción KF incompleta)
- no se dañe la red de platino del electrodo generador
- las puntas Pt del electrodo indicador no se dañen.

#### 4.4 Condiciones óptimas de trabajo

#### 4.4.1 Aspectos generales

Si se pone en marcha una célula de titulación correctamente secada previamente con un electrodo generador sin diafragma, la deriva base se alcanza en aprox. 30 minutos. Es recomendable agitar varias veces la célula de titulación durante este tiempo.

En los electrodos generadores con diafragma se debe prever un tiempo de preparación de aprox. 2 horas.

Para determinaciones precisas de cantidades de agua inferiores a 100 µg, puede ser útil acondicionar la célula de titulación por la noche antes de su uso.

Si el Coulometer va a permanecer apagado durante un largo período de tiempo con la célula de titulación llena, al volver a ponerlo en marcha pasará algún tiempo hasta que vuelva a estar acondicionado.

Si el Coulometer se utiliza en régimen continuo no se debe desconectar por la noche.

#### 4.4.2 Deriva

Es bueno tener una deriva constante dentro de la gama de  $\leq 4 \mu\text{g}/\text{min}$ . Sin embargo, es posible que los valores sean más bajos. Si se producen valores más altos estables, los resultados generalmente seguirán siendo buenos, ya que la deriva se puede compensar.

Los restos de agua en lugares inaccesibles de la célula de titulación pueden provocar una deriva alta permanente. En estos casos, se puede reducir el valor agitando la célula. Asegúrese de que no se formen gotas por encima del nivel de líquido en la célula de titulación.

Si trabaja con un electrodo generador con diafragma, agite la célula suficientemente pero evitando que el catolito y el anolito se mezclen entre sí. Si, tras agitar la célula, la deriva sigue siendo demasiado alta durante mucho tiempo, se deberán sustituir las soluciones de electrolito. El catolito se debe sustituir una vez a la semana.

Un catolito húmedo puede ser otra de las causas de una deriva demasiado elevada. El catolito húmedo se puede secar con un reactivo KF de un componente.

Si trabaja con un horno de Karl Fischer, una deriva  $\leq 10 \mu\text{g}/\text{min}$  está bien. La deriva depende del flujo de gas (cuanto menor es el flujo de gas, más baja es la deriva) y de la humedad del aire del entorno.

#### 4.4.3 Recambio de reactivo

Las soluciones de electrolito se deben cambiar en los siguientes casos:

- la célula de titulación está demasiado llena
- se ha agotado la capacidad del reactivo KF
- la deriva es demasiado alta y no se consigue ninguna mejora agitando la célula de titulación
- en la célula de titulación se forma una mezcla de dos fases; en este caso, también se puede aspirar solamente la fase de la muestra.

La mejor forma de eliminar la solución de electrolito usada es mediante aspiración. Para ello puede utilizar, p. ej., un *803 Ti Stand* con bomba de membrana incorporada. La ventaja de este procedimiento es que no es necesario desmontar la célula de titulación.

En caso de una contaminación fuerte de la célula de titulación se puede limpiar con un disolvente adecuado, que también se aspirará.

En el electrodo generador con diafragma se debe sustituir el catolito una vez a la semana. Si se usa durante más tiempo se pueden producir coloraciones negras y precipitados amarillos en el espacio del cátodo. Otro indicio del uso excesivo del catolito es un olor desagradable.

#### 4.4.4 Electrodo indicador

Al estrenarse un electrodo indicador nuevo pueden precisarse tiempos para acondicionamiento de su superficie. Además, pueden producirse tiempos inusualmente largos de titulación y resultados de medida demasiado elevados. Sin embargo, estos fenómenos desaparecen al poco tiempo de uso. Para activar el ajuste de un electrodo indicador nuevo, el 899 Coulometer puede acondicionar, por ejemplo, por la noche.

Si el electrodo indicador está sucio se puede limpiar con cuidado con un producto de limpieza (kit de pulido 6.2802.000 o pasta de dientes). A continuación, se debe lavar con etanol.

Las dos puntas Pt del electrodo indicador deben estar lo más paralelas posibles. Compruebe las puntas Pt antes de colocar el electrodo.



## 5.2 Fundamentos del manejo

### 5.2.1 El teclado

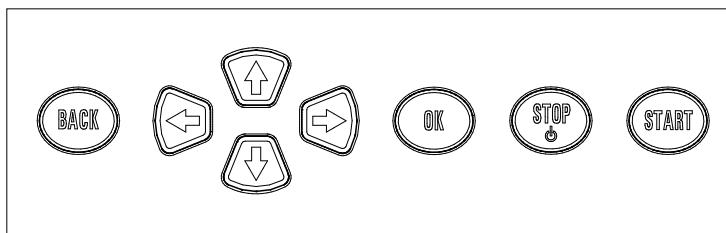
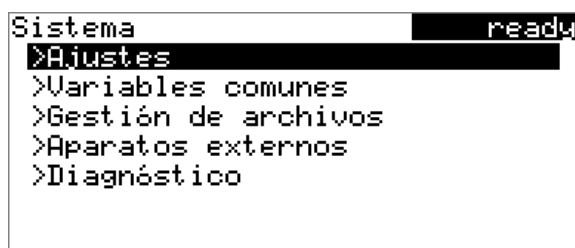


Figura 23 Teclado 899 Coulometer

|              |                                                                                                                                             |
|--------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <b>BACK</b>  | Acepta la entrada y sale del diálogo.                                                                                                       |
| ↑ ↓          | Mueven la barra de selección una línea hacia arriba o hacia abajo. En el editor de textos, selecciona el carácter que se debe introducir.   |
| ⇐ ⇒          | En el editor de textos y números, selecciona el carácter que se debe introducir. En la barra de funciones, seleccionan funciones concretas. |
| <b>OK</b>    | Confirma la selección.                                                                                                                      |
| <b>STOP</b>  | Detiene los desarrollos en curso del método y las funciones manuales. Poner en marcha o apagar el aparato.                                  |
| <b>START</b> | Inicia los desarrollos de método o las funciones manuales.                                                                                  |

### 5.2.2 Estructura de las ventanas de diálogo



En la línea de título, a la izquierda, aparece el título del diálogo actual. En la esquina superior derecha se indica el estado actual del sistema:

|                  |                                                               |
|------------------|---------------------------------------------------------------|
| <b>ready</b>     | El aparato está en el estado básico.                          |
| <b>cond.busy</b> | Se está realizando el acondicionamiento del medio de trabajo. |
| <b>cond.ok</b>   | El medio de trabajo está acondicionado.                       |
| <b>busy</b>      | Ocupado, un método está en marcha.                            |

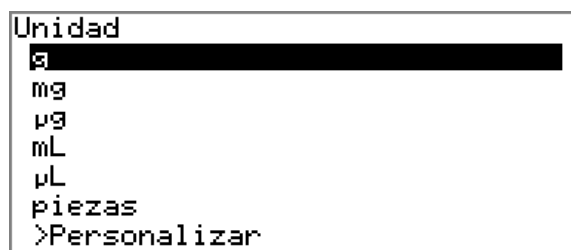


| Función de edición | Descripción                                                                                                                                                |
|--------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <b>Aceptar</b>     | Se acepta el cambio y se sale del diálogo de edición.                                                                                                      |
| <b>Cancelar</b>    | Se sale del diálogo de edición sin aceptar el cambio.                                                                                                      |
| <b>Borrar</b>      | El contenido del campo de entrada se borra por completo.                                                                                                   |
| <b>[←]</b>         | Se borra el carácter situado antes del cursor (retroceso).                                                                                                 |
| <b>←  </b>         | Sólo editor de textos<br>El cursor situado dentro del campo de entrada se desplaza un carácter hacia la izquierda cada vez que se selecciona <b>[OK]</b> . |
| <b>  →</b>         | Sólo editor de textos<br>El cursor situado dentro del campo de entrada se desplaza un carácter hacia la derecha cada vez que se selecciona <b>[OK]</b> .   |
| <b>[BACK]</b>      | Se acepta el cambio y se sale del diálogo de edición.                                                                                                      |

La tecla **[BACK]** tiene la misma función que **Aceptar**.

Para simplificar la entrada de texto y números, se puede conectar un teclado USB convencional. La distribución de las teclas en el teclado de PC se describe en el *capítulo 9.3.2, página 97*.

### 5.2.5 Selección en un listado de selección



En los listados de selección, seleccione las entradas individuales con las flechas **[↑]** y **[↓]**. Acepte la entrada con **[OK]** o **[BACK]**.

### 5.3 Editor de fórmulas

El editor de fórmulas permite introducir las fórmulas para los cálculos. El editor de fórmulas incorpora un control sintáctico automático. El control sintáctico se activa cuando se transfiere una fórmula. Para las operaciones de cálculo se aplican las reglas de prioridad válidas en general.

```
R2=
[REDACTED]
123456789
.+-*/()
C00 EP# CI# R# CV0# SMN#
Var
Aceptar Cancelar Borrar [+ -]
+-|+-+
```

| Variable | Descripción                                                        |
|----------|--------------------------------------------------------------------|
| C00      | Peso de muestra                                                    |
| EP#      | Cantidad de agua en el punto final EP# (# = 1...9)                 |
| CI#      | Identificación de muestra (# = 1...2)                              |
| R#       | Resultado (# = 1...5)                                              |
| CV0#     | Variable común (# = 1...5)                                         |
| SMN#     | Valor medio del resultado R# (# = 1...5)                           |
| Var      | Listado de otras variables ( <i>véase "Variables", página 40</i> ) |

"#" indica un número que se debe introducir manualmente. Ejemplo: al transferir la variable **EP#** a la fórmula, solo aparece **EP**. El número todavía se debe introducir.

Las funciones de edición se explican en el *capítulo 5.2.4, página 38*.

## Variables

Al seleccionar **Var** aparece un listado con otras variables que se deben tener en cuenta en el cálculo. Estas variables se pueden introducir directamente en la fórmula o se pueden seleccionar en este listado y aceptarse con **[OK]**.

| Variable | Descripción                                                                                                 |
|----------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| MCQ      | Cantidad final, es decir, la cantidad total de agua eliminada al final de la titulación (en $\mu\text{g}$ ) |
| MCD      | Duración de toda la titulación                                                                              |
| MDC      | Deriva para corrección de la deriva                                                                         |

| Variable | Descripción                                                                                     |
|----------|-------------------------------------------------------------------------------------------------|
| DDC      | Tiempo para corrección de la deriva                                                             |
| MIM      | Valor medido inicial, es decir, el valor medido antes de ejecutarse las condiciones de arranque |
| MIT      | Temperatura inicial, es decir, la temperatura antes de ejecutarse las condiciones de arranque   |
| MCM      | Valor medido final                                                                              |
| MCT      | Temperatura final                                                                               |
| DD       | Duración de toda la determinación                                                               |

## 5.4 Métodos

### 5.4.1 Plantillas de método

El 899 Coulometer incluye plantillas de método que ya están prácticamente configuradas, salvo por algunos parámetros.

Se puede elegir entre los tipos de método siguientes:

|                  |                                                                                                   |
|------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <b>KFC</b>       | Titulación Karl Fischer coulométrica.<br>En el cálculo no se tiene en cuenta ningún valor blanco. |
| <b>KFC-Blank</b> | Titulación Karl Fischer coulométrica con deducción del valor blanco.                              |
| <b>Blank</b>     | Determinación coulométrica del valor blanco.                                                      |

Las plantillas de método se diferencian solo por las fórmulas de cálculo.

### 5.4.2 Cargar una plantilla de método

Para cargar una plantilla de método, proceda del siguiente modo:

#### 1 Abrir las plantillas de método

- En el diálogo principal, seleccione **Método** y pulse **[OK]**.

Se abre la tabla de métodos con los métodos guardados:

#### 2 En la barra de funciones, seleccione **Crear** y pulse **[OK]**.

Se abre el listado de plantillas de método:



Nuevo método ready

KFC

KFC-Blank

Blank

Cargar

### 3 Cargar la plantilla de método

- Seleccione la plantilla de método deseada y pulse **[OK]**.

Ahora el método está cargado y aparecerá en el diálogo principal, en **Método**.

### 5.4.3 Guardar un método

Si cambia parámetros de método, puede guardarlos como métodos propios. Se pueden guardar 100 métodos como máximo.

Para guardar un método, proceda del siguiente modo:

## 1 Abrir la tabla de métodos

- En el diálogo principal, seleccione **Método** y pulse **[OK]**.

Se abre la tabla de métodos:

Tabla de métodos ready

Cargar Crear Memorizar Borrar +

## 2 Modificar/aceptar el nombre del método

- En la barra de funciones, seleccione **Guardar** y pulse **[OK]**. Como nombre para el método se propondrá el nombre de la plantilla de método (p. ej. **KFC-Blank**). Si el método ya está guardado, aparecerá el nombre del método que se utiliza:

|                  |        |
|------------------|--------|
| Memorizar método | ready  |
| Nombre           | Me2115 |

**Aceptar el nombre:**

- Pulse **[BACK]**.

El método se guarda y aparece la tabla de métodos.

#### Introducir un nombre nuevo:

- Pulse **[OK]**.  
Se abre el editor de textos.
- Introduzca un nombre de método (12 caracteres máx.) y acéptelo con **Aceptar** o **[BACK]**.
- Pulse **[BACK]**.

El método se guarda y aparece la tabla de métodos.

### 5.4.4 Exportar un método

Los métodos se pueden exportar a una memoria USB conectada.



#### AVISO

Esta función sólo es posible si se ha conectado una memoria USB como soporte de datos externo.

Para exportar un método, proceda del siguiente modo:

#### 1 Abrir la tabla de métodos

- En el diálogo principal, seleccione **Método** y pulse **[OK]**.

Se abre la tabla de métodos con los métodos guardados:



#### 2 Seleccionar el método

- Seleccione el método deseado.

#### 3 Exportar el método

- En la barra de funciones, seleccione **Exportar** y pulse **[OK]**.

Se exporta el método. La estructura de directorios de la memoria USB se detalla en el *capítulo 6.3, página 69*.

## 5.5 Control

## Menú ► Control

En el diálogo **Control** se definen los ajustes para la ejecución de una determinación concreta y/o de una serie de muestras.

## Tabla de muestras

Si este parámetro está activado se pueden introducir los datos de muestra para un serie de muestras en una tabla (véase capítulo 5.7, página 47).

|                   |                 |
|-------------------|-----------------|
| Selección         | <b>on   off</b> |
| Valor por defecto | <b>off</b>      |

## Autoarranque

Si este parámetro está activado, al fin de la determinación se iniciará automáticamente una nueva. Esto se repite hasta que se alcanza el número prefijado (véase **Número de autoarranques**).

|                   |                 |
|-------------------|-----------------|
| Selección         | <b>on   off</b> |
| Valor por defecto | <b>off</b>      |



## AVISO

Si trabaja con un cambiador de muestras con módulo de horno (p. ej. 885 Compact Oven SC), el parámetro **Autoarranque** debe estar configurado en **off**, ya que el cambiador de muestras inicia la titulación.

### Número de autoarranques

Este parámetro sólo aparece con **Autoarranque = on.**

Número de arranques automáticos.

|                   |               |
|-------------------|---------------|
| Gama de entrada   | <b>1...50</b> |
| Selección         | <b>Tabla</b>  |
| Valor por defecto | <b>Tabla</b>  |

## Tabla

El número de arranques automáticos se corresponde con el número de muestras de la tabla de muestras.

## 5.6 Datos de muestra

Los datos de muestra (identificación, peso de muestra, etc.) se pueden introducir de diferentes maneras:

- Directamente en el diálogo principal.
- Utilizando la tabla de muestras. Es útil especialmente en el caso de series de muestras. La tabla de muestras es una tabla en la que se pueden introducir los datos de hasta 99 muestras (véase capítulo 5.7, página 47).
- Consulta automática inmediatamente después de iniciar la determinación (véase capítulo 5.6.2, página 46).

El peso de muestra y su unidad se pueden enviar en todo caso desde una balanza conectada. Con algunas balanzas, además se pueden enviar identificaciones de muestra y el método (véase capítulo 9.2, página 95).

### 5.6.1 Introducir los datos de muestra en el diálogo principal

Los datos de una muestra se pueden introducir directamente en el diálogo principal, incluso durante el desarrollo de una determinación (véase capítulo 5.9, página 54).

|              |       |
|--------------|-------|
| >Menú        | ready |
| Método       | KFC   |
| ID1          |       |
| ID2          |       |
| Peso muestra | 1.0   |
| Unidad       | g     |

#### ID1

Identificación de muestra. La identificación de muestra se puede utilizar como variable **CI1** en los cálculos.

|                   |                           |
|-------------------|---------------------------|
| Entrada           | <b>máx. 10 caracteres</b> |
| Valor por defecto | <b>en blanco</b>          |

#### ID2

Identificación de muestra. La identificación de muestra se puede utilizar como variable **CI2** en los cálculos.

|                   |                           |
|-------------------|---------------------------|
| Entrada           | <b>máx. 10 caracteres</b> |
| Valor por defecto | <b>en blanco</b>          |

#### Peso muestra

Peso de muestra. El valor del peso de muestra se puede utilizar como variable **CO0** en los cálculos.



## 5.7 Tabla de muestras

### 5.7.1 Aspectos generales

La tabla de muestras es una tabla en la que se pueden introducir los datos de hasta 99 muestras. Los datos de las mismas se pueden introducir también durante el curso de una determinación (véase capítulo 5.9.2, página 55).

#### Activar la tabla de muestras

Para activar la tabla de muestras (parámetro **Tabla de muestras = on**), proceda del siguiente modo:

##### 1 Abrir el menú principal

- En el diálogo principal, seleccione **Menú** y pulse **[OK]**.

```
Menú                                ready
>Control manual
>Resultados
>Parámetros
>Sistema
>Control
>Imprimir informes
```

##### 2 Abrir el diálogo de control

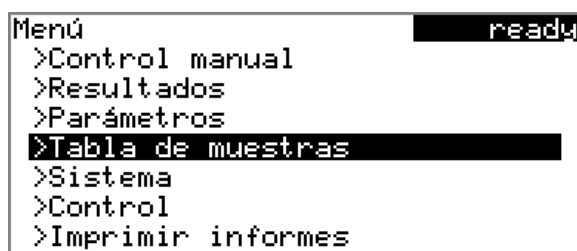
- Seleccione el elemento de menú **Control** y pulse **[OK]**.

```
Control                            ready
Tabla de muestras                   off
Autoarranque                       off
```

##### 3 Activar la tabla de muestras

- Seleccione **Tabla de muestras** y pulse **[OK]**.
- En el listado de selección, seleccione **on** y acéptelo con **[OK]**.
- Pulse **[BACK]**.

En el menú principal aparece el elemento de menú **Tabla de muestras**:



La tabla de muestras contiene líneas numeradas. Se indica la identificación (**ID1**) y el peso de cada muestra.

| Tabla de muestras |                | ready |
|-------------------|----------------|-------|
| 1                 | #8805923 1.0 g |       |
| 2                 | #8805824 1.0 g |       |
| 3                 | #8805926 1.0 g |       |
| 4                 | #8805927 1.0 g |       |
| 5                 | ...            |       |

Editar Borrar Insertar Crear +

## Editor

Editar los datos de la línea seleccionada, véase el capítulo siguiente.

### Borrar

Borrar la línea seleccionada de la tabla de muestras.

## Insertar

Insertar una línea nueva encima de la línea seleccionada.

## Crear

Borrar la tabla de muestras completa. Esta función sólo aparece si el equipo tiene el estado **ready**.

## Guardar

Guardar la tabla de muestras. La tabla de muestras se guarda en la memoria interna del aparato.



# AVISO

Solo puede guardar una tabla de muestras. Al guardar una tabla de muestras se sobrescribe automáticamente la tabla de muestras guardada anteriormente.

## Cargar

Cargar la tabla de muestras de la memoria interna del aparato.

### 5.7.2 Editar datos muestra

|                    |          |
|--------------------|----------|
| Datos de muestra   | ready    |
| Método             | Me4155   |
| ID1                | #8805923 |
| ID2                |          |
| Peso muestra       | 1.0      |
| Unidad             | g        |
| ←- Línea 1 de 4 -→ |          |

En la línea inferior aparece el número de la línea seleccionada y el número de la última línea que contiene datos. En el ejemplo está abierta la primera línea y la tabla tiene cuatro líneas.

Con las teclas [←] y [→] se pueden explorar los diferentes juegos de datos.

#### Insertar una nueva línea

Si se encuentra en la última línea (en el ejemplo anterior, **Línea 4 de 4**), puede insertar una nueva línea en la tabla pulsando de nuevo [→]. De este modo, se aceptan los datos de la muestra anterior.

#### Método

Método que se utilizará para el procesamiento de la muestra.

|                   |                                                   |
|-------------------|---------------------------------------------------|
| Selección         | <b>Selección de los métodos guardados   vacío</b> |
| Valor por defecto | <b>vacío</b>                                      |

#### vacío

Se utilizará el método cargado actualmente.

#### ID1

Identificación de muestra. La identificación de muestra se puede utilizar como variable **CI1** en los cálculos.

|                   |                           |
|-------------------|---------------------------|
| Entrada           | <b>máx. 10 caracteres</b> |
| Valor por defecto | <b>en blanco</b>          |

#### ID2

Identificación de muestra. La identificación de muestra se puede utilizar como variable **CI2** en los cálculos.

|                   |                           |
|-------------------|---------------------------|
| Entrada           | <b>máx. 10 caracteres</b> |
| Valor por defecto | <b>en blanco</b>          |

#### Peso muestra

Peso de muestra. El valor del peso de muestra se puede utilizar como variable **CO0** en los cálculos.

|                   |                                |
|-------------------|--------------------------------|
| Gama de entrada   | <b>-999999999...9999999999</b> |
| Valor por defecto | <b>1,0</b>                     |



## 5.8 Ejecutar una determinación

Cuando se realiza una determinación, el peso de muestra se puede introducir de las formas siguientes:

- Introducción manual en el aparato.
- Envío automático desde una balanza conectada. Consulte la información en el manual de la balanza.

Para realizar una determinación, proceda del siguiente modo:

### 1 Cargar el método

- Véase el capítulo "Métodos", página 41.

### 2 Iniciar el acondicionamiento

- Pulse **[START]**.

Empieza el acondicionamiento. Aparecerá **Acondicionamiento no OK** hasta que se alcance el punto final. El medio de trabajo se titra hasta el punto final. Se indica mediante **Acondicionamiento OK**. El acondicionamiento se mantendrá activo.

```

KFC                                cond.ok
Acondicionamiento OK
++Deriva      1.8 µg/min
Aagitador
  
```

Con la función **Agitador** se puede modificar la velocidad de agitación. Al pulsar **[OK]** se abre el siguiente diálogo:

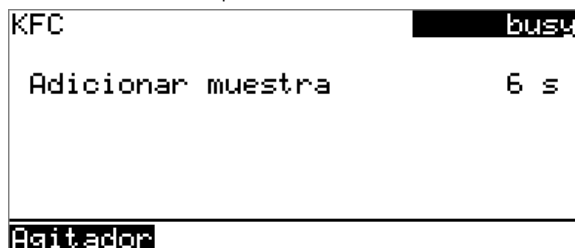
```

Agitador                                cond.ok
Agitador  on  Veloc.  8
Off Agitar- Agitar+
  
```

Mediante **Agitar-** se reduce la velocidad de agitación y mediante **Agitar+** se aumenta. **Off** apaga el agitador. En su lugar, aparece **On**. De esta forma se podrá volver a encender el agitador. Con **[BACK]** se cierra este diálogo.

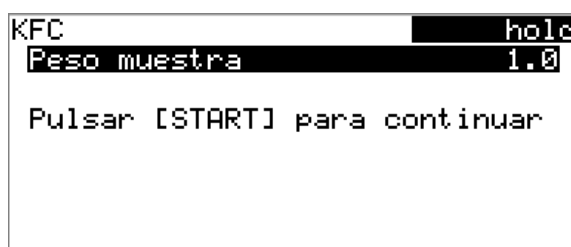
### 3 Adicionar la muestra

- Si se muestra **Acondicionamiento OK**, pulse **[START]**.  
Se detiene el acondicionamiento. Aparecerá la solicitud de adición de muestra durante 8 s.  
Durante este tiempo debe añadirse la muestra.



- Adicionar la muestra.

A continuación, se realiza la consulta del peso de muestra:



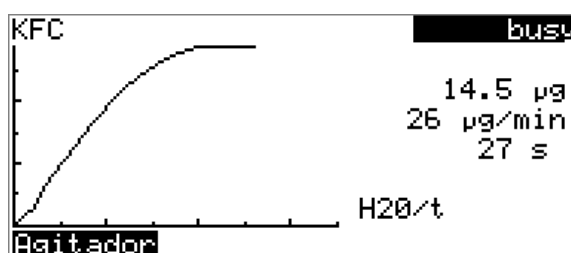
#### 4 Introducir el peso de muestra

- Pulse **[OK]**.  
Se abre el diálogo de edición.
- Introduzca el peso de muestra y confirme mediante **Aceptar** o **[BACK]**.

## 5 Iniciar la titulación

- Pulse **[START]**.

Comienza la titulación y aparece la curva:



Los ejes están escalados automáticamente.

Durante la titulación se puede modificar la velocidad de agitación mediante la función **Agitador**. Al pulsar **[OK]** se abre el siguiente diálogo:

|                     |    |           |
|---------------------|----|-----------|
| Agitador            |    | cond.busy |
| Agitador            | on | Veloc. 8  |
| Off Agitar- Agitar+ |    |           |

Mediante **Agitar-** se reduce la velocidad de agitación y mediante **Agitar+** se aumenta. **Off** apaga el agitador. En su lugar, aparece **On**. De esta forma se podrá volver a encender el agitador. Con **[BACK]** se cierra este diálogo.

Al finalizar la titulación, aparecen los resultados:

|                            |  |            |
|----------------------------|--|------------|
| Resultados                 |  | cond.busy  |
| Water                      |  | 0.993 mg/g |
| Deriva (auto)              |  | 2.5 µg/min |
| Tiempo corr. deriva        |  | 146.9 s    |
| EP1                        |  | 1829.1 µg  |
| Parada normal              |  |            |
| Curva Recalcular Estadíst. |  |            |

El acondicionamiento se reiniciará automáticamente. El estado actual del acondicionamiento se puede ver en la indicación de estado de la parte superior derecha del diálogo (**cond.busy** o **cond.ok**).

## 6 Volver al diálogo del acondicionamiento

- Pulse **[BACK]**.  
Se mostrará el diálogo principal con los datos de muestra de la titulación finalizada anteriormente.
- Seleccione **Menú** y pulse **[OK]**.
- Seleccione el elemento de menú **Diálogo live** y pulse **[OK]**.

|                    |  |           |
|--------------------|--|-----------|
| Menú               |  | cond.busy |
| >Resultados        |  |           |
| >>Diálogo live     |  |           |
| >Parámetros        |  |           |
| >Imprimir informes |  |           |

Se mostrará el estado actual del acondicionamiento (véase el paso de instrucción 2).

Si desea iniciar la siguiente titulación, repita las acciones a partir del paso de instrucción 3.

## Cancelar manualmente una determinación

Puede cancelar una determinación en cualquier momento con la tecla **[STOP]**.

## 5.9 Modificaciones durante una determinación

### 5.9.1 Editar los datos de muestra de la determinación en curso

Los datos de muestra se pueden introducir en el diálogo principal o modificar durante el curso de una determinación. En los cálculos se utilizarán siempre los datos de muestra que figuren en el diálogo principal al final de la titulación.

Para editar los datos de muestra, proceda del siguiente modo:

## 1 Visualizar el diálogo principal

- Pulse **[BACK]**.

Aparece el diálogo principal. La determinación sigue su curso mientras tanto.

## 2 Editar datos muestra

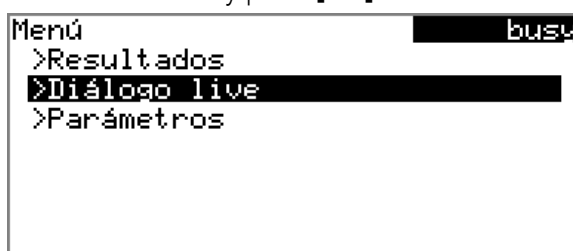
- Edite los datos de muestra y acéptelo con **Aceptar** o **[BACK]**.

### 3 Visualizar el diálogo live

- Pulse **[BACK]**.

0

- Seleccione **Menú** y pulse **[OK]**.



- Seleccione el elemento de menú **Diálogo live** y pulse **[OK]**.

Se vuelve a visualizar el diálogo live.



Asegúrese de que los diálogos de edición están cerrados antes de que finalice la determinación.

En el curso de una determinación se pueden insertar líneas nuevas, borrar líneas ya existentes y editar los datos de muestra.



Para que no surja ningún problema durante el desarrollo y para que los datos actuales estén siempre disponibles para el cálculo, recomendamos cerrar siempre los diálogos de edición.

Para editar una tabla de muestras, proceda del siguiente modo:

- Pulse **[BACK]**.

Aparece el diálogo principal. La determinación sigue su curso mientras tanto.

- Seleccione **Menú** y pulse **[OK]**.

```
Menú busv
>Resultados
>Diálogo live
>Parámetros
>Tabla de muestras
```

### 3 Seleccionar los datos de muestra

- Seleccione el elemento de menú **Tabla de muestras** y pulse **[OK]**.
- Seleccione la línea deseada.
- En la barra de funciones, seleccione **Editar** y pulse **[OK]**.

#### 4 Editar datos muestra

- Edite los datos de muestra y acéptelo con **Aceptar** o **[BACK]**.



# AVISO

Además de los datos de muestra, también se puede modificar el método fuera de la determinación en curso.

## 5 Visualizar el diálogo live

- En el menú principal, seleccione el elemento de menú **Diálogo live** y pulse **[OK]**.

0

- En el diálogo principal, pulse **[BACK]**.

Se vuelve a visualizar el diálogo live.

### Editar datos de muestra de la determinación en curso

Si utiliza la tabla de muestras, la edición de datos de muestra de la determinación en curso se efectúa como se describe en el *capítulo 5.9.1, página 54*. También tiene la posibilidad de editarlos en la tabla de muestras. La primera línea contiene siempre los datos de muestra de la determinación en curso. Para ello, seleccione en el menú principal el elemento de menú **Tabla de muestras** (véase "*Editar la tabla de muestras*", página 55).

### 5.9.3 Editar parámetros en vivo

Mientras se desarrolla una determinación, pueden modificarse determinados parámetros del método. Solo se pueden modificar aquellos parámetros que se pueden seleccionar, aunque se visualizan todos los parámetros. Los cambios en los parámetros se aplican inmediatamente. Si aumenta, p. ej. el parámetro **Tiempo de extracción** durante el tiempo de extracción, el nuevo valor se aplicará de inmediato. Sin embargo, si modifica este parámetro una vez finalizado el tiempo de extracción, el valor modificado se tendrá en cuenta a partir de la siguiente determinación.

Para editar los parámetros, proceda del siguiente modo:

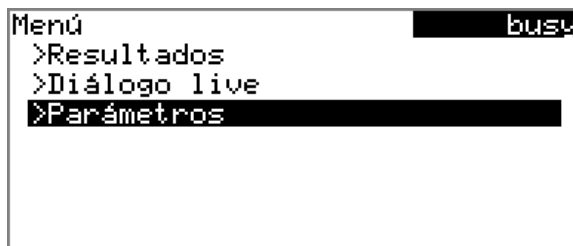
### 1 Visualizar el diálogo principal

- Pulse **[BACK]**.

Aparece el diálogo principal. La determinación sigue su curso mientras tanto.

### 2 Abrir el menú principal

- Seleccione **Menú** y pulse **[OK]**.



### 3 Editar los parámetros de método

- Seleccione el elemento de menú **Parámetros** y pulse **[OK]**.
- Modifique los parámetros deseados como corresponda.

### 4 Visualizar el diálogo live

- En el menú principal, seleccione el elemento de menú **Diálogo live** y pulse **[OK]**.

o

- En el diálogo principal, pulse **[BACK]**.

Se vuelve a visualizar el diálogo live.

## 5.10 Resultados

### Menú ► Resultados

Al finalizar la titulación, aparecen los resultados:

| Resultados                 | cond.busu  |
|----------------------------|------------|
| Water                      | 0.993 mg/g |
| Deriva (auto)              | 2.5 µg/min |
| Tiempo corr. deriva        | 146.9 s    |
| EP1                        | 1829.1 µg  |
| Parada normal              |            |
| Curva Recalcular Estadíst. |            |



## 5.11 Estadística

### Menú ► Resultados ► Estadíst.

En el diálogo **Resultados** se puede ver un resumen estadístico de una serie de determinaciones con la función **Estadíst.**.



#### AVISO

---

Esta función solo se visualiza si la estadística está activada.

```

Estadíst.                                cond.ok
Water
  Media(3) 0.992 mg/g
    s abs 0.0010 mg/g
    s rel 0.10 %
  Estadística 3/3
      
```

Detalles
Reset
Increm.

En la visión conjunta se muestran el valor medio (**Media**) y la desviación estándar absoluta y la relativa (**s abs** y **s rel**). En el valor medio aparece entre paréntesis el número de resultados individuales a partir de los que ha sido calculado. En este ejemplo son 3. En la línea **Estadíst.** aparece la cantidad de determinaciones que se han ejecutado y cuántas deben ejecutarse en total. En este ejemplo se han ejecutado todas las tres determinaciones.

#### Detalles

Visualizar más datos.

#### Reset

Borrar todos los datos estadísticos.

#### Increm.

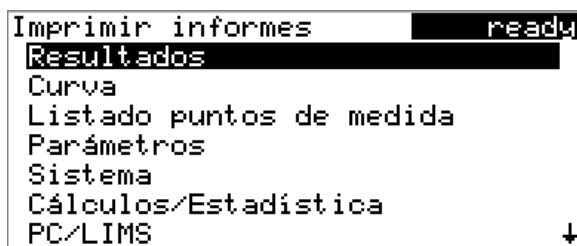
Añadir una otra determinación a la serie de determinaciones.

### Visualizar los detalles de la estadística

Con la función **Detalles** se pueden visualizar más datos de la serie de determinaciones.

| Detalles |            | cond.ok      |
|----------|------------|--------------|
|          | Resultado  | Peso muestra |
| 1        | 0.993 mg/g | 1.49335 g    |
| 2        | 0.991 mg/g | 0.77779 g    |
| 3        | 0.992 mg/g | 1.84385 g    |
|          |            |              |
|          |            | On/Off       |





### 3 Seleccionar un informe

- Seleccione el informe deseado y pulse **[OK]**.

Se imprime el informe.

Los informes siguientes se pueden imprimir manualmente:

|                                      |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                         |
|--------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <b>Resultados</b>                    | Informe de resultados con propiedades de la determinación, datos de muestra, resultados calculados, etc.                                                                                                                                                                                                                                |
| <b>Curva</b>                         | Informe de curva. La anchura de la curva se define en los ajustes del sistema (véase "Ancho gráficos", página 71).                                                                                                                                                                                                                      |
| <b>Listado puntos de medida</b>      | Informe de listado de puntos de medida.                                                                                                                                                                                                                                                                                                 |
| <b>Parámetros</b>                    | Informe con todos los parámetros del método cargado.                                                                                                                                                                                                                                                                                    |
| <b>Sistema</b>                       | Informe del sistema con los ajustes del sistema, los aparatos externos, etc.                                                                                                                                                                                                                                                            |
| <b>Cálculos/Estadística</b>          | Informe del cálculo. En las determinaciones múltiples, se imprime además la estadística. Para cada resultado se imprimen las determinaciones individuales con el peso de muestra de cada muestra, el valor medio, la desviación estándar relativa y la absoluta.                                                                        |
| <b>PC/LIMS</b>                       | Informe identificable por máquina con todos los datos de una determinación. Este informe se puede guardar como archivo TXT en una memoria USB conectada o se puede enviar a un programa de terminal o a un LIMS mediante un interface RS-232. La definición se realiza en los ajustes del sistema (véase "Informe PC/LIMS", página 70). |
| <b>Informe definido en el método</b> | Se imprimen los informes definidos en el método.                                                                                                                                                                                                                                                                                        |



### 3 Poner en marcha el agitador

- En la barra de funciones, seleccione **On** y pulse **[OK]**.

Se pone en marcha el agitador, que agita a la velocidad ajustada. En la barra de funciones aparece **Off**.

### 4 Apagar el agitador

- En la barra de funciones, seleccione **Off** y confirme mediante **[OK]**.

Se para el agitador.































Los ajustes de cada velocidad de titulación se detallan en la *tabla 3*, *página 80*.

### Gama de regulación

Este parámetro solo está editable con **Veloc. de titración = Usuario**.

Este parámetro define la gama de regulación antes del punto final indicado. En la gama de regulación se genera el yodo en pasos individuales, la generación se regula con precisión. Cuanto más cerca esté el punto final, más lentamente se generará el yodo hasta que se alcance la velocidad definida en **Velocidad mín.**. Cuanto mayor sea la gama de regulación, más lenta será la titulación. Fuera de la gama de regulación se genera yodo continuamente, la velocidad se define en **Velocidad máx.**.

|                   |                        |
|-------------------|------------------------|
| Gama de entrada   | <b>0,1...1250,0 mV</b> |
| Valor por defecto | <b>70,0 mV</b>         |
| Selección         | <b>off</b>             |

#### off

La generación de yodo se regulará con precisión durante toda la titulación.



#### AVISO

Tenga en cuenta que el parámetro **Gama de regulación** está vinculado con los parámetros **Punto final a** y **I(pol)**. Encontrará las explicaciones en el capítulo 9.4 *Parámetros de control y corriente de polarización*, *página 98*.

### Velocidad máx.

Este parámetro solo está editable con **Veloc. de titración = Usuario**.

Velocidad a la que se genera el yodo fuera de la gama de regulación.

|                   |                            |
|-------------------|----------------------------|
| Gama de entrada   | <b>1,5...2241,0 µg/min</b> |
| Selección         | <b>max.</b>                |
| Valor por defecto | <b>max.</b>                |

### Velocidad mín.

Este parámetro solo está editable con **Veloc. de titración = Usuario**.

Velocidad a la que se genera el yodo justo al principio de la titulación y en la gama de regulación al final de la titulación. Este parámetro tiene una influencia decisiva sobre la velocidad de titulación y, por lo tanto, la exactitud. Cuando más baja es la velocidad mínima seleccionada, más lenta es la titulación.























| Problema                                    | Causa                                                                                                                            | Remedio                                                                                                                                                                                                                                                                                     |
|---------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
|                                             | Los <b>Parámetros de control</b> están ajustados de forma incorrecta.                                                            | <ul style="list-style-type: none"> <li>Restablezca los valores por defecto de los <b>Parámetros de control</b>.</li> </ul>                                                                                                                                                                  |
| El tiempo de titulación es demasiado largo. | La deriva durante el acondicionamiento no es estable.                                                                            | <ul style="list-style-type: none"> <li>Al iniciar la titulación, espere hasta que la deriva sea estable.</li> </ul>                                                                                                                                                                         |
|                                             | El parámetro <b>Deriva de arranque</b> está definido en un valor demasiado alto.                                                 | <ul style="list-style-type: none"> <li>Ajuste la <b>Deriva de arranque</b> en un valor más bajo.</li> <li>Adapte la <b>Deriva de parada</b> o utilice la <b>Deriva parada rel.</b></li> </ul>                                                                                               |
|                                             | El parámetro <b>Deriva de parada</b> está ajustado en un valor demasiado bajo.                                                   | <ul style="list-style-type: none"> <li>Ajuste la <b>Deriva de parada</b> en un valor más alto o utilice la <b>Deriva parada rel.</b></li> </ul>                                                                                                                                             |
|                                             | La cantidad de agua es demasiado alta.                                                                                           | <ul style="list-style-type: none"> <li>Observe los pesos de muestra y los contenidos de agua de la <i>Tabla "Peso de muestra recomendado", página 32</i>.</li> </ul>                                                                                                                        |
|                                             | Los <b>Parámetros de control</b> están ajustados de forma incorrecta.                                                            | <ul style="list-style-type: none"> <li>Ajuste el parámetro <b>Gama de regulación</b> en un valor más bajo y el parámetro <b>Velocidad máx.</b> en un valor más alto.</li> </ul>                                                                                                             |
| El resultado es demasiado alto.             | La célula de titulación no está bien acondicionada todavía.                                                                      | <ul style="list-style-type: none"> <li>Agite la célula de titulación y espere a que la deriva sea estable.</li> </ul>                                                                                                                                                                       |
|                                             | La muestra contiene sustancias oxidables.                                                                                        | <ul style="list-style-type: none"> <li>En caso necesario, utilice un horno KF.</li> <li>Véase la bibliografía técnica.</li> </ul>                                                                                                                                                           |
|                                             | El parámetro <b>Deriva de parada</b> está ajustado en un valor demasiado bajo.                                                   | <ul style="list-style-type: none"> <li>Ajuste la <b>Deriva de parada</b> en un valor más alto o utilice la <b>Deriva parada rel.</b></li> </ul>                                                                                                                                             |
|                                             | La corrección de la deriva es demasiado baja (p. ej. cuando se utiliza un horno KF o en caso de corrección manual de la deriva). | <ul style="list-style-type: none"> <li>Inicie la titulación mientras existe aún flujo de gas entre el recipiente de acondicionamiento y la célula de titulación.</li> <li>Ajuste el parámetro <b>Corrección de deriva</b> en <b>auto</b> (= corrección automática de la deriva).</li> </ul> |
| El resultado es demasiado bajo.             | La muestra libera yodo.                                                                                                          | <ul style="list-style-type: none"> <li>En caso necesario, utilice un horno KF.</li> <li>Véase la bibliografía técnica.</li> </ul>                                                                                                                                                           |



[illegible]



## 9.2 Balanza

El peso de muestra y su unidad correspondiente se pueden enviar desde una balanza conectada. El peso de muestra se transmite como un número de hasta diez caracteres (incl. signo +/- y coma decimal).

El peso de muestra y su unidad se envían como cadena de caracteres individual. Van separados por un espacio en blanco. La cadena de caracteres acaba con los caracteres ASCII **CR** y **LF**.

Si la balanza envía un peso de muestra negativo (p. ej., en caso de pesadas por diferencia), se utiliza el signo +/- . Sin embargo, en los cálculos se ignora el signo +/-.



### AVISO

Con algunas balanzas, además del peso de muestra se pueden enviar identificaciones de muestra y el método.

Asegúrese de que la balanza no envía el peso de muestra hasta que sea el correcto.

### Mettler AX

Con la balanza Mettler AX, los campos de identificación de la muestra o el método incluidos se denominan como sigue:

- Designación del campo con el nombre del método: **METODO**
- Designación del campo con identificación de muestra 1: **ID1**
- Designación del campo con identificación de muestra 2: **ID2**



### 9.3.2 Distribución de las teclas de un teclado USB

Para simplificar la entrada de texto y números, se puede conectar un teclado USB convencional.

Para introducir texto y números, el diálogo de edición correspondiente debe estar abierto.

Tabla 5 Distribución de las teclas

| Tecla del 899 Coulometer o función en el diálogo de edición | Tecla en el teclado USB                                  |
|-------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------|
| [BACK]                                                      | [Esc]                                                    |
| [↑] [↓]                                                     | [↑] [↓]                                                  |
| [⇐] [⇒]                                                     | [←] [→]                                                  |
| [OK]                                                        | [↵] (tecla Intro)<br>o<br>[Intro] en el teclado numérico |
| [STOP]                                                      | [Ctrl] + [S]                                             |
| [START]                                                     | [Ctrl] + [G]                                             |
| [+ -]                                                       | [←] (tecla Retroceso)                                    |
| Borrar                                                      | [Supr]                                                   |
| Cancelar                                                    | [Ctrl] + [Q]                                             |
| Aceptar                                                     | [Esc]                                                    |



#### AVISO

La rotulación del teclado USB puede variar de la descrita anteriormente en función del país.

### 9.3.3 Ratón de PC

Se puede conectar un ratón de PC para facilitar la navegación por el diálogo del 899 Coulometer.

Tabla 6 Funciones del ratón

| Tecla del 899 Coulometer | Función del ratón         |
|--------------------------|---------------------------|
| [OK]                     | Tecla izquierda del ratón |



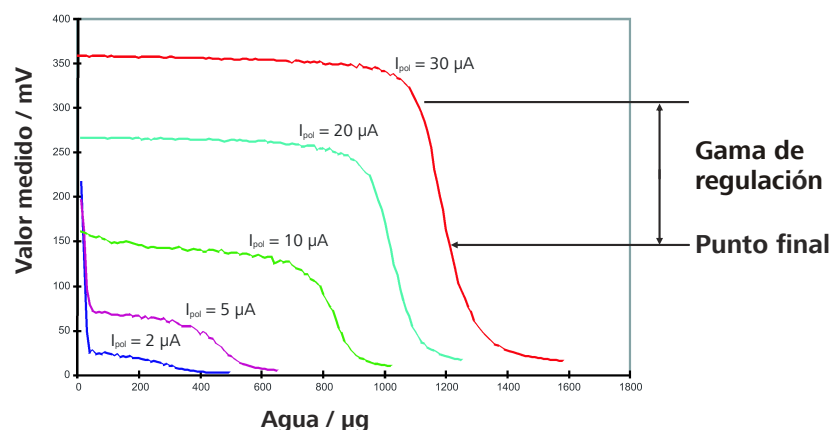


Figura 26 Parámetros de control y corriente de polarización

En el diagrama se muestran curvas de titulación Karl Fischer con diferentes corrientes de polarización (reactivo Coulomat AD). Se puede apreciar claramente que la posición del punto final cambia según la corriente de polarización. Las curvas tienen una pendiente diferente, es decir, la gama de regulación se debe ajustar en caso necesario. Las corrientes de polarización  $< 10 \mu\text{A}$  no son adecuadas para esta aplicación. La siguiente tabla le permitirá hacerse una idea de los parámetros de control óptimos para las diferentes corrientes de polarización.

Tabla 7 Parámetros de control óptimos con diferentes corrientes de polarización

| <b>I(pol)</b><br><b>(corriente de polarización)</b> | <b>10 <math>\mu\text{A}</math></b> | <b>20 <math>\mu\text{A}</math></b> | <b>30 <math>\mu\text{A}</math></b> |
|-----------------------------------------------------|------------------------------------|------------------------------------|------------------------------------|
| <b>Punto final a</b>                                | 50 mV                              | 100 mV                             | 150 mV                             |
| <b>Gama de regulación</b>                           | 70 mV                              | 100 mV                             | 120 mV                             |
| <b>Velocidad máx.</b>                               | Valor por defecto                  | Valor por defecto                  | Valor por defecto                  |
| <b>Velocidad mín.</b>                               | Valor por defecto                  | Valor por defecto                  | Valor por defecto                  |
| <b>Deriva de parada</b>                             | Valor por defecto                  | Valor por defecto                  | Valor por defecto                  |

Al cabo de un tiempo de uso, el electrodo indicador se activará en el mismo reactivo, es decir, la curva de titulación será más pendiente. Si la curva de titulación es demasiado pendiente, se pueden producir valores de deriva con una lenta fluctuación durante el acondicionamiento. Este problema se soluciona ajustando un punto final más bajo. Sin embargo, los

puntos finales demasiado bajos pueden prolongar la titulación. Esto puede influir de forma inadecuada en los errores de medición.

## 9.5 Ejemplos de métodos para el trabajo con el horno Karl Fischer

En la tabla siguiente se muestran los ajustes recomendados de los parámetros para el trabajo con el horno Karl Fischer. Los métodos se pueden utilizar tanto con un cambiador de muestras con módulo de horno (p. ej. 885 *Compact Oven SC*) como con un horno Karl Fischer (p. ej. 860 *KF Thermo-*prep**). La tabla contiene solo los ajustes de los parámetros que se desvían de los valores por defecto.

| Parámetros                | Determinación del valor blanco (plantilla de método Blank) | Determinación del contenido de agua (plantilla de método KFC-Blank) |
|---------------------------|------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------|
| >Acondicionamiento        |                                                            |                                                                     |
| Deriva de arranque        | 10 µg/min *)                                               | 10 µg/min *)                                                        |
| Tiempo de estabil.        | 30 s                                                       | 30 s                                                                |
| >Condiciones arranque     |                                                            |                                                                     |
| Peso de muestra requerido | off                                                        | off                                                                 |
| Pausa bajo demanda        | off                                                        | off                                                                 |
| >Parám. de titración      |                                                            |                                                                     |
| Tiempo de extracción      | 180 s                                                      | 180 s                                                               |
| Velocidad de agitación    | 12                                                         | 12                                                                  |
| >Estadística              |                                                            |                                                                     |
| Estadística               | on                                                         | —                                                                   |
| Número de muestras        | 3                                                          | —                                                                   |
| >Informes                 |                                                            |                                                                     |
| Resultados                | on                                                         | on                                                                  |
| Cálculos/Estadística      | on                                                         | —                                                                   |

\*) Si trabaja en un entorno con una alta humedad del aire, es recomendable ajustar el parámetro **Deriva de arranque** en 20 µg/min.

## 9.6 Inicialización del sistema

En casos excepcionales, puede ocurrir que un sistema de archivos defectuoso (p. ej., por una caída del programa) afecte a la función del programa. En este caso se debe inicializar el sistema de archivos interno.



### ATENCIÓN

Si aparece una inicialización, se borrarán todos los datos del usuario (métodos, etc.). El aparato volverá a tener entonces los ajustes de fábrica.

Se recomienda hacer una copia de seguridad (backup) del sistema a intervalos regulares a fin de evitar que se pierdan datos.

Después de una inicialización del sistema no es necesario volver a cargar versiones de programa ni archivos de idioma. Tal vez solamente sea necesario volver a realizar la selección del idioma de diálogo en los ajustes del sistema.

Para inicializar el sistema, proceda del modo siguiente:

#### 1 Apagar el aparato

- Mantenga pulsada la tecla roja **[STOP]** como mínimo durante 3 s.

Aparece una barra de progreso. Si se suelta la tecla durante este tiempo, el aparato no se apagará.

#### 2 Poner en marcha el aparato

- Mantenga pulsada la tecla roja **[STOP]** aprox. 10 s.

El diálogo para la confirmación de la inicialización se mostrará durante 8 s. Durante este tiempo se tendrá que confirmar la inicialización.

```
System reset request detected.
>> Press [BACK] key twice
    to confirm !
>> Time remaining: 8 sec
```

### 3 Confirmar la inicialización



## AVISO

Si no se confirma la consulta antes de 8 s, se cancelará la operación.

- Pulse **[BACK]** dos veces.

Se inicia la inicialización. Este proceso dura aprox. 80 s. Una vez realizada la inicialización, el aparato se inicia automáticamente.

## 9.7 Interface Remote

### 9.7.1 Asignación de patillas del interface Remote

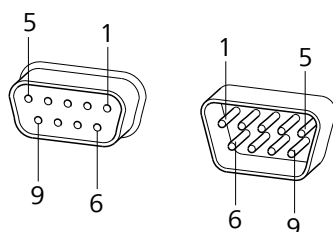
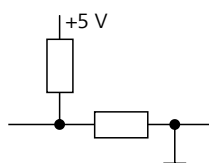


Figura 27 Asignación de patillas de la toma y del enchufe Remote-Stecker

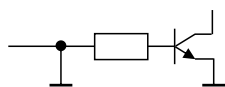
En la imagen superior, la asignación de patillas es válida para todos los aparatos Metrohm con conector Remote Sub-D de 9 polos.

*Tabla 8 Entradas y salidas del interface Remote*

| N.º patilla | Asignación      | Función    |
|-------------|-----------------|------------|
| 1           | Output 0        | Ready/EOD  |
| 2           | Output 1        | -          |
| 3           | Output 2        | Titulación |
| 4           | Output 3        | Cond OK    |
| 5           | Output 4        | Error      |
| 6           | 0 voltios (GND) |            |
| 7           | +5 voltios      |            |
| 8           | Input 0         | Inicio     |
| 9           | Input 1         | Stop       |

**Entradas**aprox. 5 k $\Omega$  Pull-up
 $t_p$   $t_p > 100$  ms

activo = low, inactivo = high

**Salidas**

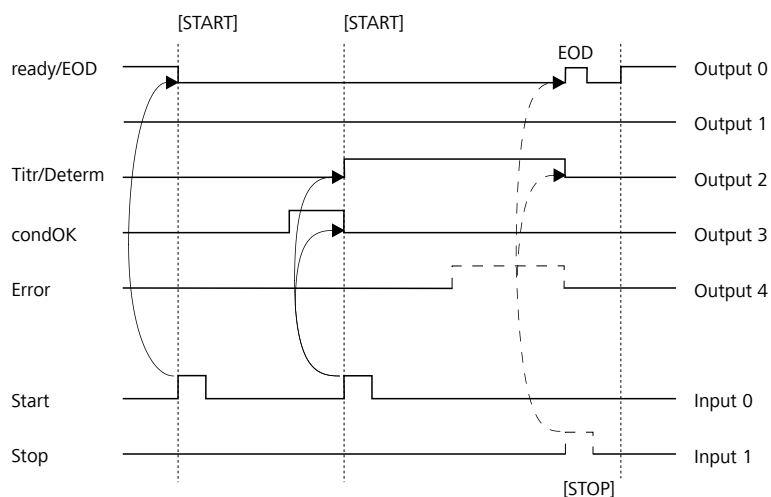
Open Collector

 $t_p$   $t_p > 200$  ms

activo = low, inactivo = high

 $I_C = 20$  mA,  $V_{CE0} = 40$  V

+5 V: carga máxima = 20 mA

**9.7.2 Diagrama de estado del interface Remote***Figura 28 Diagrama de estado Remote*

EOD = End of Determination (fin de la determinación)



### 9.8.1 Instrucciones y variables

| Instrucción                   | Función                           | Comentario                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                        |
|-------------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <b>\$G</b>                    | Start/Continue                    | Corresponde a la tecla <b>[START]</b> o <b>[Continuar]</b>                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                        |
| <b>\$S</b>                    | Stop                              | Corresponde a la tecla <b>[STOP]</b>                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                              |
| <b>\$H</b>                    | Hold                              | Detiene el desarrollo del método                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                  |
| <b>\$D</b>                    | Consultar el estado del aparato   | <p>Respuestas: <i>Ready;0, Busy;0, Hold;0</i> o <i>Cond;0</i> (0 = ningún mensaje)</p> <p>En caso de que un mensaje del aparato requiera la intervención del usuario, la respuesta de la consulta de estado muestra el número de mensaje correspondiente. Ejemplo:</p> <p>Busy;012-111</p> <p><b>= 012-111 Acondicionamiento no OK</b></p> <p>El mensaje se puede cerrar con <b>[Sí]</b> o <b>[No]</b>; véase a continuación.</p> |
| <b>\$A</b>                    | Cerrar el mensaje                 | <p>Confirma el mensaje en el aparato con <b>[OK]</b></p> <p>Inmediatamente después de cerrar el mensaje debe seguir obligatoriamente una consulta de estado que proporcione el número de mensaje, véase anteriormente.</p>                                                                                                                                                                                                        |
| <b>\$A(OK), \$A(CANCEL)</b>   | Cerrar el mensaje                 | Confirme el mensaje con <b>[OK]</b> o <b>[Cancelar]</b>                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                           |
| <b>\$A(YES), \$A(NO)</b>      | Cerrar el mensaje                 | Confirme el mensaje con <b>[Sí]</b> o <b>[No]</b>                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                 |
| <b>\$L(nombre del método)</b> | Cargar el método                  | El nombre de método debe ser conocido y unívoco.                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                  |
| <b>\$Q(variable)</b>          | Consultar el valor de la variable | <p>Ejemplos de variables: <i>EP1, R1, C00</i>.</p> <p>Para ver el listado completo de las variables, véase la página 40.</p>                                                                                                                                                                                                                                                                                                      |

Los valores de las variables solamente están disponibles después de finalizar una determinación (en estado "ready").

| Respuesta del aparato | Comentario            |
|-----------------------|-----------------------|
| OK                    | Instrucción ejecutada |
| E1                    | Método no encontrado  |
| E2                    | Variable inválida     |
| E3                    | Instrucción inválida  |

## 9.9 Algoritmos de cálculo en 899 Coulometer

## Formato numérico

El software del 899 Coulometer hace los cálculos según la norma ampliada IEEE 754 (IEEE Standard for Binary Floating-Point Arithmetic for Microprocessor Systems). Esto significa que los números se utilizan con "double precision" (64 bits) en los cálculos. Los números decimales se convierten en el interior del computador en números binarios y se utilizan en este formato para los cálculos. La salida en la pantalla y en los informes se realiza nuevamente en números decimales; los números binarios se transforman por tanto nuevamente en números decimales. Para poder comprobar los cálculos realizados internamente en el computador según IEEE 754, los números se incluyen en el informe del cálculo con toda su exactitud. Entre un número decimal introducido inicialmente y la representación interna del computador con precisión completa se puede producir una diferencia mínima en el rango de las últimas posiciones decimales. Esta diferencia se debe al hecho de que no existe una correspondencia binaria exacta para cada número decimal. Si, p. ej. se introduce el peso de muestra de 50,3 mg, se representará en el informe del cálculo en "double precision" como 5.029999999999999E+01.

## Procedimiento de redondeo

Los valores de medida y los resultados se redondean hasta el número definido de posiciones decimales (redondeo comercial, según la Farmacopeia de los EE. UU., USP). Si la cifra de la primera posición decimal que cae es **1, 2, 3 ó 4**, se redondea hacia abajo; si esta cifra es **5, 6, 7, 8 ó 9**, se redondea hacia arriba. Los números negativos se redondean según su valor, es decir, su distancia de cero.

### Ejemplos:

**2,33** pasará a ser **2,3**

**2,35** pasará a ser **2,4**

**2,47** pasará a ser **2,5**

**-2,38** pasará a ser **-2,4**

**-2,45** pasará a ser **-2,5**

### Estadística

Se calculan la media aritmética y la desviación estándar absoluta y relativa de los resultados:

Se pueden evaluar estadísticamente un máximo de cinco resultados ( $1 \leq k \leq 5$ ), que se calcularán en una determinación. Una serie estadística puede incluir un máximo de 20 determinaciones ( $1 \leq n \leq 20$ ).

Para las fórmulas a continuación se aplica la siguiente convención:

$1 \leq n \leq 20$  y  $1 \leq k \leq 5$ .

Valor medio:

$$\bar{x}_k = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n R_{k,i}$$

Desviación estándar absoluta:

$$Sabs_k = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (R_{k,i} - \bar{x}_k)^2}{n-1}}$$

Desviación estándar relativa (en %):

$$Srel_k = 100 \cdot \frac{Sabs_k}{\bar{x}_k}$$

### Explicaciones

En la estadística, se utilizan los valores individuales con toda su exactitud.

En el formato de número de 64 bits, para el formato de número de coma flotante se obtienen 15 posiciones significativas en notación decimal.

La exactitud se puede controlar mediante la selección del prefijo de la unidad (mili, micro) y el número de posiciones decimales.

### Ejemplo:

El resultado mostrado **1234,56789158763 mg/L** tiene 15 posiciones significativas. Se debe redondear a tres posiciones decimales según el procedimiento de redondeo anterior:

- **1234,568 mg/L.**

Si se imprime el mismo resultado en **g/L (1,23456789158763 g/L)** y se redondea igualmente a tres posiciones decimales, se obtiene

- **1,235 g/L.**

Es decir, se obtiene la menor pérdida de exactitud mediante el redondeo cuando se selecciona la aplicación y el formato de número de modo que los números mostrados muestren el máximo número posible de posiciones antes de la coma de decimales.

Un nuevo cálculo completo de la estadística mediante una calculadora de bolsillo o un programa informático de cálculo puede dar lugar a desviacio-







## 10.6 Temperatura ambiente

|                                       |                                                    |
|---------------------------------------|----------------------------------------------------|
| <i>Gama nominal de funcionamiento</i> | +5...+45 °C<br>(con humedad del aire máx. del 85%) |
| <i>Almacenamiento</i>                 | -20...+60 °C                                       |
| <i>Transporte</i>                     | -40...+60 °C                                       |

## 10.7 Condiciones de referencia

|                                         |                                                 |
|-----------------------------------------|-------------------------------------------------|
| <i>Temperatura ambiente</i>             | +25 °C ( $\pm 3$ °C)                            |
| <i>Humedad del aire relativa</i>        | $\leq 60\%$                                     |
| <i>Estado a temperatura de servicio</i> | El aparato lleva como mínimo 30 min en servicio |
| <i>Validez de los datos</i>             | tras el ajuste                                  |

## 10.8 Dimensiones

|                                                         |                   |
|---------------------------------------------------------|-------------------|
| <i>Anchura</i>                                          | 143,5 mm          |
| <i>Altura (sin soporte de recipiente de titulación)</i> | 112 mm            |
| <i>Altura (con soporte de recipiente de titulación)</i> | 195 mm            |
| <i>Profundidad</i>                                      | 281,5 mm          |
| <i>Peso (incl. fuente de alimentación)</i>              | 2800 g            |
| <i>Material</i>                                         |                   |
| <i>Carcasa</i>                                          | PBT               |
| <i>Material</i>                                         |                   |
| <i>Suelo</i>                                            | Acero fino 1.4301 |



# Índice alfabético

## A

|                        |     |
|------------------------|-----|
| Acondicionamiento      |     |
| Parámetros             | 75  |
| Adaptador              |     |
| Conectar               | 24  |
| Agitador               |     |
| Conexión               | 21  |
| Anchura de gráficos    | 71  |
| Apagar                 | 36  |
| Aparato                |     |
| Apagar                 | 36  |
| Colocación             | 8   |
| Poner en marcha        | 36  |
| Aparato USB            |     |
| Adaptador              | 24  |
| Conectar               | 24  |
| Application Bulletin   | 32  |
| Archivo de idioma      |     |
| Cargar                 | 73  |
| Asignación de patillas | 102 |

## B

|                         |        |
|-------------------------|--------|
| Backup                  | 69     |
| Balanza                 | 50, 95 |
| Conexión                | 22     |
| Parámetros de interface | 72     |

## C

|                           |     |
|---------------------------|-----|
| Caída del programa        | 101 |
| Cálculo                   |     |
| Formato numérico          | 106 |
| Método "Blank"            | 86  |
| Método "KFC-Blank"        | 85  |
| Método "KFC"              | 84  |
| Procedimiento de redondeo | 106 |
| Cálculo estadístico       | 88  |
| Cambiador de muestras     |     |
| Con módulo de horno       | 14  |
| Conectar                  | 27  |
| Carga estática            | 4   |
| Catolito                  |     |
| Sustitución               | 35  |
| Célula de titulación      |     |
| Equipamiento              | 11  |
| Instalación               | 9   |
| Llenado                   | 12  |
| Condición de parada       |     |
| Parámetro                 | 83  |

|                                |     |
|--------------------------------|-----|
| Condiciones de arranque        |     |
| Parámetros                     | 77  |
| Conector de electrodo          |     |
| Electrodo de punta de Pt doble | 7   |
| Electrodo indicador            | 7   |
| Conector de electrodos         |     |
| Electrodo generador            | 7   |
| Conector de sensor             |     |
| Pt1000                         | 7   |
| Sensor de temperatura          | 7   |
| Conector Remote                |     |
| Cambiador de muestras          | 27  |
| Conexión a la red              | 7   |
| Fuente de alimentación         | 14  |
| Power Box                      | 16  |
| Conexión RS-232                | 104 |
| Contraste                      | 66  |
| Control                        | 44  |
| Autoarranque                   | 44  |
| Tabla de muestras              | 44  |
| Control manual                 |     |
| Agitar                         | 62  |
| Control remoto                 | 104 |
| Copia de seguridad             | 69  |
| Corriente de polarización      |     |
| Dependencia                    | 98  |
| Coulometría                    |     |
| Condiciones de trabajo         | 34  |
| Consejos prácticos             | 30  |
| Deriva                         | 34  |
| Estándar de agua               | 30  |
| Peso de muestra                | 32  |
| Principio                      | 29  |
| Coulómetro                     |     |
| Colocación                     | 8   |
| Curva                          | 58  |

## D

|                                        |    |
|----------------------------------------|----|
| Datos de muestra                       |    |
| Introducir                             | 45 |
| Modificación durante una determinación | 54 |
| Determinación                          |    |
| Cancelar                               | 54 |
| Ejecutar                               | 51 |
| Resultado                              | 57 |
| Determinación múltiple                 |    |
| Cálculo estadístico                    | 88 |

|                        |    |
|------------------------|----|
| Diagnóstico            | 74 |
| Diagnóstico de aparato | 73 |
| Diálogo de rutina      | 66 |
| Diálogo experto        | 65 |
| Diseño del teclado     | 71 |

## E

|                             |     |
|-----------------------------|-----|
| Editor de fórmulas          | 40  |
| Ejemplos de métodos         |     |
| Horno Karl Fischer          | 100 |
| Electrodo                   |     |
| Conexión                    | 17  |
| Electrodo generador         |     |
| Llenado                     | 12  |
| Electrodo indicador         |     |
| Tiempo de acondicionamiento | 35  |
| End of Determination EOD    | 103 |
| Entrada de números          | 38  |
| Entrada de texto            | 38  |
| Estadística                 | 59  |
| Estándar de agua            |     |
| Certificado                 | 30  |
| Estructura de directorios   | 69  |

## G

|                    |    |
|--------------------|----|
| Gama de regulación |    |
| Dependencia        | 98 |

## H

|                       |     |
|-----------------------|-----|
| Horno de Karl Fischer |     |
| Uso                   | 14  |
| Horno Karl Fischer    |     |
| Ejemplos de métodos   | 100 |

## I

|                           |        |
|---------------------------|--------|
| Idioma                    | 64     |
| Idioma de diálogo         | 64     |
| Cargar                    | 73     |
| Impresora                 | 70, 98 |
| Conectar                  | 24     |
| Imprimir                  | 60     |
| Indicaciones de seguridad | 3      |
| Informe                   |        |
| Imprimir manualmente      | 60     |
| Seleccionar               | 88     |
| Informe de resultados     |        |
| Definir                   | 88     |
| Informe PC/LIMS           | 70     |
| Inicialización            | 101    |

Inicialización del sistema ..... 101

## K

Karl Fischer  
Coulometría ..... 29  
KFC  
Parámetros ..... 75

## M

Manejo  
Aspectos generales ..... 37  
Memoria USB  
Estructura de directorios ..... 69  
Método  
Borrar ..... 69  
Exportar ..... 43  
Guardar ..... 42  
Importar ..... 69  
Modificaciones durante una deter-  
minación ..... 54  
Módulo de horno ..... 14  
MSB  
Conector ..... 7  
Muestra  
Líquida ..... 33  
Sólida ..... 33

## N

Navegación ..... 38  
Nombre del usuario ..... 64

## P

Parámetro  
Condición de parada ..... 83  
Parámetros  
Acondicionamiento ..... 75  
Cálculo ..... 84  
Condiciones de arranque ..... 77  
Dependencia ..... 98  
Editar en vivo durante una  
determinación ..... 56  
KFC ..... 75  
Titulación ..... 81  
Parámetros de control ..... 78

Parámetros de titulación ..... 81  
Parámetros en vivo durante una  
determinación ..... 56  
Parte anterior del aparato ..... 6  
Parte posterior del aparato ..... 7  
Peso de muestra  
Enviar desde una balanza 50,  
95  
Tamaño ..... 32  
Plantilla de método  
Cargar ..... 41  
Poner en marcha ..... 36  
Punto final  
Dependencia ..... 98

## R

Recalcular ..... 58  
Recambio de reactivo ..... 35  
Remote  
Asignación de patillas ..... 102  
Conector ..... 7  
Diagrama de estado ..... 103  
Interface ..... 102  
Reparación ..... 4  
Resultado ..... 57  
Guardar como variable común  
..... 68  
Procedimiento de redondeo  
..... 106  
Recalcular ..... 58  
RS-232  
Parámetros de interface ..... 72

## S

Sensor  
Conexión ..... 17  
Sensor de temperatura  
Conexión ..... 17  
Solución de problemas ..... 90

## T

Tabla de muestras ..... 47  
Cargar ..... 48  
Editar en directo ..... 55



Guardar ..... 48  
Insertar línea ..... 49  
Tamiz molecular  
Sustitución ..... 10  
Teclado  
Conectar ..... 24  
Distribución de las teclas 96,  
97  
Tensión de red ..... 4  
Tiempo de preparación  
Electrodo generador con dia-  
fragma ..... 34  
Electrodo generador sin dia-  
fragma ..... 34  
Tipo de balanza ..... 71  
Tipo de diálogo ..... 65  
Titulación Karl Fischer  
Solución de problemas ..... 90  
Tubo de adición/aspiración  
Montaje ..... 13  
Tubo de adsorción  
Llenado ..... 9

## U

Update  
Idioma de diálogo ..... 73  
Versión de programa ..... 73  
USB ..... 96  
Impresora ..... 98  
Ratón de PC ..... 97  
Teclado de PC ..... 97  
Teclado numérico ..... 96  
USB (OTG)  
Conector ..... 7

## V

Variable común ..... 67  
Borrar ..... 67  
Editar ..... 67  
Invalidar ..... 67  
Velocidad de agitación ..... 94  
Versión de programa  
Actualizar ..... 73