

---

**DL50/DL53/DL55/DL58**  
**Tituladores**



## Índice de materias

Página

<b>1.</b>	<b>Introducción</b> .....	<b>3</b>
<b>2.</b>	<b>Medidas de seguridad</b> .....	<b>5</b>
<b>3.</b>	<b>El Titulador</b> .....	<b>6</b>
3.1	El concepto de manejo .....	7
3.1.1	Las teclas de menú .....	8
3.1.2	Las teclas de funciones auxiliares .....	9
3.1.3	Las teclas de mando .....	9
3.1.4	La tecla de conmutación .....	10
3.2	Cambio de lengua .....	11
<b>4.</b>	<b>La primera valoración</b> .....	<b>12</b>
4.1	Preparación .....	12
4.1.1	Lavado de bureta (llenar) .....	13
4.2	Comienzo de la valoración con el método 90001 .....	14
<b>5.</b>	<b>El concepto de métodos</b> .....	<b>19</b>
5.1	Métodos METTLER .....	20
5.2	Métodos estándar .....	20
5.3	La elaboración de un método .....	24
<b>6.</b>	<b>Calibración de un electrodo de pH</b> .....	<b>26</b>
6.1	Punto cero y pendiente .....	26
6.2	Calibración .....	27
<b>7.</b>	<b>Determinación del título de una disolución de NaOH</b> .....	<b>30</b>
7.1	Título t .....	30
7.2	Preparación .....	30
7.2.1	Cambio de los métodos estándar .....	30
7.2.2	Reactivos y sustancias patrones primarios .....	31
7.3	Determinación del título .....	32
<b>8.</b>	<b>Medición del valor del pH de una disolución</b> .....	<b>35</b>
<b>9.</b>	<b>Memorización de datos de muestras</b> .....	<b>36</b>



## 1. Introducción

Los tituladores DL50, DL53, DL55 y DL58 de METTLER TOLEDO son instrumentos de análisis controlados por microprocesadores. Gracias a la inteligencia integrada son capaces de obtener resultados exactos y reproducibles.

Con los tituladores se pueden hacer valoraciones a punto final, punto de equivalencia y de regulación del pH, también se puede medir el potencial y la temperatura de disoluciones, los valores TAN/TBN, así como la alcalinidad y acidez. Valoraciones voltamétricas y amperométricas se pueden realizar con una tarjeta KF y con la cabeza de valoración KF se puede determinar el contenido en agua según KF. Conectado a cualquier conductímetro de los que existen en el mercado con salida analógica, se pueden hacer mediciones de la conductividad y valoraciones conductométricas.

Al titulador se le puede conectar además de electrodos, sondas de temperatura y un agitador, un registrador con salida analógica. Por medio de un conector DIN se puede conectar un teclado externo que no sólo nos permite entrar textos sino también el manejo del titulador; a este teclado se le puede conectar un lector de código de barras. Las entradas y salidas de un máximo de dos conectores TTLIO, permiten el control de otros instrumentos.

Con la tarjeta Centronics Vd. puede

- conectar una balanza al interface RS232 para transmitir el peso de la muestra automáticamente y
- una impresora que escribe un informe con los datos que deseemos.

Con una tarjeta RS Vd. puede

- conectar un ordenador para intercambiar datos con el titulador o un terminal que sirve de segunda pantalla
- un cambiador de muestras de METTLER TOLEDO con el que puede automatizar los análisis.

Los tituladores tienen una ranura de ampliación para introducir una tarjeta memoria en la que Vd. puede almacenar sus métodos y los resultados de sus mediciones. En el DL50 sólo es posible un software-update con una disquete.

Los cuatro tituladores no se diferencian en el manejo. Las diferencias en el software y el hardware se indican en el capítulo correspondiente.

## Dónde encontrar qué información

1. Siguiendo las indicaciones de esta **guía** Vd. podrá manejar el titulador inmediatamente. Con la ayuda de los métodos memorizados podrá hacer los primeros análisis fácilmente.
2. En el **Manual de Instrucciones** encontrará una descripción completa de las funciones de los tres tituladores. Las instrucciones para la instalación se encuentran en el cap. 10. En el capítulo 7 se describen las funciones e instrucciones adicionales que ofrece el DL58. El índice, en el capítulo 13, contiene las palabras claves de la Guía de Manejo y las del Manual de Instrucciones.
3. En el folleto de aplicaciones se describen 30 métodos METTLER, de ellos cuatro se encuentran memorizados en el DL50, veinte en el DL53 y treinta en el DL55 y DL58.
4. Se puede solicitar la **Descripción de la opción para el ordenador**, es decir, una explicación completa de la comunicación entre titulador y ordenador.

## 2. Medidas de seguridad

Los instrumentos sólo han sido controlados para los ensayos y análisis descritos en esta "Guía de Manejo" y en el "Manual de Instrucciones". Por tanto, debe Vd. controlar que el instrumento que le suministramos es adecuado para los fines y usos a los que Vd. va a destinarlo. Respete las medidas de seguridad abajo indicadas.

### Medidas para su seguridad



Riesgo de electrocución

- Asegúrese de que el cable suministrado con el instrumento tiene un enchufe de conexión a tierra. En caso contrario, cualquier defecto técnico podría poner su vida en peligro.
- Apague el instrumento y desenchúfelo antes de abrirlo. Una descarga eléctrica podría poner su vida en peligro.



Riesgo de explosión

- No trabaje en lugares donde exista peligro de explosión. La carcasa del instrumento no cierra herméticamente (peligro de explosión por chispa eléctrica, corrosión por entrada de gases).



Riesgo de corrosión

- Controle que el vaso de valoración está bien ajustado a la cabeza de valoración. Si cayera mientras Vd. trabaja, podría lesionarse con disolventes y reactivos venenosos o ácidos y bases fuertes.
- Cuando use productos químicos y disolventes, siga las instrucciones de los fabricantes y las reglas de seguridad generales en el laboratorio.

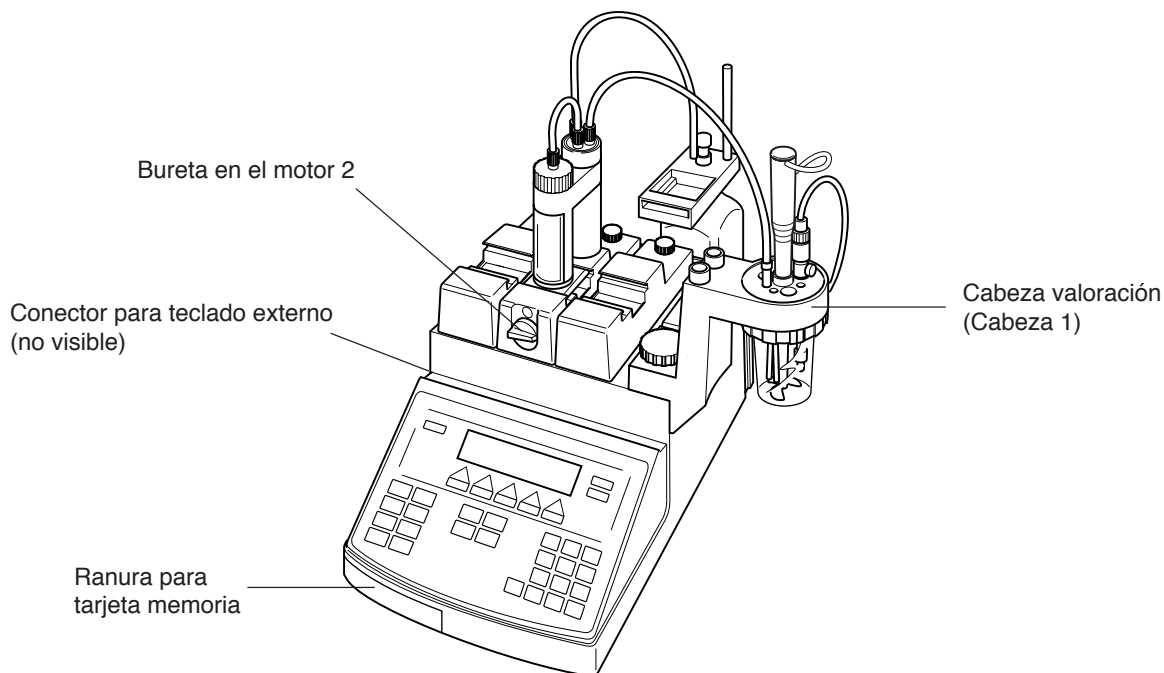
### Medidas de seguridad en el puesto de trabajo



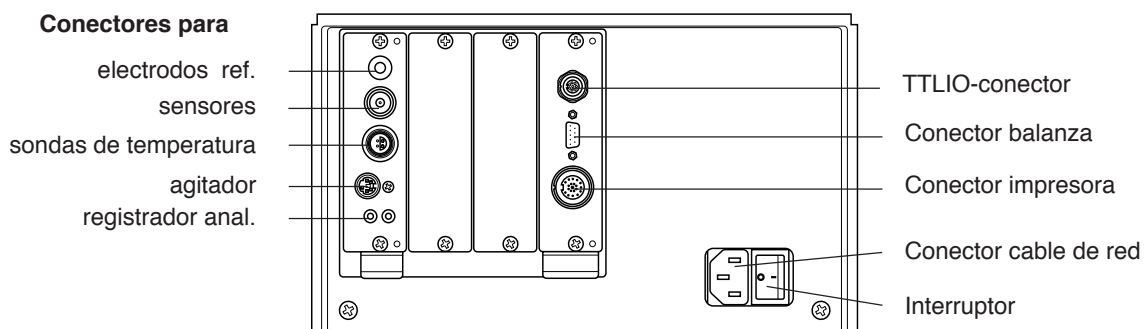
Precaución

- Confíe el mantenimiento de su instrumento sólo al servicio METTLER TOLEDO.
- Seque las salpicaduras. El instrumento no es impermeable.
- Proteja el instrumento de las siguientes influencias ambientales:
  - fuertes vibraciones,
  - rayos solares directos,
  - más de 80% de humedad,
  - temperatura por debajo de los 5 °C o por encima de los 40 °C,
  - fuertes campos magnéticos o eléctricos.

### 3. El Titulador



**Parte trasera** (la figura se refiere al equipo estándar con las tarjetas de pH y Centronics)



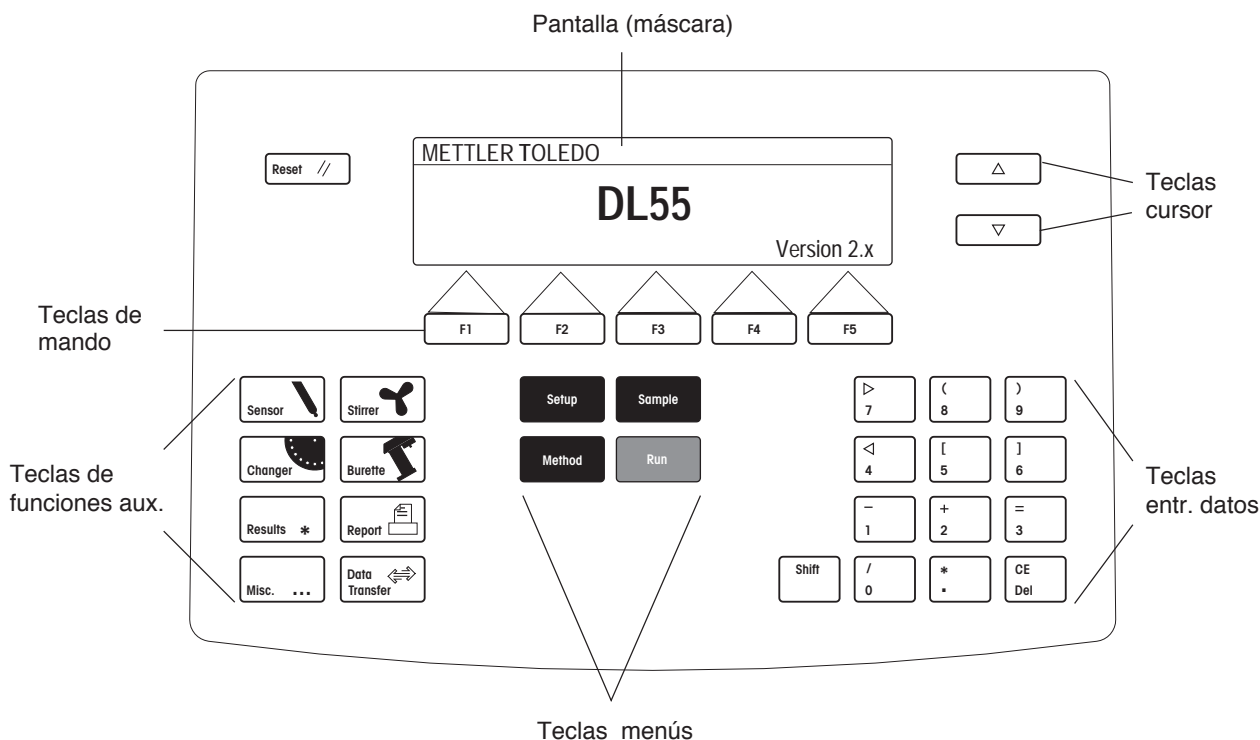
Vd. ha montado el titulador (ver capítulo 10 del Manual de Instrucciones) y le gustaría hacer enseguida una valoración. Para ello debe conocer ante todo las funciones de las diferentes teclas y cuidar de que el instrumento "hable" la lengua que a Vd. le resulte más cómoda. Puede elegir entre español, francés, inglés, italiano y alemán.

**Aviso:** Debe dejar conectado el titulador las primeras 48 horas para que el acumulador incorporado (pila recargable) pueda cargarse por completo. El acumulador alimenta con corriente eléctrica el reloj interno mientras el instrumento esté desconectado. En caso de interrupciones de más de cuatro meses, probablemente deberá volver a cargar la pila y a ajustar el reloj.



### 3.1 El concepto de manejo

Cuando Vd. enciende el titulador, siempre se realiza un autocontrol antes de que aparezca el nombre del titulador (ejemplo DL55):



Ahora se pueden activar todos los menús y funciones auxiliares

- Pulse la tecla Setup por ejemplo:



Ahora puede activar no sólo las teclas de menús y funciones auxiliares sino también la tecla ∇, las teclas de Reset y mando <F3>, "Impr." y <F4>, "Cambiar".

∇: La señal ∇ en la pantalla significa que hay más medios auxiliares en la lista. Al pulsar esta tecla los renglones suben, la barra selectora queda fija. Las ordenes que se pueden dar se refieren siempre al renglón **elegido**.

Reset: La primera máscara "METTLER TOLEDO..." aparece de nuevo: Con Reset **se interrumpen** los análisis o cualquier otra acción.

**Imprimir** (pulsar <F3>): Se imprime la lista de reactivos (si hay una impresora conectada y definida, ver cap. 2.7 del Manual de Instrucciones).

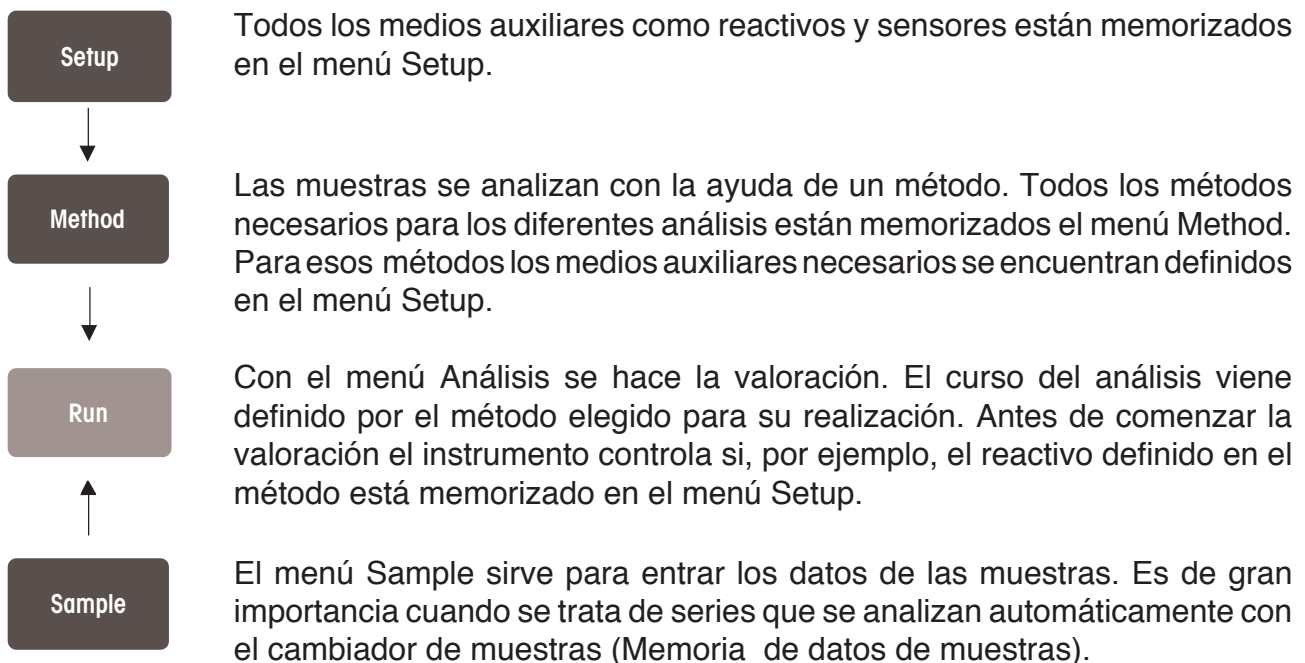
**Cambiar** (pulsar <F4>): Se visualiza la lista de reactivos:

Reactivos		SETUP
NaOH	0.1 mol/L	
HCl	0.1 mol/L	
HClO <sub>4</sub>	0.1 mol/L	▼
Esc	Borrar	Añadir
		Cambiar
		OK

– Pulse la tecla Reset para volver a la máscara inicial

### 3.1.1 Las teclas de menú

Para poder analizar una muestra automáticamente los correspondientes datos deben estar memorizados. En el titulador esos datos están clasificados en varias categorías, repartidos entre varios menús y se accede a ellos con las teclas de menú. Sólo el juego conjunto de estos menús permite un análisis automático.



**Aviso:** Cada menú esta dividido a su vez en submenús, es decir, se le han asignado diferentes tareas y para poder cumplirlas estos submenús a su vez también están divididos. En la Guía de Manejo y en el Manual de Instrucciones estos submenús tienen distintas denominaciones: menús, listas y máscaras.

### 3.1.2 Las teclas de funciones auxiliares

Para poder medir el potencial de una disolución o llenar una bureta los datos necesarios están distribuidos según el tipo de tarea en diferentes menús. Puesto que son independientes del análisis en sí, los denominamos funciones auxiliares. Se accede a ellos con la tecla correspondiente.



Se puede medir el potencial de una disolución o su temperatura y calibrar la sonda de temperatura.



Se puede parar o poner en marcha el agitador y regular la velocidad de agitación.



Se puede manejar el cambiador de muestras manualmente.



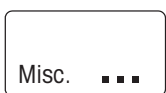
Se puede llenar la bureta, dosificar un volumen determinado y hacer una valoración manual.



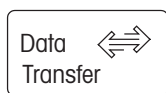
Se pueden controlar la lista de resultados de las muestras analizadas y cambiar los valores estadísticos de una serie.



Se puede imprimir un informe adicional.



Se puede definir, entre otras cosas, la fecha y la lengua y activar las salidas y entradas de los mandos a distancia.



Se puede copiar los datos del titulador a la tarjeta memoria o transferir datos a un ordenador.

### 3.1.3 Las teclas de mando

Las ordenes que se realizan con <F1>...<F5>, son diferentes según la función elegida. Las siguientes ordenes necesitan una aclaración:

**Esc:** Si ha cambiado algo en el menú actual o en uno de los submenús, estos cambios se eliminan, es decir, quedan los valores/ nombres anteriores.

**OK:** Esta orden es siempre una confirmación de lo que

- se ha hecho, por ejemplo cambiar un valor
- se ha mirado, por ejemplo controlar que una lista está completa
- se quiere hacer, por ejemplo llenar la bureta
- se quiere tomar, por ejemplo el nombre o el valor en un menú de selección.

**Cambiar:** Cuando aparece esta orden, con <F4> se puede,

- llamar un submenú que se puede o se debe cambiar
- llamar un menú de selección del que se puede o se debe tomar valores o nombres
- cambiar el nombre o el valor de un parámetro directamente.

Aviso: Esta orden no aparece cuando un valor o un nombre sólo se puede cambiar con el teclado.

### 3.1.4 La tecla de conmutación



Con la tecla Shift (tecla de conmutación) se activan los caracteres numéricos.



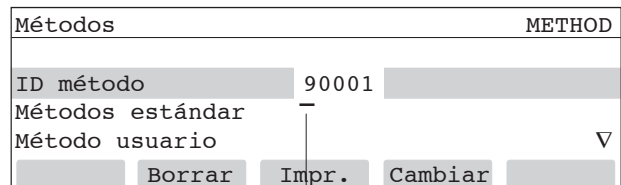
Del: Se borra el número/ carácter o letra en el que se encuentra el cursor  
 CE: Se borra todo el texto de un renglón.



El cursor se mueve hacia la derecha o hacia la izquierda.



+



Cursor (parpadea)

### Combinación de teclas

Con la tecla Shift y las de mando (combinación de teclas) se pueden realizar las siguientes operaciones:



- + tecla Δ la barra selectora sube 4 renglones.
- + tecla ▼ la barra selectora baja 4 renglones.



- + <F1> avanza un renglón en la impresora (ver cap. 2.7.1.1 del Manual de Instrucciones).
- + <F2> avanza una página en la impresora



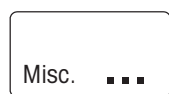
- + <F3>: imprime la máscara que aparece en la pantalla (copia).



- + <F4>: Imprime los datos del sistema (ver cap. 9 del Manual de Instrucciones).

## 3.2 Cambio de lengua

Si Vd. desea cambiar la lengua activa por otra que conoce mejor proceda de la siguiente manera:



Diversos	MISC.
Definir la configuración titulador	
Ajustar entradas medida	
Reducir proceso análisis	∇
Esc	OK

– Pulsar <F5>.

Configuración titulador	MISC.
Formato fecha/hora	
Fecha/hora	
Lengua	∇
Esc	Cambiar
	OK

– Pulsar dos veces la tecla ∇ hasta llegar a "Lengua".

Lengua	MISC.
Lengua activa	Inglés
Esc	Cambiar
	OK

– Entonces pulsar <F4>.

– Pulsar <F4> hasta que aparezca la lengua que Vd. desea (por ejemplo, inglés).

Titration settings	MISC.
Date/time	Δ
Language	
Report header	
Titration ID	∇
Esc	Change
	OK

Con ambas teclas, **Esc** o **OK**, aparece la máscara "Configuración del titulador" de nuevo.

**Esc:** Los cambios hechos no se realizan, los textos quedan en la lengua que estaban.

**OK:** Se confirman los cambios, los textos aparecen en la lengua elegida.

## 4. La primera valoración

Queremos explicarle la marcha de un análisis volumétrico a base de una valoración ácido base sencilla. El método para esta determinación de ácido está memorizado como un método METTLER con el nombre "Contenido en ácido" bajo la identificación **90001**.

**5 mL** de una **solución de HCl** (concentración = 0,1 mol/L)  
se valoran con **NaOH** (concentración = 0,1 mol/L)

### 4.1 Preparación

- Preparar soluciones de ácido clorhídrico e hidróxido sódico de las concentraciones arriba indicadas. El hidróxido sódico debe estar libre de carbonatos.
- Preparar la bureta de 10 mL para el hidróxido sódico y colocarla en el segundo accionador de bureta (ver dibujo cap. 3).
- Para proteger el hidróxido sódico de  $\text{CO}_2$  ponga en el portaburetas de la botella de NaOH un tubo desecador lleno de hidróxido sódico.
- Ajuste un vaso de valoración a la cabeza y meta el tubo de dosificación del NaOH en uno de los orificios de la cabeza de valoración.
- Llene la bureta (ver la página siguiente).

Cuando haya llenado la bureta,

- conecte un sensor de pH con cable lemon a la entrada de sensores y el agitador a la entrada para agitadores.

(En el menú Setup están definidas las entradas y salidas con el nombre "Sensor 1" y "Agitador 1").

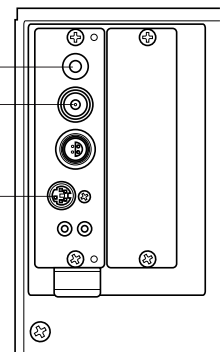
La conexión a una impresora y/o una balanza viene descrita en el capítulo 2.7 del Manual de Instrucciones. Para el propio análisis no es necesaria la conexión de ninguna de ellas.

Tarjeta de pH (en la parte posterior del titulador)

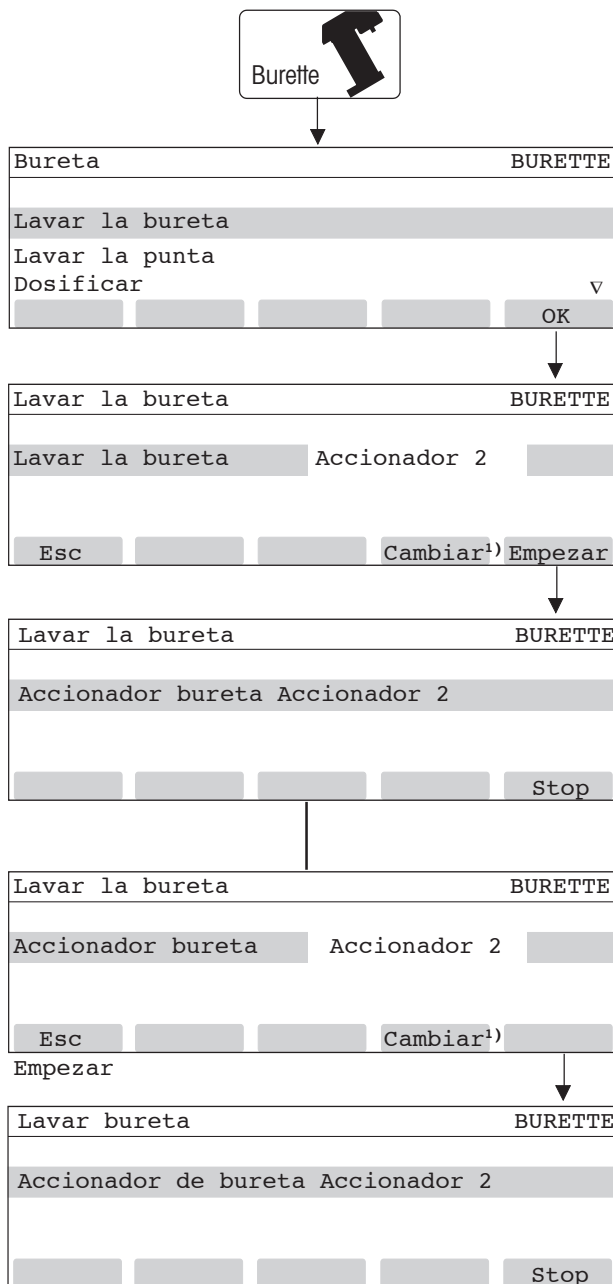
Entrada electrodo de referencia

Entrada sensor "Sensor 1"

Salida agitador "Agitador 1"



### 4.1.1 Lavado de bureta (llenar)



– Pulsar <F5>

1) aparece sólo en el DL55 y el DL58, ya que se puede tener dos accionadores de bureta.

– Pulsar <F5>

El pistón de la bureta se mueve hacia arriba para eliminar el aire. Una pequeña cantidad de hidróxido sódico viene aspirada cuando el pistón vuelve a su posición inicial. En la pantalla aparece de nuevo:

– Repetir el proceso de llenado hasta estar seguros de que la bureta está totalmente llena y en los tubos no hay burbujas de aire.

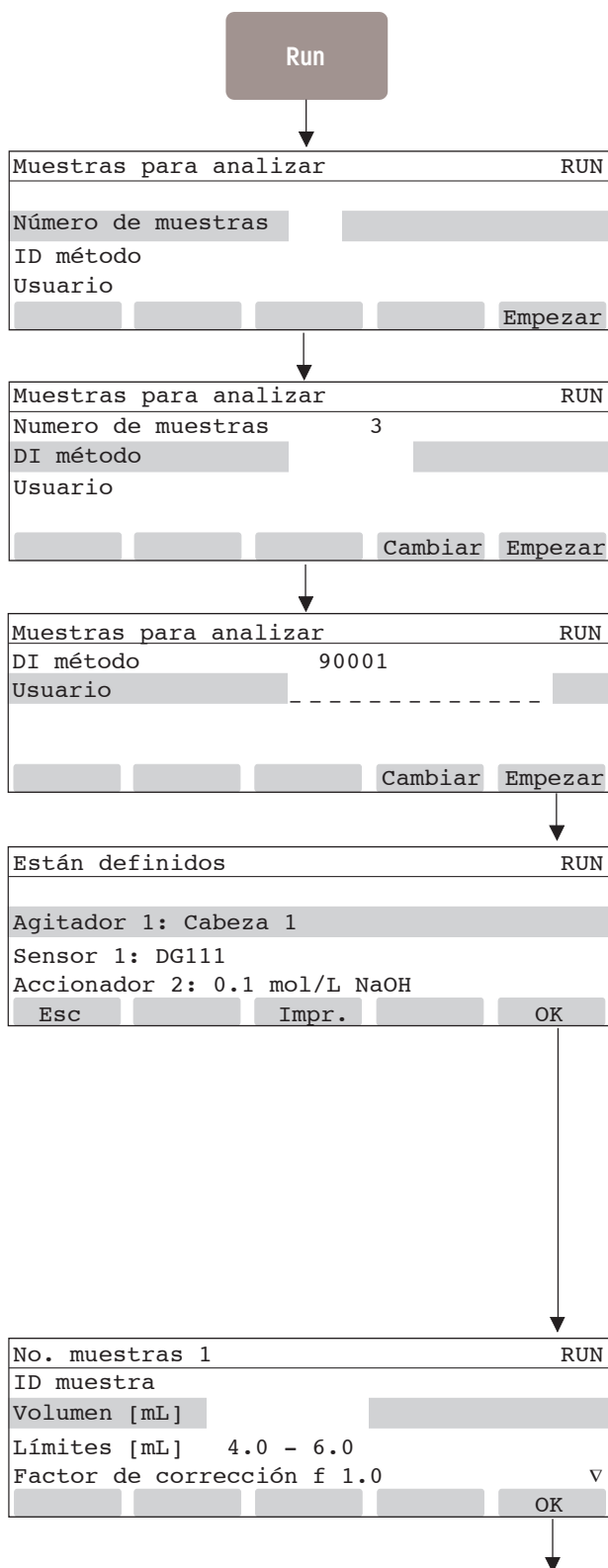
– A continuación quitar el vaso de valoración y enjuagar la hélice del agitador y la punta del tubo dosificador de la bureta con agua desionizada.

– Pulsar la tecla Reset: Aparece la máscara inicial

Se puede parar en cada momento el proceso de llenado con <F5>.

## 4.2 Comienzo de la valoración con el método 90001

- Poner aproximadamente 50 mL de agua desionizada en un vaso de valoración, pipetear 5 mL de ácido clorhídrico y ajustar el vaso a la cabeza de valoración.



A continuación se describe el procedimiento para tres muestras, a fin de poder calcular el valor estadístico.

- Entrar **3** para número de muestras
  - Pulsar la tecla ∇.
  - Entrar **90001** para nº de identificación del método.
  - Pulsar la tecla <F5> o Run.
- (Aparece el número de identificación del método con el que se hizo el último análisis.)

- Escriba su nombre (caso de haber conectado un teclado) y pulse la tecla <F5> o Run.
- (El nombre del último análisis realizado está memorizado como sugerencia.)

- Con esta información se debe controlar si
- el agitador de la "Cabeza 1" está conectado a la salida "Agitador 1"
  - un electrodo de pH está conectado a la entrada "Sensor 1" (DG111 es el electrodo de pH de METTLER TOLEDO)
  - la bureta con NaOH se encuentra en el "Accionador 2".
- Pulsar la tecla <F5> o Run.

**ID muestra:** se puede entrar un número de identificación para esta muestra.

El **Volumen** es la cantidad de muestra que debe ser valorada.

Los valores límites están definidos en el método y sirven como indicación para no tomar muestras ni demasiado grandes ni demasiado pequeñas.

**Factor de corrección:** ver cap. 4.1 en el Manual de Instrucciones.

La **temperatura** (renglón no visible) puede ser entrada manualmente.

- Entrar **5.0** como volumen de la primera muestra
- Pulsar la tecla <F5> o Run.



Muestra en curso	RUN
<b>No. 1 de 3</b>	
ID muestra	
ID método	90001
OK	

Función Agitar	RUN
Tiempo de espera [s]	10
Velocidad [%]	50
Parar <sup>1)</sup>	

Valores medidos	RUN
<b>0.000 mL</b>	
<b>274.3 mV</b>	
Tabla    Curva    Parar <sup>1)</sup>	

Función Informe	RUN
El periférico escribe el informe	
Parar	

Lista resultados	RUN
Método: 90001	
Muestra 1	
R1 = 4.993 mL Consumo	
R2 = 0.1009 mol/L Cont. ácido	∇
OK	

No. de muestras 2	RUN
ID muestra	
Volumen [mL]	0.0
Límites[mL]	4.0 - 6.
Factor corrección f	1.0
∇	
OK	

Muestra en curso	RUN
<b>No. 2 de 3</b>	
ID muestra	
ID método	90001
OK	

Esta es la indicación o último recordatorio de que debe colocar el vaso de valoración con la primera de las tres muestras definidas en la cabeza de valoración.

– Pulsar la tecla <F5> o Run.

El titulador agita 10 segundos con una velocidad del 50% para mezclar la solución (el tiempo que pasa se va indicando).

<sup>1)</sup> Aparece sólo en el DL55/DL58, significa que con <F5> se puede parar el titulador.

El titulador

- dosifica **2 mL** en 3 pasos y realiza la valoración hasta el volumen máximo definido de **7 mL**.

Pulsando <F2> se visualiza la tabla de valores, con <F4> la curva de la valoración "Potencial en función del volumen".

Si ha definido y conectado una impresora, se imprimen la tabla de valores y la curva de la valoración del análisis realizado (ver página siguiente). Durante ese tiempo aparece esta máscara.

Después se visualizan los resultados de la primera muestra.

Con la tecla ∇ es posible ver los resultados de la tercera muestra.

Las fórmulas para el cálculo de los tres resultados **R1**, **R2** y **R3** están definidas en el método.

– Pulsar <F5> o la tecla Run.

– Retire el vaso de valoración con la 1ª muestra.

– Enjuague el electrodo, el agitador y el tubo de dosificación con agua desionizada.

– Prepare la segunda muestra y ajuste el vaso a la cabeza de valoración.

– **Entrar 5.0** como volumen de la segunda muestra.

– Pulsar <F5> o la tecla Run.

Esta es la indicación o último recordatorio de que debe colocar el vaso de valoración con la segunda muestra en la cabeza de valoración.

– Pulsar <F5> o la tecla Run: El curso de la determinación para la 2ª y 3ª muestra es el mismo que el de la primera.

Cuando ha terminado el análisis de la tercera muestra, si ha definido y conectado una impresora, se imprimen

- los resultados de las tres muestras
- la tabla de valores de la última muestra y
- la curva potencial en función del volumen de la tercera muestra.

En cuanto todos los datos han sido transmitidos, se visualizan los resultados de todas las muestras y los cálculos estadísticos para el consumo de NaOH y el contenido en HCl:

Lista de resultados		RUN
R3	= 3.675 g/L Cont. ácido	Δ
Muestra 3		
R1	= 4.979 mL Consumo	
R2	= 0.1006 mol/L Cont. ácido	∇
		OK

Con la tecla de flecha es posible ver todos los resultados.

Se puede pulsar <F5> o la tecla Run: el menú análisis sigue activo.

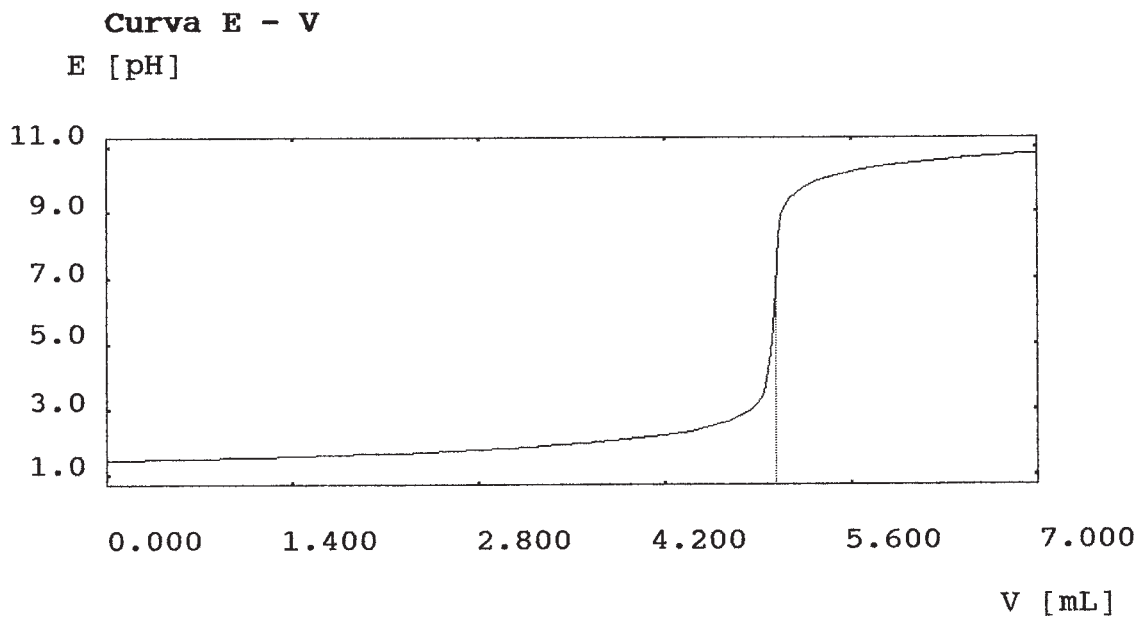
### Informe de todos los resultados de las muestras valoradas

Método	90001 Cont. en ácido	01-Jul-1995 12:00
Medido	18-Oct-1996 11:48	
Usuario	C. De Caro	
Todos los resultados		
No.	ID	Tamaño de la muestra y resultados
1	HCl	5.0 mL
		R1 = 4.993 mL Consumo
		R2 = 0.1009 mol/L Cont. ácido
		R3 = 3.680 g/L Cont. ácido
2	HCl	5.0 mL
		R1 = 4.987 mL Consumo
		R2 = 0.1008 mol/L Cont. ácido
		R3 = 3.675 g/L Cont. ácido
3	HCl	5.0 mL
		R1 = 4.979 mL Consumo
		R2 = 0.1006 mol/L Cont. ácido
		R3 = 3.669 g/L Cont. ácido
Estadísticas		
Número resultados	R1	n = 3
Valor medio		$\bar{x}$ = 4.986 mL Consumo
Desviación estándar		s = 0.00738 mL Consumo
Desviación estándar rel.	srel	= 0.148 %
Estadísticas		
Número resultados	R3	n = 3
Valor medio		$\bar{x}$ = 3.675 g/L Cont. ácido
Desviación estándar		s = 0.00544 g/L Cont. ácido
Desviación estándar rel.	srel	= 0.148 %

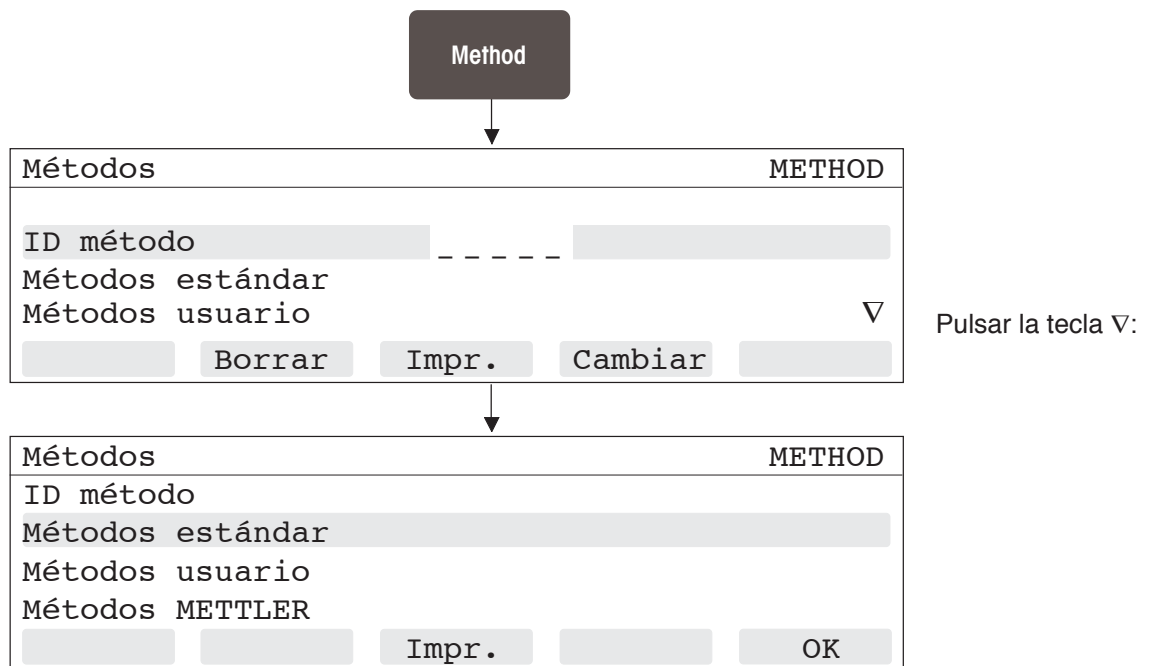
## Informe de la tabla de valores de la última muestra valorada

Método	90001 Cont. ácido		01-Jul-1995 12:00			
Medido	18-Oct-1996 11:48					
Usuario	C. De Caro					
	Volumen mL	Incremento mL	Señal pH	Cambio pH	1ª derivada pH/mL	Tiempo min:s
ET1	0.0000		2.176			0:03
	1.1420	1.1420	2.236	0.059	0.052	0:10
	1.7130	0.5710	2.287	0.052	0.091	0:15
ET2	2.0000	0.2870	2.318	0.031	0.107	0:19
	2.2000	0.2000	2.345	0.026	0.132	0:23
	2.4000	0.2000	2.370	0.025	0.127	0:26
	2.6000	0.2000	2.399	0.029	0.143	0:30
	2.8000	0.2000	2.432	0.033	0.165	0:34
	3.0000	0.2000	2.467	0.035	0.176	0:38
	3.2000	0.2000	2.506	0.040	0.198	0:42
	3.4000	0.2000	2.554	0.047	0.237	0:47
	3.6000	0.2000	2.608	0.054	0.270	0:52
	3.8000	0.2000	2.672	0.065	0.325	0:57
	4.0000	0.2000	2.748	0.076	0.380	1:02
	4.2000	0.2000	2.843	0.095	0.473	1:08
	4.4000	0.2000	2.971	0.128	0.638	1:14
	4.5690	0.1690	3.121	0.151	0.892	1:21
	4.6870	0.1180	3.275	0.154	1.305	1:28
	4.7660	0.0790	3.426	0.151	1.908	1:34
	4.8200	0.0540	3.564	0.138	2.547	1:40
	4.8620	0.0420	3.722	0.158	3.772	1:46
	4.8890	0.0270	3.864	0.142	5.256	1:53
	4.9090	0.0200	3.982	0.118	5.886	1:59
	4.9290	0.0200	4.204	0.222	11.111	2:06
	4.9490	0.0200	4.711	0.507	25.358	2:15
	4.9690	0.0200	6.044	1.333	66.667	2:24
EQP1	4.9890	0.0200	8.753	2.708	135.423	2:47
	5.0090	0.0200	9.356	0.603	30.143	2:59
	5.0290	0.0200	9.581	0.226	11.276	3:07
	5.0490	0.0200	9.746	0.165	8.251	3:14
	5.0750	0.0260	9.911	0.165	6.347	3:21
	5.1050	0.0300	10.031	0.120	3.997	3:27
	5.1650	0.0600	10.208	0.177	2.952	3:34
	5.2360	0.0710	10.351	0.143	2.014	3:40
	5.3620	0.1260	10.525	0.174	1.380	3:47
	5.5440	0.1820	10.691	0.166	0.913	3:55
	5.7440	0.2000	10.820	0.129	0.644	4:01
	5.9440	0.2000	10.918	0.098	0.490	4:07
	6.1440	0.2000	10.998	0.080	0.402	4:13
	6.3440	0.2000	11.063	0.065	0.325	4:18
	6.5440	0.2000	11.120	0.057	0.286	4:23
	6.7440	0.2000	11.171	0.051	0.253	4:28
	6.9440	0.2000	11.216	0.045	0.226	4:32
	7.0000	0.0560	11.234	0.018	0.314	4:36

Informe de la curva de valoración



## 5. El concepto de métodos



Cuando Vd. recibe el titulador este tiene memorizados métodos METTLER y estándar. Los métodos de ambos grupos pueden ser adaptados a las necesidades de su análisis y memorizados como **Métodos del usuario**.

### Métodos estándar

Estos métodos sólo son estructuras y no pueden ser usados en esta forma para hacer un análisis.

- Les falta la ID del método (identificación) que necesita el menú de análisis.
- Los parámetros del método son valores estándar que se deben variar de acuerdo con su aplicación.

– Confirme los métodos estándar con OK:

Métodos estándar	METHOD
Valoración a punto equivalencia	
Valoración a punto final (EP)	
Título con valoración EQP	∇
<input type="button" value="Esc"/> <input type="button" value="Impr."/> <input type="button" value="Cambiar"/>	

Nombre método

### Métodos METTLER

Estos métodos han sido puestos a punto por nosotros para poder hacer el análisis correspondiente inmediatamente: Cada método METTLER puede ser llamado al menú de análisis con la ID del método (identificación). Por ejemplo el método 90001 (ver cap. 4.2).

– Elija con la tecla ∇ "Métodos METTLER" y pulse <F5>:

Métodos METTLER	METHOD
90001 Cont. en ácido	
90002 Calibración sensor de pH	
90003 Calibración sensor de F <sup>-</sup>	∇
<input type="button" value="Esc"/> <input type="button" value="Impr."/> <input type="button" value="Cambiar"/>	

ID método      Nombre método

Cada método consta de varios pasos que llamamos **Funciones**. Estas funciones vienen realizadas por el titulador una tras la otra en el orden establecido en el método (ver cap. 6.2 y 7.3).

Cada función consta de **Parámetros** que definen la tarea a realizar por la función. Queda a su criterio variar esos parámetros según su aplicación.

## 5.1 Métodos METTLER

En el DL50 son **4**, en el DL53 **20**, y en el DL55 y DL58 **30** métodos METTLER memorizados. Todos los métodos están descritos en el folleto adjunto "30 Selected Applications for METTLER TOLEDO Titrators DL50/DL53/DL55/DL58".

Métodos METTLER	METHOD
90001 Cont. en ácido	
90002 Calibración sensor de pH	
90003 Calibración sensor de F <sup>-</sup>	▼
Esc	Impr. Cambiar

**Impr.:** El método 90001 se imprime con todas sus funciones y parámetros.

**Cambiar:** Se visualizan las funciones del método 90001.

Pulsar <F1>, Esc: Los grupos de métodos aparece de nuevo.

## 5.2 Métodos estándar

En los cuatro tituladores hay 21 métodos memorizados bajo el nombre "Métodos estándar". El número y el orden de sus funciones es como sigue:

1	2	3
<p><b>Valoración punto equiv.</b></p> <p>Nombre Muestra Agitar Valoración EQP Cálculo Cálculo Cálculo Informe</p>	<p><b>Valoración punto final</b></p> <p>Nombre Muestra Agitar Valoración EP Cálculo Cálculo Cálculo Informe</p>	<p><b>Título con valoración EQP</b></p> <p>Nombre Muestra Agitar Valoración EQP Cálculo Título Informe</p>
4	5	6
<p><b>Título con valoración EP</b></p> <p>Muestra Agitar Valoración EP Cálculo Título Informe</p>	<p><b>Calibración del sensor</b></p> <p>Nombre Muestra Agitar Medir Cálculo Calibración Informe</p>	<p><b>Medición directa</b></p> <p>Nombre Muestra Agitar Medir Cálculo Cálculo Informe</p>

7

**Valoración de aprendizaje**

Nombre  
 Muestra  
 Agitar  
 Valoración de aprendizaje  
 Cálculo  
 Cálculo  
 Cálculo  
 Informe

8

**Regulación del pH**

Nombre  
 Muestra  
 Agitar  
 pH/mV stato  
 Cálculo  
 Cálculo  
 Cálculo  
 Informe

9

**Valor blanco con val. EQP**

Nombre  
 Muestra  
 Agitar  
 Valoración EQP  
 Cálculo  
 Cálculo  
 Valor auxiliar  
 Informe

10

**Valor blanco con val. EP**

Nombre  
 Muestra  
 Agitar  
 Valoración EP  
 Cálculo  
 Cálculo  
 Valor auxiliar  
 Informe

11

**2 valoraciones a EQP**

Nombre  
 Muestra  
 Dosificar  
 Agitar  
 Valoración EQP  
 Cálculo  
 Cálculo  
 Informe  
 Dosificar  
 Agitar  
 Valoración EQP  
 Cálculo  
 Cálculo  
 Informe

12

**2 valoraciones a EP**

Nombre  
 Muestra  
 Dosificar  
 Agitar  
 Valoración EP  
 Cálculo  
 Cálculo  
 Informe  
 Dosificar  
 Agitar  
 Valoración EP  
 Cálculo  
 Cálculo  
 Informe

13

**Valoración EQP con dosif.**

Nombre  
 Muestra  
 Dosificar  
 Agitar  
 Valoración EQP  
 Cálculo  
 Cálculo  
 Cálculo  
 Informe

14

**Valoración EP con dosif.**

Nombre  
 Muestra  
 Dosificar  
 Agitar  
 Valoración EP  
 Cálculo  
 Cálculo  
 Cálculo  
 Informe

15

**Valoración combin. EP/EQP**

Nombre  
 Muestra  
 Agitar  
 Valoración EP  
 Cálculo  
 Cálculo  
 Informe  
 Valoración EQP  
 Cálculo  
 Cálculo  
 Informe

**16**

**Valoración EQP (Ipol/Upol)**  
 Nombre  
 Muestra  
 Agitar  
 Valoración EQP (Ipol/Upol)  
 Cálculo  
 Cálculo  
 Cálculo  
 Informe

**17**

**Título (EQP Ipol/Upol)**  
 Nombre  
 Muestra  
 Agitar  
 Valoración EQP (Ipol/Upol)  
 Cálculo  
 Título  
 Informe

**18**

**Val. blanco (EQP Ipol/Upol)**  
 Nombre  
 Muestra  
 Agitar  
 Valoración EQP (Ipol/Upol)  
 Cálculo  
 Cálculo  
 Valor auxiliar  
 Informe

**19**

**Valoración EP (Ipol/Upol)**  
 Titel  
 Muestra  
 Agitar  
 Valoración EP (Ipol/Upol)  
 Cálculo  
 Cálculo  
 Cálculo  
 Informe

**20**

**Título (EP Ipol/Upol)**  
 Titel  
 Muestra  
 Agitar  
 Valoración EP (Ipol/Upol)  
 Cálculo  
 Título  
 Informe

**21**

**Val. blanco (EP Ipol/Upol)**  
 Nombre  
 Muestra  
 Agitar  
 Valoración EP (Ipol/Upol)  
 Cálculo  
 Cálculo  
 Valor auxiliar  
 Informe

Aviso: Los métodos estándar 16 a 21 sólo se pueden poner en marcha si se ha instalado la tarjeta KF (ver capítulo 10.5 del Manual de Instrucciones)

**Ejemplo del empleo de los métodos estándar**

<b>1</b> Valoración a punto equival. (EQP)	Para valoraciones a punto de equivalencia , por ejemplo: ácido-base, argentometría, redox y valoraciones complexométricas
<b>2</b> Valoración punto final (EP)	Para valoraciones a punto final, por ejemplo: valoraciones ácido-base
<b>3</b> Título con valoración EQP	Determinación del título con una valoración a punto de equivalencia, por ejemplo: ácido base, redox, y valoraciones argentométricas y complexométricas
<b>4</b> Título con valoración EP	Determinación del título con una valoración a punto final
<b>5</b> Calibración del sensor	Calibración de sensores de pH y electrodos selectivos de iones
<b>6</b> Medición directa	Mediciones de la concentración con electrodos selectivos de iones
<b>7</b> Valoración de aprendizaje	(ver cap. 3.3.8 del Manual de Instrucciones)



<b>8</b>	Regulación del pH	Regulación del pH o mV, p. ej.: soluciones o cinética enzimática
<b>9</b>	Valor en blanco con val. EQP	Determinación del valor en blanco con valoración a punto de equivalencia, por ejemplo: valor en blanco de un solvente
<b>10</b>	Valor en blanco con val. EP	Determinación del valor en blanco con valoración a punto final, por ejemplo: determinaciones según normativas TAN/TBN, soluciones de polímeros
<b>11</b>	2 valoraciones a EQP	Valoraciones a dos puntos de equivalencia en la misma muestra, por ejemplo: mezclas de ácidos (HCl/H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub> )
<b>12</b>	2 valoraciones a EP	Valoraciones a dos puntos finales en la misma muestra, por ejemplo: número de lactona y de formol
<b>13</b>	Valoración EQP con dosificación	Valoración a punto de equivalencia con predosificación de reactivos o soluciones para la ejecución de una valoración por retroceso, por ejemplo: valoraciones iodométricas con tiosulfato sódico (dosificación de una disolución de KI) determinaciones fotométricas de la dureza del agua (dosificación del tampón de borato)
<b>14</b>	Valoración EP con dosificación	Valoración a punto de equivalencia con predosificación de reactivos o soluciones para ejecución de una valoración por retroceso, por ejemplo: determinación de carbonatos
<b>15</b>	Valoración comb. EP/EQP	Valoración a punto de equivalencia con ajuste anterior del valor del pH o mV, por ejemplo: determinación de calcio en agua con ajuste del pH a 12.
<b>16</b>	Valoración a punto equival. (Ipol/Upol)	Determinación de vitamina C en alimentos y bebidas (indicación voltamétrica o amperométrica)
<b>17</b>	Título con EQP (Ipol/Upol)	Título del DPI (2,6 Diclorofenol)
<b>18</b>	Valor blanco con val. EQP (Ipol/Upol)	Determinación del valor en blanco por valoración a punto de equivalencia, por ejemplo: valor en blanco de un solvente
<b>19</b>	Valoración punto final (Ipol/Upol)	Número de bromo en aceites minerales, contenido de SO <sub>2</sub> en vino; valoración KF
<b>20</b>	Título con EP (Ipol/Upol)	Título de disoluciones de I <sub>2</sub> ; título del reactivo KF
<b>21</b>	Valor blanco con val. EP (Ipol/Upol)	Determinación del valor en blanco para el solvente del número de bromo; determinación de la deriva en valoraciones KF

### 5.3 La elaboración de un método

Los métodos METTLER y estándar están elaborados con las 16 funciones que se describen a continuación. No todas las funciones son necesarias en cada método, algunas aparecen varias veces.

Nombre _____	identificación del método
Muestra _____	definición de los datos de la muestra a analizar
Agitar _____	agita a velocidad definida durante un tiempo también definido
Medir _____	mide el potencial de una disolución
Dosificar _____	dosifica un volumen definido de un reactivo
Valoración EQP _____	valora a un punto de equivalencia
Valoración EP _____	valora a un punto final
Val. apredizaje _____	busca los parámetros para una valoración a punto de equivalencia
Valoración EQP (Ipol/Upol) _	valora a un punto de equivalencia con sensores polarizados
Valoración EP (Ipol/Upol) __	valora a un punto final con sensores polarizados
pH/mV- Stato _____	mantiene un potencial definido constante (regulación del pH)
Cálculo _____	calcula los resultados de la muestra analizada
Calibración _____	calibra electrodos y calcula los datos de la calibración
Título _____	indica el valor determinado del título de un reactivo
Valor auxiliar _____	memoriza el valor del resultado de una valoración que puede ser usado para un cálculo posterior
Informe _____	se encarga de la impresión de los resultados, tablas y curvas

**Métodos estándar**

Se pueden cambiar los parámetros de todas las funciones de los métodos estándar. Hay que cambiar siempre los parámetros de la función *Muestra*, en cambio los de las funciones *Valoración EQP/EP* son adecuados a muchos análisis.

Para salvar el método hay que **darle** una **Identificación** en la función *Nombre*.

Los métodos quedan memorizados como métodos del usuario. En el capítulo 7.2.1 ("*Cambio de los métodos estándar*") está todo explicado con un ejemplo.

**Métodos METTLER**

se pueden cambiar los parámetros de todas las funciones. Para memorizarlos hay que **cambiar** su **Número de identificación**.

Los métodos quedan memorizados como métodos del usuario.

## 6. Calibración de un electrodo de pH

Con ayuda del método METTLER 90002 se puede llevar a cabo una calibración. En el método se han definido tres tampones de METTLER TOLEDO (pH: 4.01, 7.00, 10.00) para la calibración. En caso de querer usar otros tampones hay que cambiar el tipo de tampón y el valor del pH (ver cap. 3.3.13 del Manual de Instrucciones).

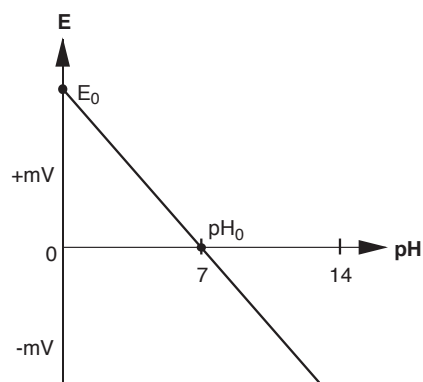
### 6.1 Punto cero y pendiente

Los parámetros de calibración de un electrodo de pH son el punto cero  $pH_0$  (valor del pH para un potencial de 0 mV) y la pendiente.

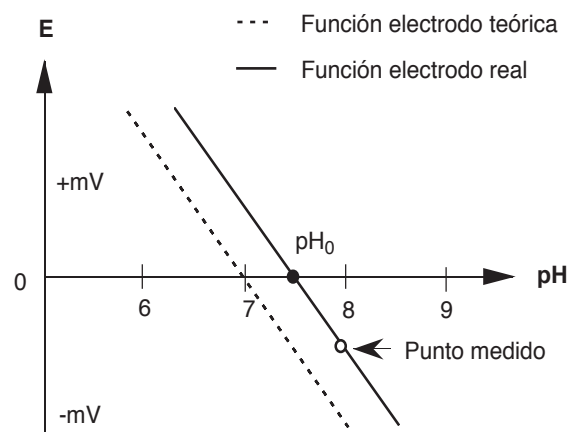
Los valores teóricos para un electrodo de pH están memorizados en el titulador:

- Punto cero = 7,0 [pH]
- Pendiente = -59,16 [mV/pH].

La calibración tiene por objeto determinar los parámetros reales del electrodo en uso. Los valores teóricos se sustituyen de forma automática por los hallados.



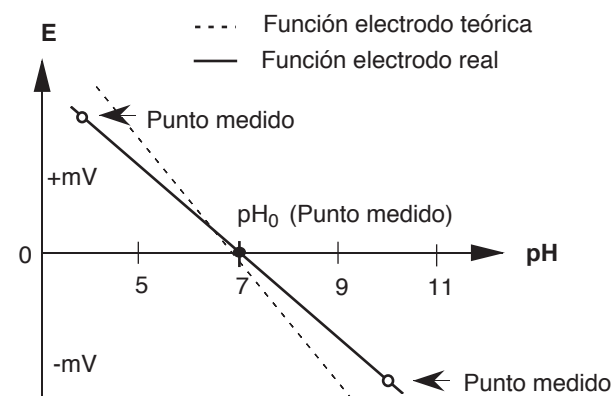
Si se calibra un electrodo con un sólo tampón se calcula únicamente el punto cero.



Con una calibración a dos puntos o más, se calcula el punto cero y el valor de la pendiente por regresión.

#### Aviso

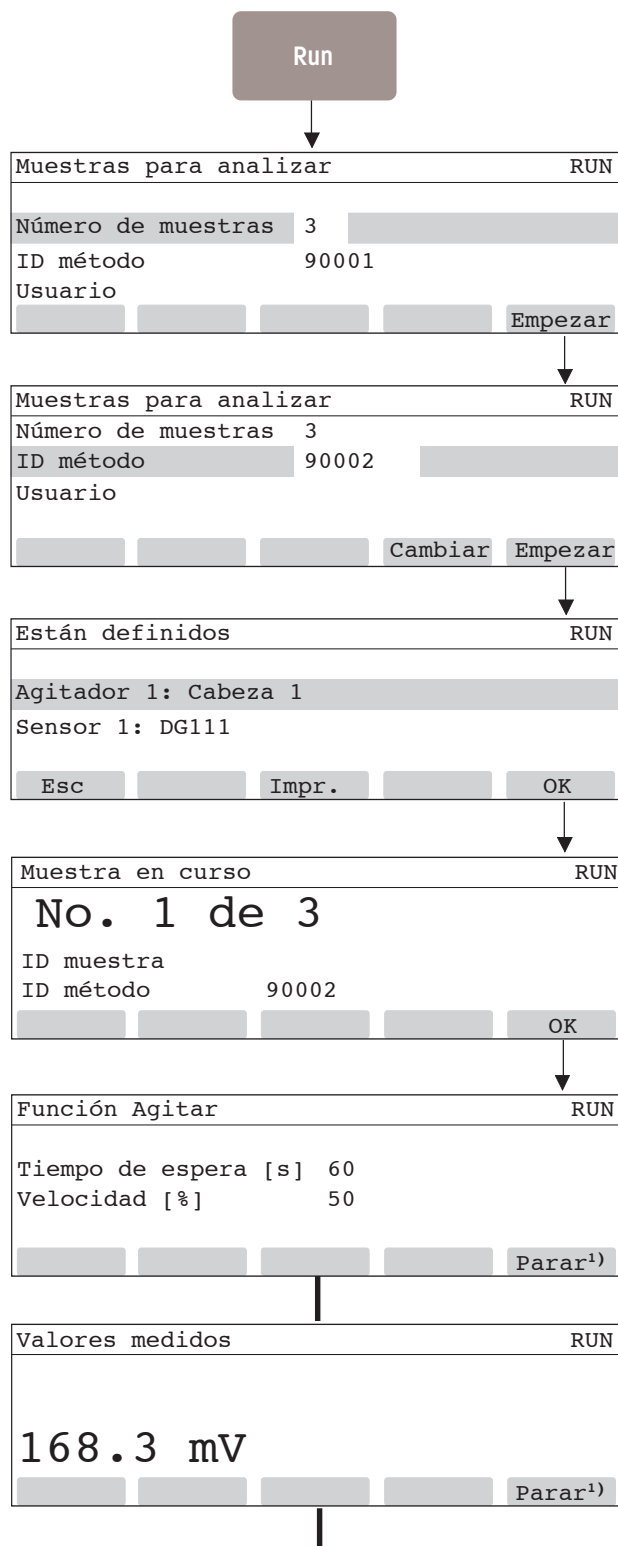
El valor de la pendiente es una función de la temperatura. En el procedimiento de calibración que a continuación describimos no se ha tenido en cuenta la temperatura. Ver cap. 3.3.13 del Manual de Instrucciones.



## 6.2 Calibración

– Poner los tampones en tres vasos de valoración.

Conectar el electrodo de pH a la entrada "Sensor 1" y el agitador a la salida "Agitador 1".



– Entrar **3** para número de muestras (corresponde a los tres tampones ).

– Pulsar la tecla ∇.

– Entrar **90002** para ID del método y pulsar <F5> o la tecla Run.

– Pulsar la tecla ∇ para escribir su nombre si hay conectado un teclado.

Controlar si

- el agitador de la "Cabeza de valoración 1" está conectado a la salida "Agitador 1"
- un electrodo de pH está conectado a la entrada "Sensor 1" (DG111 es el electrodo de pH de METTLER TOLEDO; se puede cambiar el nombre, ver cap. 2.2 del Manual de Instrucciones).

– Pulsar <F5> o la tecla Run.

– Colocar **50 mL** del tampón "**pH 4.01**" en un vaso de valoración y ajustarlo a la cabeza.

– Pulsar <F5> o la tecla Run.

El titulador realiza la función **Agitación**: Se agita la solución tampón durante 60 segundos; así se acondiciona el electrodo (el tiempo transcurrido viene indicado).

<sup>1)</sup> aparece sólo en el DL55 y DL58, significa que con <F5> se puede interrumpir la medición.

El titulador realiza la función **Medir** y visualiza los cambios de valor del potencial. En cuando el valor se ha estabilizado lo toma.

Lista de resultados	RUN
Método: 90002	
Muestra 1	
R1 = 168.142 mV	
	OK

Muestra en curso	RUN
No. 2 de 3	
ID muestra	
DI método 90002	
	OK

Función Agitar	RUN
----------------	-----

Valores medidos	RUN
-9.2 mV	
	Parar <sup>1)</sup>

Lista de resultados	RUN
R1 = 168.142 mV	Δ
Muestra 2	
R1 = -9.370	
	OK

Muestra en curso	RUN
No. 3 de 3	
ID muestra	
ID método 90002	
	OK

Función Agitar	RUN
----------------	-----

Valores medidos	RUN
-185.3 mV	

Lista de resultados	RUN
R1 = -9.370 mV	Δ
Muestra 3	
R1 = -185.913 mV	∇
	OK

El potencial medido del primer tampón se visualiza como resultado.

- Pulsar <F5> o la tecla Run.
- Retirar el vaso de valoración.
- Enjuagar el electrodo y el agitador con H<sub>2</sub>O desion.
- **Colocar 50 mL** del tampón "pH 7.00" en un vaso de valoración y ajustarlo a la cabeza.
- Pulsar <F5> o la tecla Run.

Aparece de nuevo la función **Agitar**, seguida de la función **Medir**. En cuando el valor se ha estabilizado lo toma.

El potencial medido del segundo tampón se visualiza como resultado junto con el resultado de la primera medición. (El número 1 de los resultados **R** es un índice y se refiere al número de funciones de cálculo).

- Pulsar <F5> o la tecla Run.
- Retirar el vaso de valoración.
- Enjuagar el electrodo con H<sub>2</sub>O desion.
- **Colocar 50 mL** de tampón "pH 10.00" en un vaso de valoración y ajustarlo a la cabeza.
- Pulsar <F5> o la tecla Run.

Aparece de nuevo la función **Agitar**, seguida de la función **Medir**. En cuando el valor se ha estabilizado lo toma.

Si se ha definido y conectado una impresora, los resultados se imprimen antes de que aparezca la lista de resultado de las tres mediciones. Durante ese tiempo aparece en la pantalla "El periférico escribe el informe".

Con la tecla ∇ es posible visualizar todos los datos de calibración calculados (ver página siguiente).

Lista de resultados		RUN
R1	= -185.913 mV	Δ
pH0 = 6.850		
S	= -59.11 mV/pH	
		OK

El valor del punto cero y de la pendiente se memorizan como parámetros del electrodo de pH "DG111", lo que significa que los viejos valores se cambian (ver cap. 2.2 del Manual de Instrucciones).

Método	90002	Calibración electrodo pH	
	Versión	01-Jul-1995	12:00
<b>Título</b>			
ID método	90002		
Nombre	Calibración electrodo pH		
Fecha/hora	01-Jul-1995		
<b>Muestra</b>			
ID muestra			
Tipo de entrada	Volumen fijo		
Volumen [mL]	50.0		
Masa molar M	100		
Número de equivalencia z	1		
Cabeza de valor	Cabeza 1		
Sonda de temp.	Manual		
<b>Agitar</b>			
Velocidad [%]	50		
Tiempo [s]	60		
<b>Medir</b>			
Sensor	DG111		
Unidad de medida	mV		
ΔE [mV]	0.5		
Δt [s]	1.0		
Forma t(mín)	Fijo		
t(mín) [s]	3.0		
t(máx) [s]	30.0		
<b>Cálculo</b>			
Fórmula	R=E		
Constante			
Número de decimales	3		
Unidad resultado	mV		
Nombre resultado			
Estadísticas	No		
<b>calibración</b>			
Sensor	DG111		
Tipo de tampón	pH (METTLER TOLEDO)		
Tampón 1	pH 4.01		
Tampón 2	pH 7.00		
Tampón 3	pH 10.00		
Tampón 4	pH 2.00		
Tampón 5	pH 2.00		
Tampón 6	pH 2.00		
Tampón 7	pH 2.00		
Tampón 8	pH 2.00		
Resultado R	1		
Pendiente mín. [mV/unidad]	-55.0		
Pendiente máx. [mV/unidad]	-65.0		
<b>Informe</b>			
Periféricos	Impresora		
Resultado	No		
Todos los resultados	Sí		
Resultados sin elaborar	No		
Tabla de valores medidos	No		
Datos muestras	No		
Curva E - V	No		
<b>etc.</b>			

**Función Muestra:** Para la calibración sólo los parámetros "Cabeza de valoración" y "Sensor de temperatura" son relevantes (ver cap. 3.3.2 del Manual de Instrucciones). La definición de los volúmenes sirve de información, emplear a aproximadamente 50 mL de solución tampón.

Definidos están la velocidad de agitación y el tiempo que se necesita para acondicionar el electrodo.

Los parámetros de la función **Medir** son responsables de la toma de las mediciones de los potenciales de los electrodos. Estos valores medidos se simbolizan con el símbolo **E**.

**Función Cálculo:** El resultado es el potencial medido **E** de la solución tampón utilizada. Los tres valores medidos se memorizan.

**Función Calibración:** Los tres valores medidos con la función **Medir** se relacionan con las concentraciones estándar de las tres soluciones patrón. El punto cero y la pendiente se calculan mediante una regresión lineal.

En la función **Informe** están definidos para ser impresos "Todos los resultados".

## 7. Determinación del título de una disolución de NaOH

Con ayuda del método estándar "Título con valoración EQP" (EQP es la abreviatura de punto de equivalencia) se puede determinar el título de una disolución de NaOH de 0,1 mol/L, sin necesidad de cambiar los parámetros del método. Hay que entrar una identificación en "ID del método" para poder llamarlo en el menú Análisis (ver cap. 5).

### 7.1 Título t

El título de una disolución es la relación entre la verdadera concentración (valor real) y la concentración dada (valor teórico).

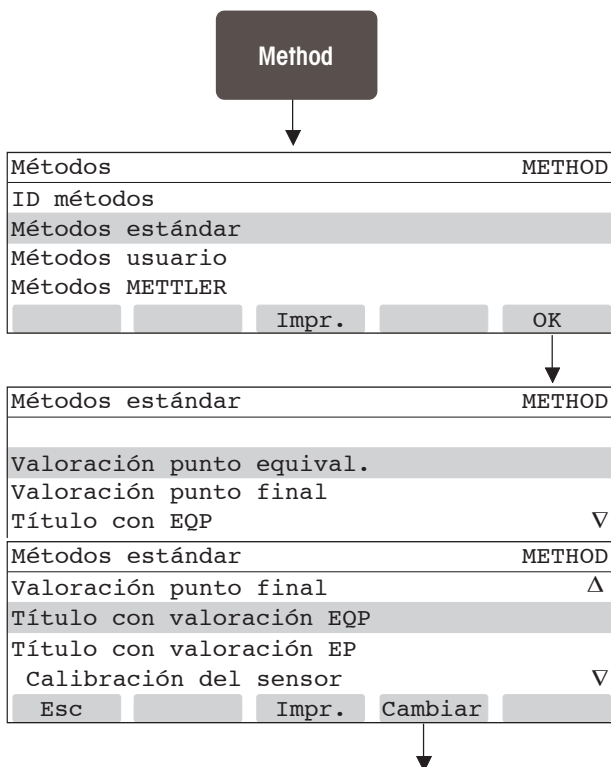
$$t = \frac{C_{\text{real}}}{C_{\text{teór.}}}$$

Por ejemplo, cuando se prepara una disolución de NaOH de una concentración de 0,1 mol/L diluyendo una disolución más concentrada, nunca se alcanza el grado de exactitud requerido para determinar un contenido. Por esta razón, se determina la concentración real de la disolución con una sustancia (patrón primario).

En el titulador, el título está memorizado con el valor estándar **1.0**. Tras la determinación se sustituye este valor de forma automática (ver cap. 2.1 del Manual de Instrucciones).

### 7.2 Preparación

#### 7.2.1 Cambio de los métodos estándar



Pulsar la tecla  $\nabla$  hasta llegar a "Métodos estándar".

– Pulsar <F5>.

Se visualizan los métodos estándar.

– Pulsar la tecla  $\nabla$  hasta llegar a "Título con valoración EQP", pulsar <F4>.



Método:	METHOD	
Nombre		
Muestra		
Agitar	▼	
Esc	Cambiar	OK

Se visualizan las funciones del método.

– Pulsar <F4>.

Nombre	METHOD
ID método	-----
Nombre Título con valoración EQP	
Fecha/hora 00-00-0000 00:00	
Esc	OK

Se visualizan los parámetros de la función **Título**.

– Entrar un número como identificación, por ejemplo 3 y confirmar con OK.

Método: 3	METHOD	
Nombre		
Muestra		
Agitar	▼	
Esc	Cambiar	OK

La lista de funciones aparece de nuevo, esta vez con identificación **3** para el método.

– Pulsar <F5>.

Métodos	METHOD	
ID método	3	
Métodos estándar		
Métodos usuario	▼	
Borrar	Impr.	Cambiar

El método **3** está memorizado y se encuentra ahora en los métodos de usuario. (Para controlar que efectivamente está ahí, elija **Métodos usuario** y busque "Título con valoración EQP".)

## 7.2.2 Reactivos y sustancias patrones primarios

- Ajustar un vaso de valoración vacío a la cabeza de valoración y colocar el tubo de dosificación de hidróxido sódico en uno de los orificios de ella.
- Llenar y vaciar los tubos varias veces a fin de asegurarse de que están libres de burbujas de aire y retirar el vaso de valoración.

Un electrodo de pH debe estar conectado a la entrada "Sensor 1" y el agitador a la salida "Agitador 1".

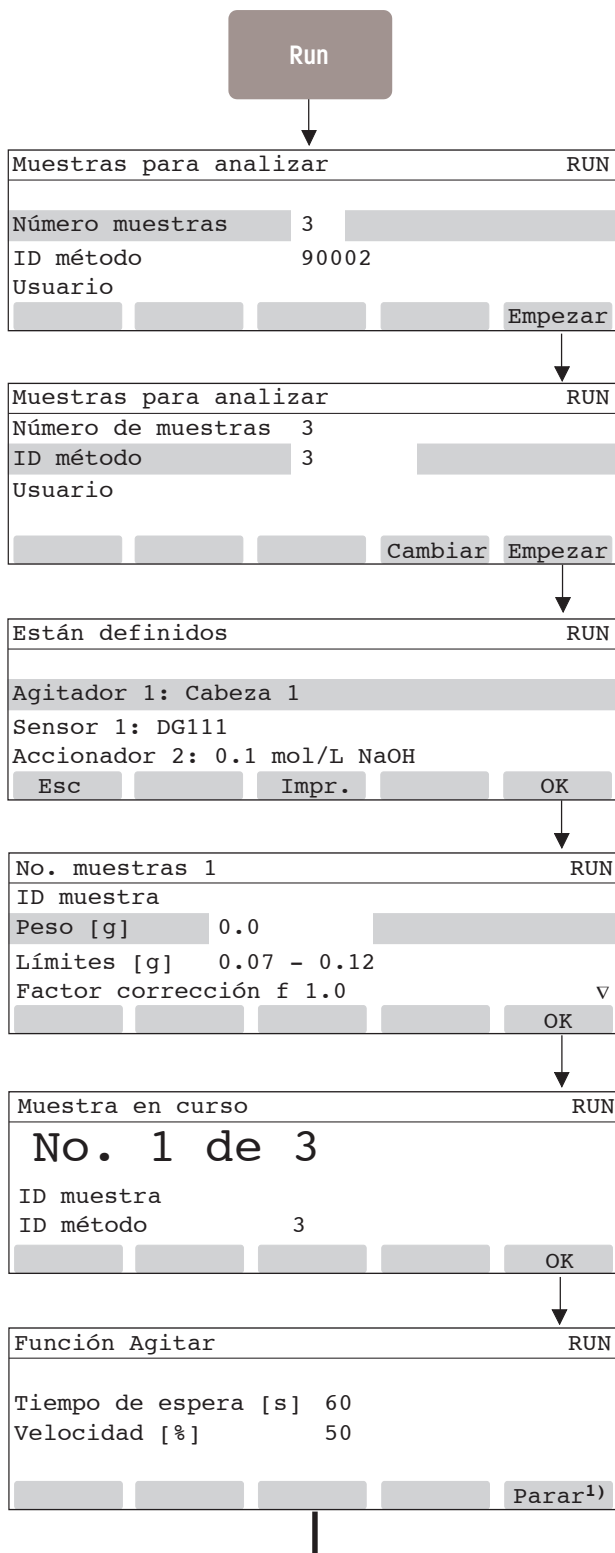
- Meter el electrodo en el orificio de la cabeza de valoración que se encuentra frente al tubo de dosificación.

Para determinar el título del hidróxido sódico se usa **ftalato ácido de potasio** (KHP) como patrón primario.

- Preparar tres vasos de valoración de vidrio y en cada uno de ellos pesar de **0,07** a **0,12** gramos de KHP. Anotar el peso de cada muestra. (Recomendamos vasos de vidrio para evitar los efectos electrostáticos al pesar).
- Añadir unos 50 mL de agua desionizada y ajustar el vaso de valoración a la cabeza.

Aviso: Si se define y conecta una balanza, el peso de cada muestra se transmite automáticamente (ver cap. 2.7.2 y 4.2 del Manual de Instrucciones).

### 7.3 Determinación del título



– Entrar **3** para número de muestras.

– Pulsar la tecla  $\nabla$ .

– Entrar **3** para la identificación del método y pulsar  $\langle F5 \rangle$  o la tecla Run.

– Pulsar la tecla  $\nabla$  para escribir su nombre si hay conectado un teclado.

Controlar que el agitador, el electrodo y la disolución de hidróxido sódico se encuentren en el lugar indicado.

– Pulsar  $\langle F5 \rangle$  o la tecla Run.

– Entrar el peso de la primera muestra, por ejemplo **0.08451**.

– Pulsar  $\langle F5 \rangle$  o la tecla Run.

Ultimo aviso, respectivamente, última oportunidad de colocar el vaso con la primera de las tres muestra definidas en la cabeza de valoración.

– Pulsar  $\langle F5 \rangle$  o la tecla Run.

El titulador agita durante 60 segundos para que el ftalato ácido de potasio pueda disolverse.

¹) aparece sólo en el DL55 y DL58, significa que con  $\langle F5 \rangle$  se puede parar la valoración.

Valores medidos	RUN
0.000 mL	
160.6 mV	
Tabla	Curva Parar <sup>1)</sup>

Lista de resultados	RUN
Método: 3	
Muestra 1	
R1 = 1.0037	
	OK

No. de muestras 2	RUN
ID muestra	
Peso [g] 0.0	
Límites [g] 0.07 - 0.12	
Factor corrección f 1.0	v
	OK

Muestra en curso	RUN
No. 2 de 3	
ID muestra	
ID método 3	
	OK

Función Informe	RUN
El periférico escribe el informe	

Lista de resultados	RUN
R1 = 1.0053	Δ
Muestra 3	
R1 = 1.0044	

Lista de resultados	RUN
R1 n = 3	Δ
$\bar{x}$ = 1.0045	
s = 0.00081	
srel = 0.080 %	∇

Lista de resultados	RUN
srel = 0.080 %	Δ
0.1 mol/L NaOH	
t = 1.00448	
	OK

El titulador ejecuta las **funciones de la valoración**:

- dosifica **2,5 mL** en tres pasos
- y termina la valoración cuando encuentra un punto de equivalencia.

Al pulsar <F2> se visualiza la tabla de valores, con <F4> la curva de valoración "Potencial en función del volumen".

Se visualiza el resultado de la primera muestra.

- Pulsar <F5> o la tecla Run.
- Retirar el vaso de valoración con la primera muestra.
- Enjuagar el electrodo, el agitador y el tubo de dosificación con agua desionizada.
- Ajustar el vaso de valoración con la segunda muestra a la cabeza.
- Entrar el peso de la segunda muestra, por ejemplo: **0.08893**.
- Pulsar <F5> o la tecla Run.

Ultimo aviso, respectivamente, última oportunidad de colocar el vaso con la segunda muestra en la cabeza de valoración.

- Pulsar <F5> o la tecla Run: Comienza la función agitación a la que siguen las otras funciones.

Al terminar la valoración de la tercera muestra si hay una impresora definida y conectada se imprimen los resultados de las tres muestras y los valores estadísticos del título. Durante ese tiempo aparece esta máscara.

Después aparece la lista de los resultados con el valor del título de la tercera muestra.

Moviendo la barra selectora con la tecla ∇ aparecen los valores estadísticos: valor medio, desviación estándar y desviación estándar relativa.

Si se sigue moviendo la barra selectora, aparece el valor del título que ha sido memorizado como parámetro del reactivo NaOH (c = 0,1 mol/L). Ver cap. 2.1 del Manual de Instrucciones.

Método	3	Título con valoración	EQP
	Versión	23-Oct-1995	13:30
<b>Nombre</b>			
ID método	3		
Nombre	Título con valoración	EQP	
Fecha/hora	13-Jul-1995		
<b>Muestra</b>			
ID muestra			
Tipo entrada	Peso		
Límite inferior [g]	0.07		
Límite superior [g]	0.12		
Masa molar M	204.23		
Número de equivalencia z	1		
Cabeza de valoración	Cabeza 1		
Sonda de temperatura	Manual		
<b>Agitar</b>			
Velocidad [%]	50		
Tiempo [s]	60		
<b>Valoración EQP</b>			
Reactivo/Sensor			
Reactivo	NaOH		
Concentración [mol/L]	0.1		
Sensor	DG111		
Unidad de medida	mV		
Predosificación			
Volumen [mL]	2.5		
Tiempo de espera [s]	0		
Adición de reactivo			
ΔE (nom.) [mV]	8.0		
ΔV(mín) [mL]	0.02		
ΔV(máx) [mL]	0.2		
Forma de medida			
ΔE [mV]	0.5		
Δt [s]	1.0		
t(mín) [s]	3.0		
t(máx) [s]	30.0		
Detección			
Umbral	500.0		
Sólo salto mas abrupto	No		
Rango	No		
Tendencia	Ninguna		
Terminación			
a volumen máximo [mL]	10.0		
a potencial	No		
a pendiente	No		
tras número de EQP	Sí		
n =	1		
criterios terminación comb.	No		
Evaluación			
Procedimiento	Estándar		
Potencial 1	No		
Potencial 2	No		
Parada para eval. posterior	No		
<b>Cálculo</b>			
Fórmula	$R=m/(VEQ*c*C)$		
Constante	$C=M/(1000*z)$		
Número de decimales	4		
Unida resultado			
Nombre resultado	Título		
Estadísticas	Sí		
<b>Título</b>			
Reactivo	NaOH		
Concentración [mol/L]	0.1		
Fórmula t =	$\bar{x}$		
<b>Informe</b>			
Periféricos	Impresora		
Resultados	No		
Todos los resultados	Sí		
<b>etc.</b>			

**Función Muestra:** Los límites para el peso de la muestra están determinados en función del consumo de reactivo máximo. El peso molecular del ftalato ácido de potasio y su número de equivalencia (valencia) se utilizarán en la función cálculo.

Están definidos la velocidad y el tiempo de agitación necesarios para disolver la muestra.

La función **Valoración EQP** (valoración a punto de equivalencia) es responsable de todos los parámetros de la valoración.

La cantidad de ftalato ácido de potasio debe encontrarse entre los límites señalados en la función **Muestra**. Si el peso de la muestra fuera demasiado pequeño, el punto de equivalencia podría encontrarse en la zona de **2,5 mL** de volumen predosificado y en este caso el titulador no podría detectarlo. Si el peso de la muestra fuera demasiado grande, harían falta más de 10 mL para detectar el punto de equivalencia, pero la valoración termina a **volumen máximo** (10 mL).

El resultado se calcula con los mL de NaOH de concentración c consumidos (VEQ) y el peso molecular M del ftalato ácido de potasio.

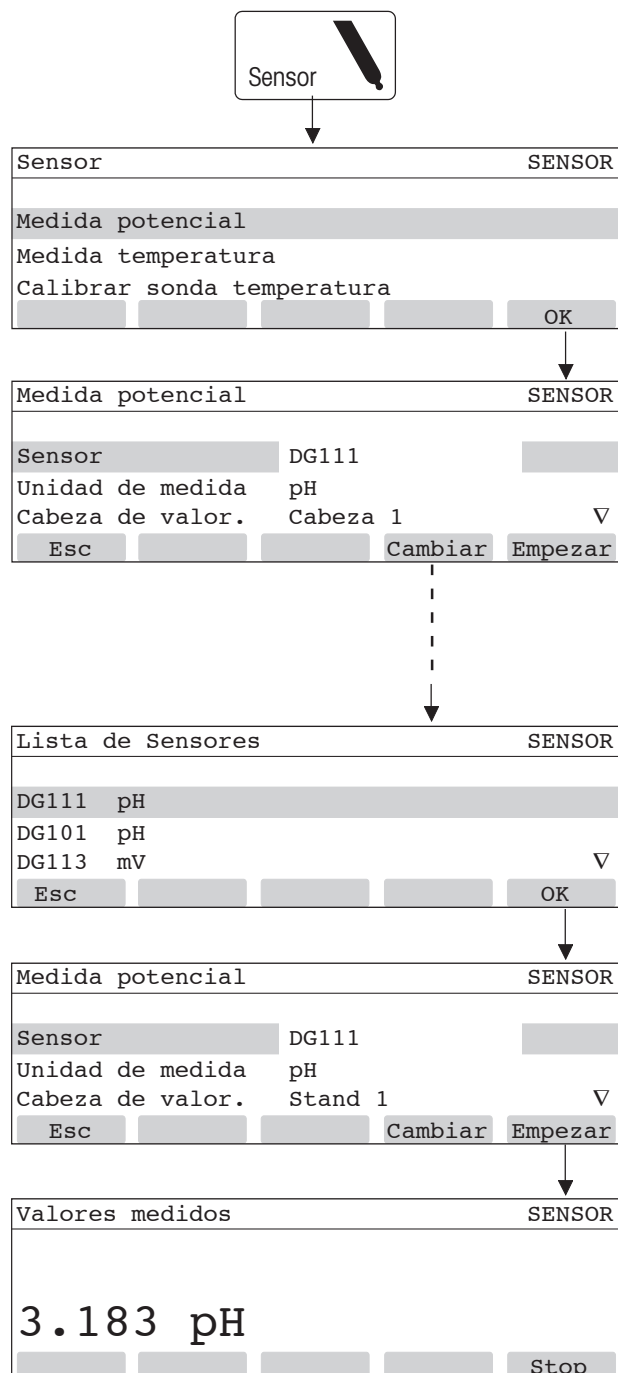
La función **Título** memoriza como nuevo valor del título del NaOH el valor medio  $\bar{x}$  calculado el valor anterior se sustituye.

En la función **Informe** están definidos para imprimir sólo "Todos los resultados".

## 8. Medición del valor del pH de una disolución

Se puede hacer una medición del pH con la función auxiliar "Medida potencial". Para el procedimiento que se describe a continuación, es necesario que el electrodo esté conectado a la entrada "Sensor 1" y el agitador a la salida "Agitador 1".

– Ajustar el vaso de valoración a la cabeza y sumergir un electrodo de pH en la disolución .



– Confirmar con OK.

Se visualizan los parámetros de esta función auxiliar.

– Pulsar <F5> .

Se mide el potencial de la disolución y se visualiza el valor de pH (ver última máscara).

Si aparece otro electrodo u otra unidad de medida hay que cambiar:

– Pulsar <F4>.

En esta lista están todos los sensores definidos en el menú Setup. Como ejemplo tenemos aquí memorizados los datos de la calibración del electrodo DG111 que ya realizamos (ver cap. 6), esto significa que los valores de pH medidos con este electrodo son correctos.

– Pulsar <F5>.

Con el sensor se memoriza también la unidad de medida definida.

– Pulsar <F5>.

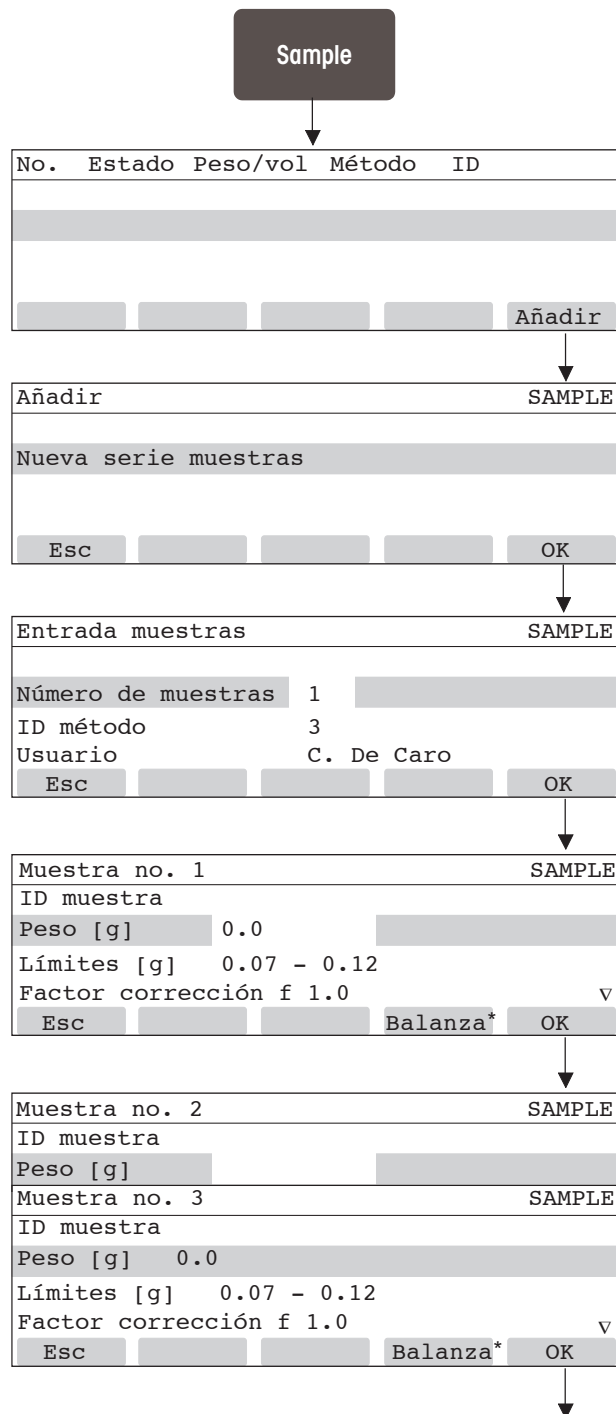
Se mide el potencial de la disolución y se visualiza el valor de pH.

– Pulsar <F5> para parar la medición: Aparece de nuevo la máscara "Medida potencial".

Los otros parámetros de esta función auxiliar están explicados en el cap. 6.1 del Manual de Instrucciones.

## 9. Memorización de datos de muestras

En el menú Sample se puede entrar el volumen o el peso de toda una serie de muestras antes de comenzar el análisis. El titulador hace el análisis de cada muestra sin que Vd. tenga que entrar cada vez los datos de la muestra (ver el ejemplo de la determinación del título en el cap. 7.3). Se puede entrar los datos de hasta 60 muestras, que quedan memorizados incluso si se apaga el titulador.



Aparece la máscara vacía de "Lista de datos de muestras".

– Pulsar <F5> .

– Pulsar <F5> .

Entrar nº de muestras, p. ej. **3**.

El último método utilizado fue la determinación del título con el número de identificación **3** (como ejemplo en el cap. 7.3). Este y su nombre quedan memorizados como sugerencia para el siguiente análisis.

– Pulsar <F5>.

Aparece la máscara de "Datos de muestra".

– Entrar el peso de la primera muestra, p. ej. **0.08451**.

\* aparece cuando se ha conectado una balanza (ver cap. 2.7.2 y 4.2 del Manual de Instrucciones).

– Pulsar <F5>.

Aparece la máscara de "Datos de muestra" para la segunda muestra, después para la tercera.

– Entrar cada vez el peso de la muestra y confirmar con OK (pulsar <F5>).

No.	Estado	Peso/vol.	Método	ID
2	listo	0.08893	3	Δ
3	listo	0.08124	3	

Borrar Impr. Cambiar Añadir

Aparece de nuevo la lista de datos de muestras con los datos que se han entrado: Los datos de las muestras están como "**listo**" en la memoria de datos de muestras.

Vd. puede añadir más muestras a esta lista, cambiar los datos de las muestras, imprimir los datos de todas ellas y borrar cada muestra.

Hay una descripción más detallada sobre el menú Sample en el cap. 4 del Manual de Instrucciones.

Al pulsar la tecla Run para valorar la muestra aparece:

Muestras para analizar RUN

3 muestras, Método 3

Borrar Empezar

Se visualiza el número de muestras y la identidad del método.

Todavía es posible borrar este último.

Están definidos RUN

Agitador 1: Cabeza 1

Sensor 1: DG111

Accionador 2: 0.1 mol/L NaOH

Esc Impr. OK

La máscara de petición del peso de la muestra no aparece ya que el titulador lo conoce (ver en el cap. 7.3 el procedimiento para determinar el título).

Muestra en curso RUN

No. 1 de 3

ID muestra

ID método 3

OK











**Para un mejor futuro de sus productos METTLER TOLEDO:  
El servicio postventa de METTLER TOLEDO garantiza durante años su  
calidad, su precisión metrológica y la conservación de su valor.  
Pida nuestra documentación sobre las excelentes prestaciones que le  
ofrece el servicio postventa de METTLER TOLEDO. Gracias.**

Impreso sobre papel fabricado sin cloro al 100%, por nuestro medio ambiente.



\*P51709619\*

Reservadas las modificaciones técnicas  
y la disponibilidad de los accesorios.

© Mettler-Toledo GmbH 1997, 1999, 2004 ME-51709619C Printed in Switzerland 0408/10.14

**Mettler-Toledo GmbH, Analytical, Sonnenbergstrasse 74, CH-8603 Schwerzenbach,** Tel. (01) 806 77 11, Fax (01) 806 73 50,  
Internet: <http://www.mt.com>