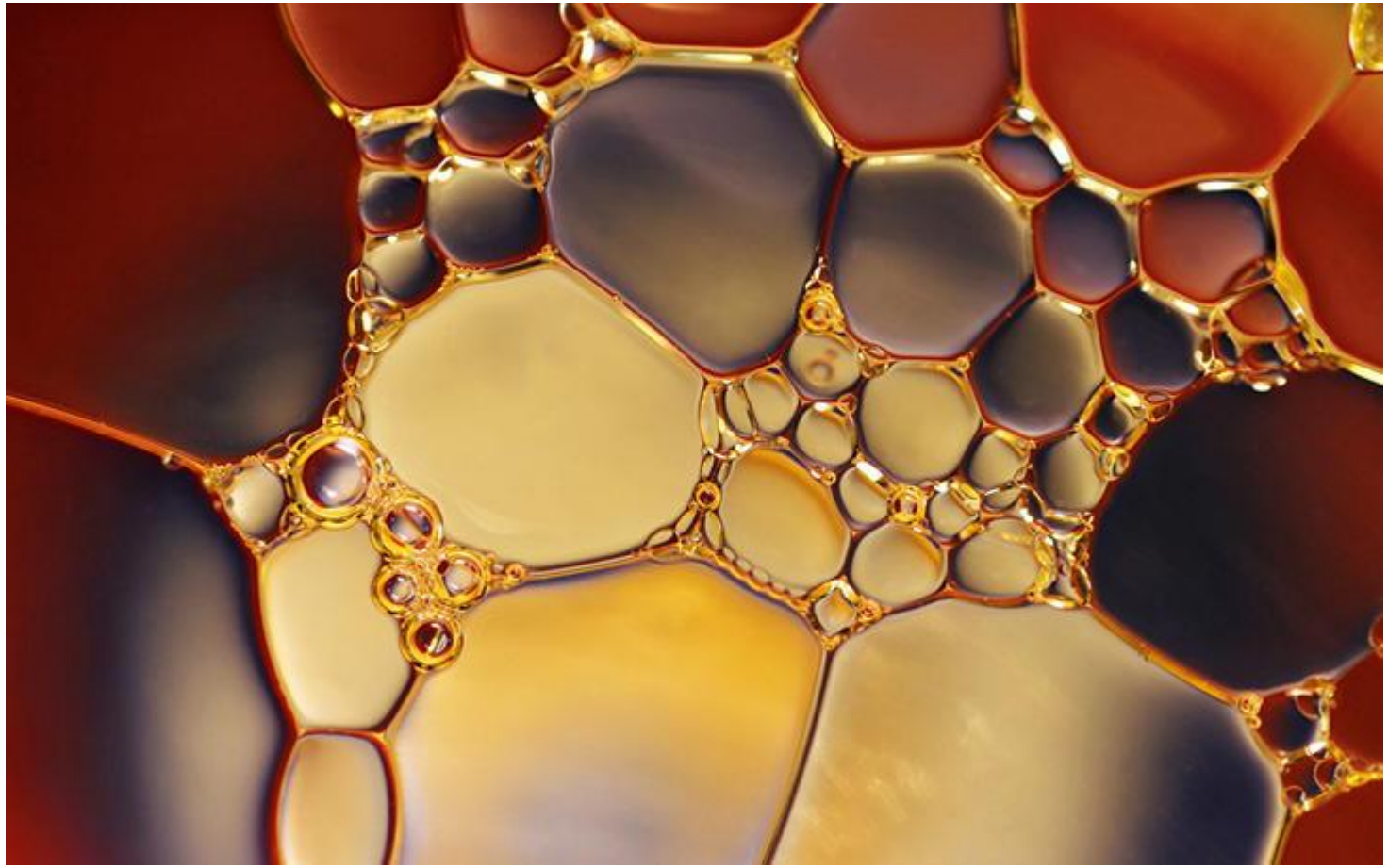
Consultoría
Asesoría
Auditoría
Formación

Agua – Karl Fisher



Bioq. Roberto Núñez

+595 981 862345

www.wecconsultores.com.py

asistencia@wecconsultores.com.py

Agua - Titulación de Karl Fisher

Se basa en la reacción descrita por R. W. Bunsen

$$I_2 + SO_2 + 2\,H_2O \rightarrow 2\,HI + H_2SO_4$$

Karl Fischer descubrió que esta reacción podría usarse para determinaciones de agua en un sistema no acuoso que contiene un exceso de dióxido de azufre.

Para un desplazamiento de equilibrio hacia la derecha, es necesario neutralizar los ácidos que se forman durante el proceso (HI y H2SO4). Karl Fisher utilizó piridina para este propósito

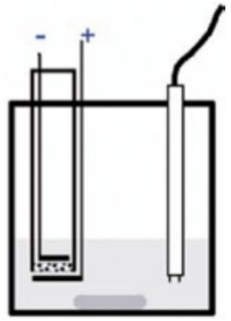


Modos de titulación

- **Titulación volumétrica Karl Fischer,** donde se agrega una solución que contiene yodo utilizando una bureta de pistón motorizada.



- **Análisis coulométrico de Karl Fischer,** donde el yodo se genera por oxidación electroquímica en la celda



+595 981 862345
www.wecconsultores.com.py
asistencia@wecconsultores.com.py

worldwide excellence consulting

Reactivos de Karl Fisher

Reactivo KF de un componente – Volumétrico

El titulante (Titrant) contiene :

yodo, dióxido de azufre e imidazol, disueltos en metanol u otro alcohol.

El reactivo generalmente este disponible en tres presentaciones:

- 5 mg / mL para muestras con un contenido de agua de 1000 ppm a 100%,
- 2 mg / mL para muestras con un contenido de agua inferior a 1000 ppm,
- 1 mg / mL para muestras con un contenido de agua inferior a 200 ppm.

Reactivos de Karl Fisher

Reactivo KF de dos componentes – Volumétrico

El titulante (Titrant) contiene yodo y metanol. El disolvente contiene dióxido de azufre, imidazol y metanol.

Se puede lograr una velocidad de titulación dos o tres veces mayor con el reactivo de dos componentes.

Está disponible en dos concentraciones diferentes:

- 5 mg / mL para muestras con un contenido de agua de 1000 ppm a 100%,
- 2 mg / mL para muestras con un contenido de agua inferior a 1000 ppm.

Karl Fisher coulométrico

Se basa en la ecuación de reacción estándar para la reacción de KF

$$ROH + SO_2 + 3\,RN + I_2 + H_2O \rightarrow (RNH)\bullet SO_4\,R + 2\,(RNH)I$$

el yodo se genera electroquímicamente por oxidación anódica en la celda coulométrica de acuerdo con la siguiente semirreacción.

$$2\,I^- \rightarrow I_2 + 2\,e^-$$

La generación de yodo ocurre en un electrodo generador .

Karl Fisher coulométrico

Se basa en la ecuación de reacción estándar para la reacción de KF

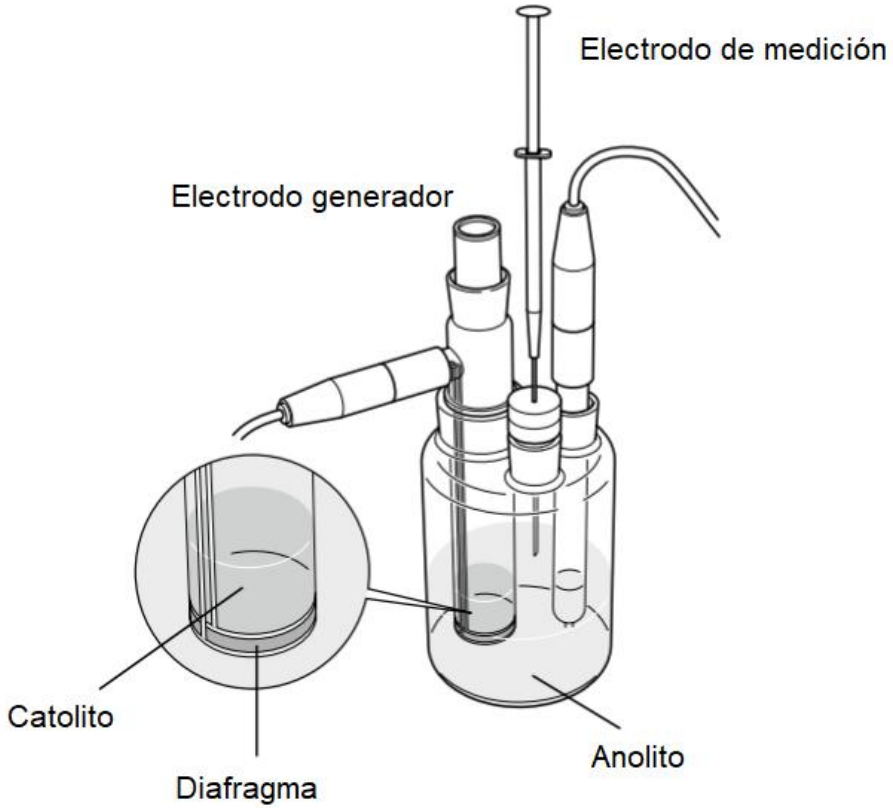
$$ROH + SO_2 + 3\,RN + I_2 + H_2O \rightarrow (RNH)\bullet SO_4\,R + 2\,(RNH)I$$

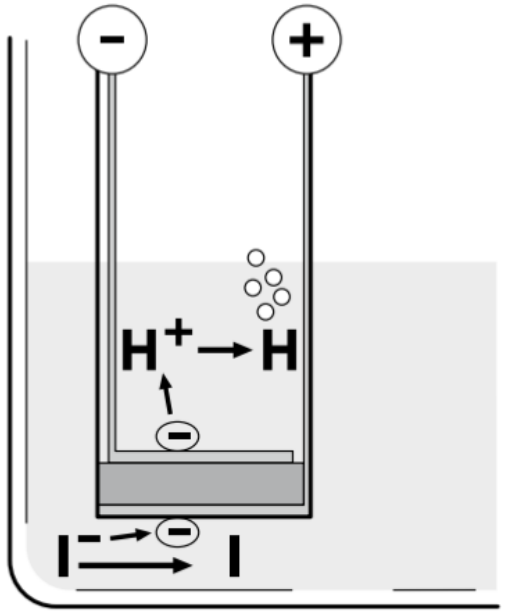
el yodo se genera electroquímicamente por oxidación anódica en la celda coulométrica de acuerdo con la siguiente semirreacción.

$$2\,I^- \rightarrow I_2 + 2\,e^-$$

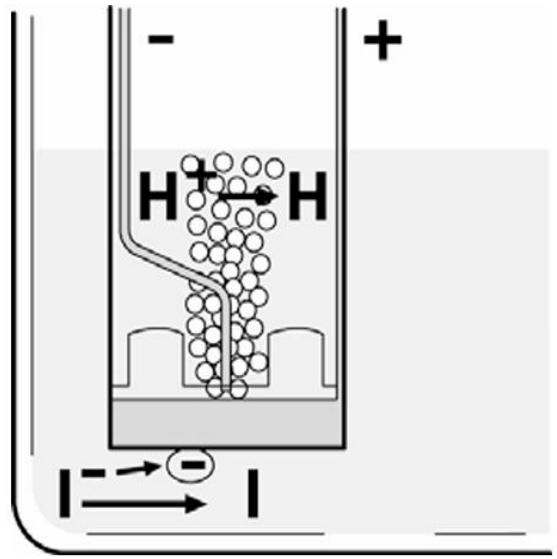
La generación de yodo ocurre en un electrodo generador .

Karl Fisher coulométrico



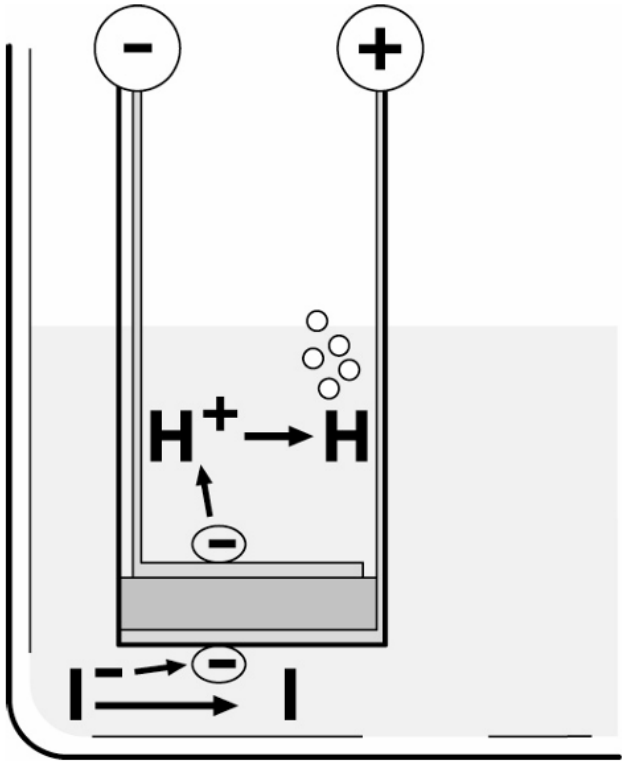


Sin diafragma



Con diafragma

Karl Fisher coulométrico



Reacción en el ánodo

- En el ánodo, el yodo se genera a partir del yoduro por oxidación electroquímica.
- Los iones yoduro negativos liberan electrones en el ánodo y forman yodo, el cual posteriormente reacciona con el agua.

Reacción en el cátodo

- En el cátodo, los iones de hidrógeno positivos se reducen a hidrógeno.
- Este es el principal producto formado.
- Se agrega una sal de amonio al catolito con el fin de favorecer la producción de hidrógeno.

$$2\,[RN]H^+ + 2e^- \rightarrow H_2 + 2\,RN$$

Karl Fisher coulométrico

La celda sin diafragma es ideal para:

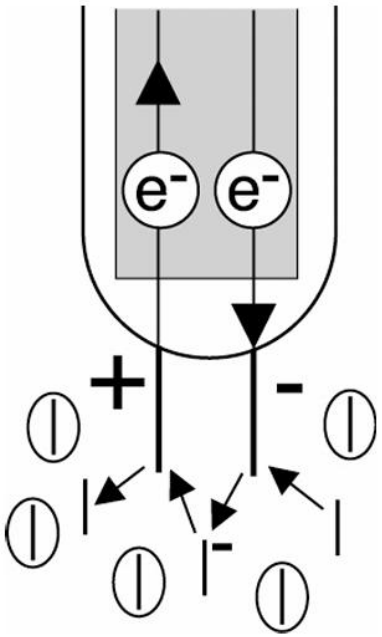
- Hidrocarburos
- Hidrocarburos clorados
- Alcoholes
- Fenoles (la mayoría)
- Ésteres
- Éteres
- Cetonas (con reactivo especial)
- Acetamidas
- Aceites etéreos y esencias
- Aceites comestibles
- Aceites de petróleo

Se requiere una celda con diafragma para:

- Muestras con un contenido de agua muy bajo (< 50 µg de agua/muestra).
- Determinaciones de muy alta exactitud.
- Compuestos nitro.
- Hidrocarburos insaturados, especialmente cuando son fácilmente reducibles

Electrodo indicador

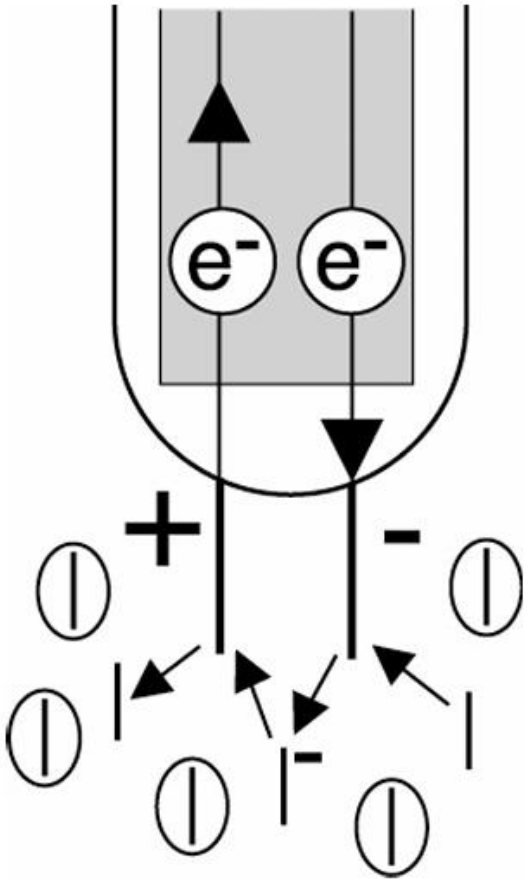




A un electrodo de platino de doble pin se le aplica una pequeña corriente alterna constante – la corriente de polarización Ipol

- Mientras el yodo añadido reaccione con el agua, no hay yodo libre en la solución de titulación/anolito.
- Se requiere una alta tensión para mantener la corriente de polarización especificada en el electrodo.
- Tan pronto como toda el agua haya reaccionado con el yodo, habrá yodo libre en la solución de titulación.
- El yodo libre provoca conducción iónica y la tensión debe reducirse para mantener constante la corriente de polarización.
- Cuando el voltaje desciende por debajo de un valor definido, la titulación se da por terminada.

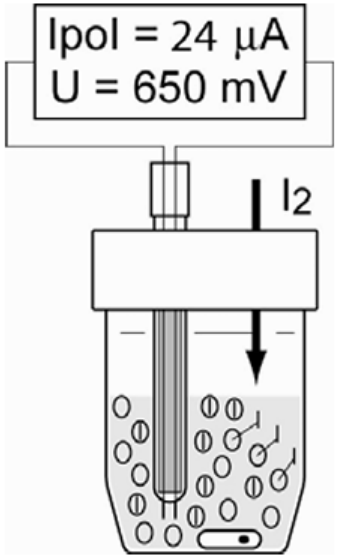
Electrodo indicador

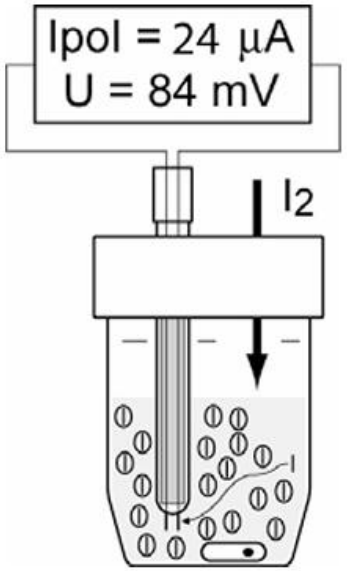


La conducción iónica sigue el siguiente curso

1. Una molécula de yodo es atraída hacia el pin de platino cargado negativamente.
2. Esta adquiere dos electrones y se convierte en dos iones yoduro (2 I–).
3. Los dos iones yoduro cargados negativamente son atraídos hacia el pin de platino cargado positivamente, donde donan nuevamente los electrones y forman una molécula de yodo (I2).

Electrodo indicador

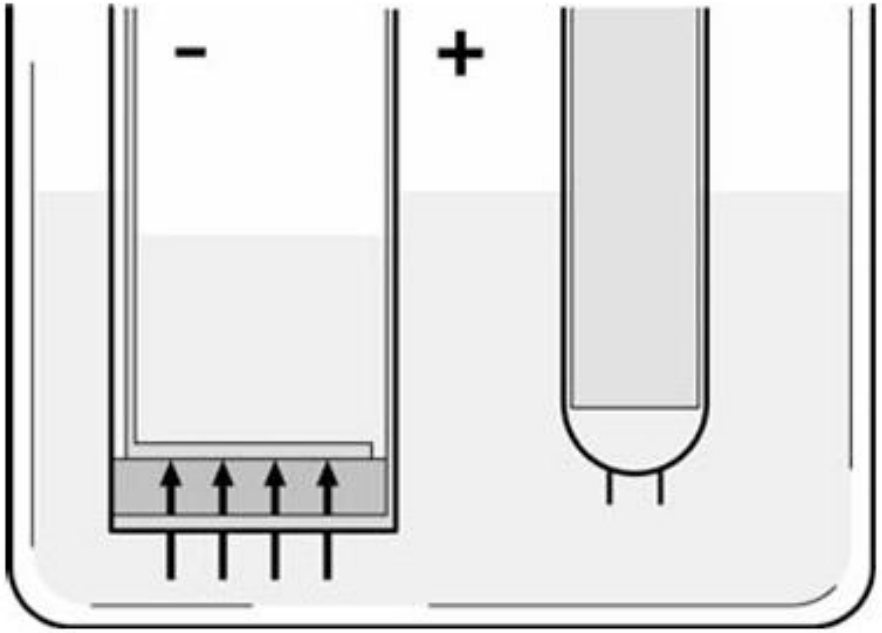


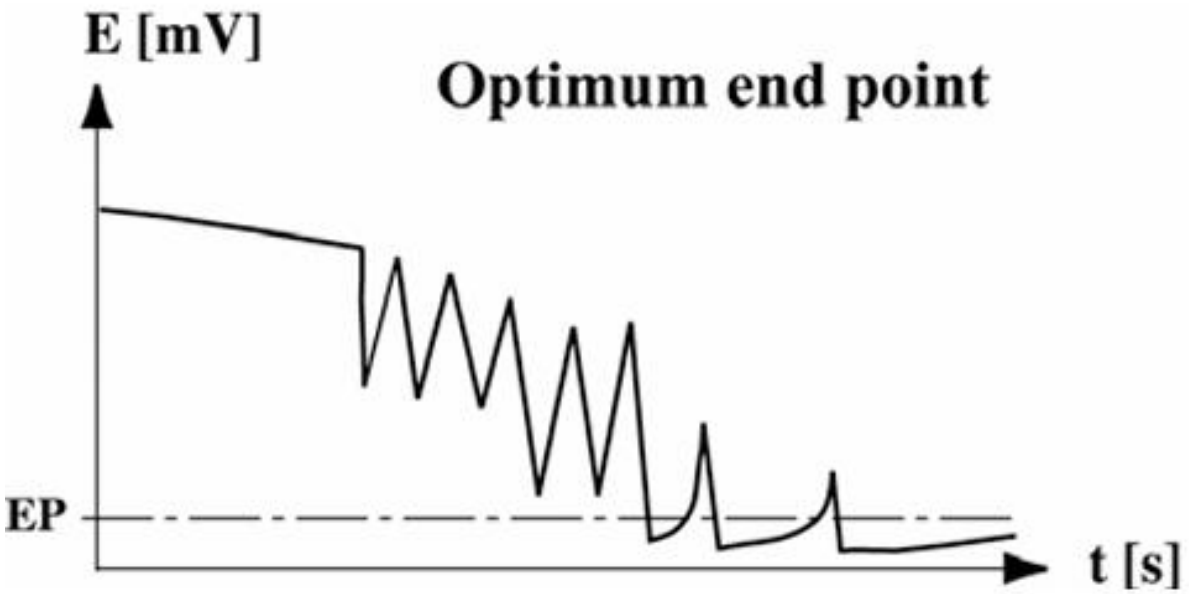


- Mientras el yodo generado reaccione con el agua, no hay yodo libre en la solución de titulación/anolito.
- Se requiere una tensión de aproximadamente 400 mV a 650 mV para mantener la corriente de polarización establecida en el electrodo de doble pin

- Una vez que todo el agua de la muestra ha reaccionado con el yodo, hay yodo libre en la solución de titulación/anolito.
- Este yodo libre origina la “conducción iónica”. Ahora, se requiere una baja tensión de 50 mV a 100 mV para mantener constante la corriente de polarización.
- Esta caída de voltaje se utiliza como señal de finalización de la titulación

Proceso de medición Karl Fisher





+595 981 862345
www.wecconsultores.com.py
asistencia@wecconsultores.com.py

wec worldwide excellence consulting

Proceso de medición Karl Fisher

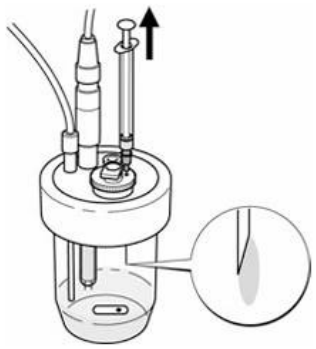


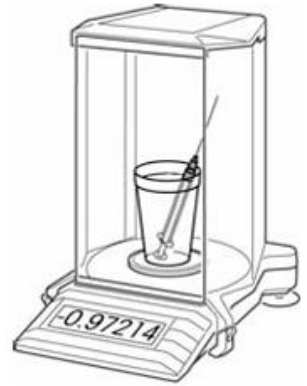












+595 981 862345
www.wecconsultores.com.py
asistencia@wecconsultores.com.py

wec worldwide excellence consulting

MUCHAS GRACIAS POR SU ATENCIÓN

+595 981 862345

www.wecconsultores.com.py

asistencia@wecconsultores.com.py



worldwide excellence consulting