

Grado de Revisión: B / 03-AGO-22
Página: 1 / 2

MÉTODO: DESCRIPCIÓN: PCAL-011 CALIBRACIÓN DE TITULADOR KARL FISCHER

El estándar a utilizar es Hydranal-water standard 10.0 (Honeywell Specialty Chemicals, cat # 34849)

- 1.- Registrar las condiciones ambientales (temperatura y humedad relativa).
- 2.- Colocar el opresor sobre la manguera de adición del reactivo de Karl Fischer.
- 3.- Encender el equipo (teclear lo que aparece en negrita).
- 4. IS VESSEL READY? YES
- 5. CALIBRATE? YES
- 6.- ACCEPT CALIB MENU?
- 7.- Teclear **NO** para revisar si los valores programados son los siguientes (en caso contrario hacer las correcciones necesarias y teclear **ENTER** en cada paso):
  - a) STIRRER SPEED 5
  - b) END POINT TIME 105
  - c) END POINT LEVEL 8
  - d) STEP LEVEL +5
  - e) FACTOR 1.00 %
  - f) BY VOLUME? FOR CALIBRATION YES
  - g) CALIBRATIONS 3
- 8.- ACCEPT CALIB MENU? YES
- 9.- WAIT!! CONDITIONING
- 10.- La bomba empieza a agregar reactivo Karl Fischer hasta que la humedad presente sea neutralizada.
- 11.- SAMPLE VOL 0.025 ml -> NEW VALUE = 0.50 ml ENTER
- 12.- SAMPLE ADDED?
- 13.- Con la pipeta de 1 ml agregar 0.50 ml de Hydranal-water standard 10.0. YES

**Nota:** introducir la punta de la pipeta dentro del líquido en el recipiente del equipo y bombear 2 a 3 veces con la pipeta dentro del líquido.

- 14.- La bomba empieza a agregar reactivo Karl Fischer hasta que la humedad presente sea neutralizada.
- 15.- Al finalizar la neutralización aparece el número muestra, los ciclos agregados (steps/mg) y el volumen (ml)



Grado de Revisión: B / 03-AGO-22
Página: 2 / 2

MÉTODO: DESCRIPCIÓN: PCAL-011 CALIBRACIÓN DE TITULADOR KARL FISCHER

- 16.- Hacer otras dos repeticiones más (desde el paso 11)
- 17.- Al terminar las tres repeticiones, el equipo saca el promedio y el coeficiente de variación (CV) de los ciclos agregados por la bomba.
- 18.- Si el coeficiente de variación (CV) es:
- a) < ó = que 0.7% aparece CALIBRATION PASSED (la calibración es aceptada)
- b) > que 0.7% aparece CALIBRATION FAILED (la calibración es rechazada); se hacen más repeticiones (desde paso 11) hasta que acepte la calibración.
- 19.- Registrar los valores obtenidos en FR-AS-17 "Registro de: calibración / verificación"
- 20.- Colocar la etiqueta correspondiente, según lo descrito en PR-AS-08 "Calibración de equipo de inspección, medición y prueba".