

MÉTODO:
DESCRIPCIÓN:**TARQ-672**
DETERMINACIÓN DE HUMEDAD POR METODO DE KARL FISCHER.**TARQ:****DEFINICIÓN.**

Establece la técnica para determinar la humedad presente en muestras varias, por el método de Karl Fischer.

APARATOS y REACTIVOS.

- 1.- Titulador Karl Fischer, Orion AF-8 o equipo similar.
- 2.- Reactivo de Karl Fischer (monocomponente, título 5 mg/ml)
- 3.- Hydranal-water standard 10.0 (Honeywell Specialty Chemicals, cat # 34849)
- 4.- Metanol (con bajo contenido de humedad).
- 5.- Balanza de precisión (resolución 1mg)
- 6.- Pipetas de 10ml
- 7.- Microjeringa de 25, 50 ó 100µl
- 8.- Pipeta de 1 ml
- 9.- Vasos de precipitado de 50 y 150ml
- 10.- Espátula.

PROCEDIMIENTO

- 1.- Colocar el opresor sobre la manguera de adición del reactivo.
- 2.- Encender el equipo.
- 3.- Teclear las opciones que aparecen en letra negrita.
- 4.- IS VESSEL READY? **YES**
- 5.- CALIBRATE? **NO**
- 6.- ACCEPT SAMPLE MENU? **NO**
- 7.- EXTRACT TIME 0.0 min **ENTER**
- 8.- UNITS OF ANSWER.- teclear **ENTER** en la selección requerida:
 - a) % WEIGHT / WEIGHT.- para muestras sólidas (p.ej. resinas).
 - b) % WEIGHT / VOLUME.- para muestras líquidas (p.ej. solventes, glicoles, etc).
- 9.- MODE: SAMPLE ONLY? **YES**
- 10.- PRINTER ON? **YES**
- 11.- ALARM ON? **YES**
- 12.- LONG DATA? **NO**
- 13.- SHORT DATA? **YES**
- 14.- STATISTICS ON? **YES**
- 15.- SAMPLE IDENT. OFF? **YES**
- 16.- BLANK VALUE 0.00 mg? **ENTER**
- 17.- ACCEPT SAMPLE MENU? **YES**
- 18.- METHOD 1 -> WAIT !! **CONDITIONING**
- 19.- La bomba empieza a agregar reactivo de Karl Fischer hasta que la humedad presente sea neutralizada.
- 20.- TITRATE SAMPLE? **YES**
 - a) para muestras sólidas (p.ej. resinas); pasar a **SECCION I**
 - b) para muestras líquidas (p.ej. solventes, glicoles, etc); pasar a **SECCION II**

MÉTODO:
DESCRIPCIÓN:
TARQ-672
DETERMINACIÓN DE HUMEDAD POR METODO DE KARL FISCHER.
SECCION I

- 1.- MANUAL WEIGHT? **YES**
- 2.- TOTAL WEIGHT grams.- en un vaso de precipitado de 50ml, pesar 0.750 ± 0.050 gr de resina
- 3.- Teclear el peso total del vaso + resina (P1). **ENTER**
- 4.- Empieza a contar los segundos para agregar la muestra (60 segundos).
- 5.- SAMPLE ADDED?
- 6.- Abrir el recipiente del equipo y vaciar la muestra, cuidando que ésta no caiga en las paredes del recipiente y de no tardar demasiado en ésta operación.
- 7.- HOLDER WEIGHT.- pesar de nuevo el vaso de precipitado; teclear el peso restante (P2)
- 8.- Cerrar el recipiente del equipo. **YES**
- 9.- La bomba empieza a agregar reactivo Karl Fischer hasta que la humedad de la muestra sea neutralizada.
- 10.- Al finalizar la neutralización aparece los *mg* de humedad encontrada y el número de muestra.
- 11.- El equipo calcula el resultado de humedad de la muestra.
- 12.- ANOTHER SAMPLE? **YES**
- 13.- Hacer la determinación por duplicado; reportar el promedio.

SECCION II

- 1.- SAMPLE VOL 0.000 ml; seleccionar la cantidad de muestra según tabla 672-1 **ENTER**
- Nota: en caso de no tener idea de la humedad presente, empezar con 10µl y en base al primer resultado, seleccionar el tamaño de muestra.
- 2.- SAMPLE VOL **0.025 ml** -> NEW VALUE = **X.XXX** ml (teclear el volumen que se haya elegido) **ENTER**
 - 3.- Empieza a contar los segundos para agregar la muestra (60 segundos).
 - 4.- SAMPLE ADDED?
 - 5.- Abrir el recipiente del equipo y vaciar la muestra, cuidando que ésta no caiga en las paredes del recipiente y no tardar demasiado en ésta operación.
 - 6.- Cerrar el recipiente del equipo. **YES**
 - 7.- La bomba empieza a agregar reactivo Karl Fischer hasta que la humedad de la muestra sea neutralizada.
 - 8.- Al finalizar la neutralización, aparecen los *mg* de humedad encontrada y el número de muestra.
 - 9.- El equipo calcula el resultado de humedad de la muestra.
 - 10.- ANOTHER SAMPLE? **YES**
 - 11.- Hacer la determinación por duplicado; reportar el promedio.

Tabla 672-1	
Humedad esperada:	ml de muestra
< 2,000 ppm (0.2%)	5
0.2 - 0.5%	2.5
0.5 - 1%	1
1 - 5%	0.2
5 - 10%	0.1 (100µl)
10 - 50%	0.02 (20µl)
> 50%	0.01 (10µl)

MÉTODO:
DESCRIPCIÓN:**TARQ-672**
DETERMINACIÓN DE HUMEDAD POR METODO DE KARL FISCHER.**SI YA SE TERMINO DE TITULAR TODAS LAS MUESTRAS**

- 1.- ANOTHER SAMPLE? **NO**
- 2.- Aparece EXTERNAL PRINTING y se imprimen la estadística y los resultados de las muestras.
- 3.- MORE STATS? **NO**
- 4.- Aparece EXTERNAL PRINTING y se imprimen los parámetros de calibración y método.
- 5.- MORE TITRATIONS? **NO**
- 6.- Aparece DRAINING REAGENT y la bomba empieza a regresar el reactivo que está en la tubería al frasco.
- 7.- Al terminar de regresar el reactivo al frasco la bomba se detiene.
8. - Aparece ¡¡ RELEASE PLATEN !! SWITCH OFF TITRATOR
- 9.- Quitar el opresor de la manguera de adición de reactivo y apagar el equipo.
- 10.- FIN