

**Determinación de Humedad en orgánico
Método Karl Fischer**



**LB-SP-GPD-LQC-0072
DETERMINACIÓN DE
HUMEDAD EN ORGÁNICO MÉTODO KARL
FISCHER**



Código : LB-SP-GPD-LQC-0072		Revisión: 03			
Emitido por: Laboratorio Químico Metalúrgico		Revisado Por: Ximena Moreira		Aprobado Por: Maritza Jofre	
Fecha : 14-04-2024		Fecha : 19-09-2024		Fecha : 19-09-2024	
Fecha de primera Edición: 14-04-2024					
Revisión	Fecha	Descripción del Cambio			Responsable
01	14-04-2024	Creación de procedimiento			Jefe de Laboratorios
02	30-06-2024	Cambio de Codificación			Jefe de Laboratorios
03	19-09-2024	Actualización de acuerdo con el control documental (Sin vigencia)			Jefe de Laboratorios

Determinación de Humedad en orgánico Método Karl Fischer



I. _ PROPÓSITO.....	4
II. _ ALCANCE.....	4
III. _ RESPONSABILIDADES	4
IV. _ TERMINOLOGÍA Y/O SIGLAS	4
V. _ REFERENCIAS	5
VI. _ DESCRIPCION DEL DOCUMENTO/ACTIVIDAD.....	6 al 7
6.1. _RIESGOS ASOCIADOS A LA ACTIVIDAD	8
6.2. _EQUIPO DE TRABAJO	8
6.3. _EQUIPOS DE PROTECCIÓN PERSONAL (EPP)	8
6.4. _MAQUINARIA, HERRAMIENTAS Y MATERIALES.....	8
6.5. _FICHAS TÉCNICAS DE LOS EQUIPOS.....	9
6.6. _METODOLOGÍA DE TRABAJO	9
6.7. _OTROS.....	10
VII. _ ANEXOS	10

Código : LB-SP-GPD-LQC-0072

Aprobado por : Maritza Jofre C

Última Revisión : 19-09-2024

Revisión : 03

Doc. de Consulta o Entrenamiento. Este Documento impreso es válido solo para el día 26/01/2026

**3 de
10**

Determinación de Humedad en orgánico Método Karl Fischer



I. PROPOSITO.

Establecer la metodología para la correcta determinación de acuoso en muestras de orgánico provenientes de la planta SX-EW.

II. ALCANCE

Lo estipulado involucra y obliga a todo el personal de Laboratorio Químico, dependiente de Gerencia Planificación y desarrollo de Compañía Minera Lomas Bayas.

III. RESPONSABILIDADES

Supervisor de Laboratorio: Verificar y velar por el correcto funcionamiento y operación del equipo, coordinar la revisión y calibración del equipo, solicitar la mantención técnica cuando esta corresponda de acuerdo con este procedimiento, como también cuando el equipo presente fallas y requiera una mantención de emergencia. Además, deberá comunicar al jefe de Laboratorio cualquier anomalía o falla que presente el equipo.

Jefe de Laboratorio: Realizar las gestiones necesarias para la reparación y/o Mantención preventiva del equipo, verificar el cumplimiento de este procedimiento, dar a conocer y capacitar al personal para la correcta aplicación de lo descrito

IV. TERMINOLOGÍAS Y/O SIGLAS

- **Valoración Karl Fischer:** Esta valoración volumétrica utiliza una detección de punto final bi-potenciometrica, donde cuantifica el yodo consumido por el agua de la muestra. Un exceso de yodo en la valoración conduce a un cambio de potencial, lo que indica el punto final de la valoración.
- **Pre-Titulación:** Eliminar el agua residual de la superficie interior del recipiente de titulación, el agua contenida en el aire atrapado y la pequeña cantidad de agua del disolvente.
- **Disolvente:** Mezcla de Etanol con Imidazol.
- **Análisis deriva:** Análisis de un minuto que determina la cantidad de humedad que se escapa a la celda desde la atmosfera.
- **Titrant 5:** Solución valorante contiene Metanol y Iodo.

Código : LB-SP-GPD-LQC-0072

Aprobado por : Maritza Jofre C

Última Revisión : 19-09-2024

Revisión : 03

Doc. de Consulta o Entrenamiento. Este Documento impreso es válido solo para el día 26/01/2026

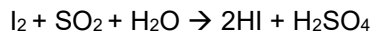
4 de
10

Determinación de Humedad en orgánico Método Karl Fischer

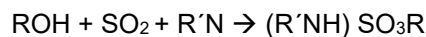


V. GENERALIDADES.

La valoración Karl Fisher se basa en una reacción del agua presente en la muestra con el yodo en un medio no acuoso y nos da como resultado un producto químico no conductivo. El principio se fundamenta en la reacción de Bunsen en donde la reacción del yodo elemental con el agua en presencia de una solución anhidra de dióxido de azufre, este reactivo reacciona con el agua, produciendo una reacción de estequiometría.



La reacción Karl Fischer se lleva a cabo en dos etapas: en la primera etapa ocurre la reacción entre un alcohol, dióxido de azufre y una base que nos formara una sal intermedia. La base que se utiliza nos ayuda a neutralizar los ácidos que se forman en la reacción que pueden ser yoduro de hidrógeno (HI) y ácido sulfúrico (H_2SO_4), esta neutralización nos ayuda a estabilizar el intervalo de pH de 5,5 a 8,0.



En la segunda etapa se lleva a cabo la reacción entre el yodo y el agua que se encuentra presente en la muestra en una razón estequiométrica de 1:1. Pudiendo determinar la cantidad de agua presente en la muestra.



Código : LB-SP-GPD-LQC-0072

Aprobado por : Maritza Jofre C

Última Revisión : 19-09-2024

Revisión : 03

Doc. de Consulta o Entrenamiento. Este Documento impreso es válido solo para el día 26/01/2026

5 de
10

VI. DESCRIPCION DE LA ACTIVIDAD

- **Importante que todo el material a usar este limpio, ambientado con metanol y secado en estufa 30 min.**
- **La sílica gel del equipo Karl Fischer debe tener un color verde y las del titulante deben ser naranja.**

6.1 Agitar 1 litro de la muestra de orgánico en agitador de pedestal por 15 min.

6.2 Tomar 500 ml con probeta y trasvasijar a un embudo de decantación de 500 ml y añadir 200 ml de metanol, agitar de manera constante por 10 minutos.

6.3 Extraer tapa y dejar decantar unos minutos hasta la separación de fase (nota: son poco visibles, ya que el metanol toma el color del orgánico). Recibir el orgánico en la misma probeta llegando al volumen inicial de 500 ml, los 200 ml de metanol recibir en un vaso precipitado (limpio y seco), esta es nuestra muestra para analizar.

6.4 Verificar que la botella de residuos del titulador Karl Fischer no tenga mas de 500 ml de solución.

6.5 Para comenzar el análisis, pulsar el botón STAR/STOP (FOTO)

6.6 El equipo comienza a realizar la **Pre-titulación**. (FOTO)

6.7 Terminada la Pre-titulación comenzará el **análisis deriva**. (FOTO)

6.8 Pasado el minuto de análisis deriva, pasa a **espera**, aquí comenzamos los análisis. Pulsando el botón analizar muestra (foto). Se desplegará la siguiente pantalla, en donde se ingresa el tamaño de la muestra (foto).

6.9 Para tomar las muestras y el blanco (metanol) se utilizan jeringas de 5 ml mínimo, con agujas de 6 cm, se debe ambientar la jeringa con la muestra a analizar al menos dos veces extendiendo por completo el embolo y expulsar a un contenedor de recogida de residuos. Secar el exterior de la aguja con una toallita o pañuelo de papel sin pelusa.

6.10 Llevamos la jeringa con la muestra a una balanza analítica y taramos (Foto). Depositamos el contenido total de nuestra muestra en el recipiente de titulación, a través del tabique en la membrana del equipo Karl Fisher (foto), dispensar en forma constante el volumen de la muestra asegurándonos de que la muestra no salpique ni salpique en las paredes del recipiente de titulación, el electrodo o la punta de dispensación. (foto). Retiramos la aguja del tabique y volvemos a la balanza analítica a masar la jeringa sin el contenido, la masa obtenida se digita en el equipo con ayuda de las teclas numéricas del costado del titulador. Pulsar Comenzar análisis. (foto)

6.11 Terminado el análisis nos dará en pantalla el valor en ppm del agua, mas información como gasto del titulante, tiempo de análisis, tamaño de la muestra y grafico con la curva del análisis. (FOTO)

6.12 Para volver a analizar la siguiente muestra, presionar vuelta (foto). Y pulsar Star/Stop, aparecerá la siguiente pantalla pulsar bomba de aire (foto). Abrir la perilla de vaciado (foto) y bajar la cánula hasta el final (foto). Pulsar Iniciar vaciado (foto), cuando se vacía por completo el recipiente de titulación pulsar stop vaciado (foto). Subir la cánula y volver la sellar la perilla de vaciado.

Código : LB-SP-GPD-LQC-0072

Aprobado por : Maritza Jofre C

Última Revisión : 19-09-2024

Revisión : 03

Doc. de Consulta o Entrenamiento. Este Documento impreso es válido solo para el día 26/01/2026

6 de
10

6.13 Para volver a llenar el recipiente de titulación, pulsar la opción de iniciar llenado (foto). El recipiente debe llegar a la marca de mínimo y pulsar la opción stop llenado (foto). Al termina en la pantalla se mostrará el siguiente mensaje “Volumen Estimado de celda”, aquí debemos confirmas el volumen mínimo de 50 ml y pulsar el botón aceptar. (foto). (puede salir el siguiente mensaje “Celda puede ser sobre titulada”, aquí debemos pulsar continuar, verificando siempre el volumen mínimo marcado en el recipiente de titulación) (foto). Y pulsar Star/Stop (comenzara nuevamente en la pre-titulacion)

6.14 Terminado los análisis, el equipo debe quedar con disolvente y en agitación constante para evitar la cristalización y deterioro de la cánula de titulante, por lo que se debe repetir el paso anterior, pero esta vez pulsar el botón STIR (foto), de esta forma quedara solo en agitación con solvente (foto).

Determinación de Humedad en orgánico Método Karl Fischer



6.1. RIESGOS ASOCIADOS A LA ACTIVIDAD

Tabla 1: Resumen del Riesgo de la Actividad: refleja el resultado de la Evaluación de Riesgos detallada en la QRA del proceso a describir.

Actividad	Resumen			
	Máximo Riesgo Inherente	Máximo Riesgo Residual	Máx. Consecuencia Potencial (PMC)	Mayor Categoría de Impacto
Operación de equipo Karl Fischer	17	8	3-Moderado	Salud y seguridad

6.2. EQUIPO DE TRABAJO

- Supervisor químico.
- Analistas químicos.

6.3. EQUIPOS DE PROTECCIÓN PERSONAL (EPP)

- Zapatos de seguridad.
- Gafas de seguridad.
- Tenida antiácida.
- Guantes quirúrgicos o de nitrilo.

6.4. MAQUINARIAS Y HERRAMIENTAS

- Titulador volumétrico Karl Fisher H1933
- Probeta 1000 ml
- Pipeta 100 ml
- Vaso precipitado 250 ml.
- Vaso precipitado 1000 ml
- Agitador de pedestal
- Embudo de decantación 500 ml.
- Aguja 6 cm
- Jeringas 5 ml.
- Balanza Analítica

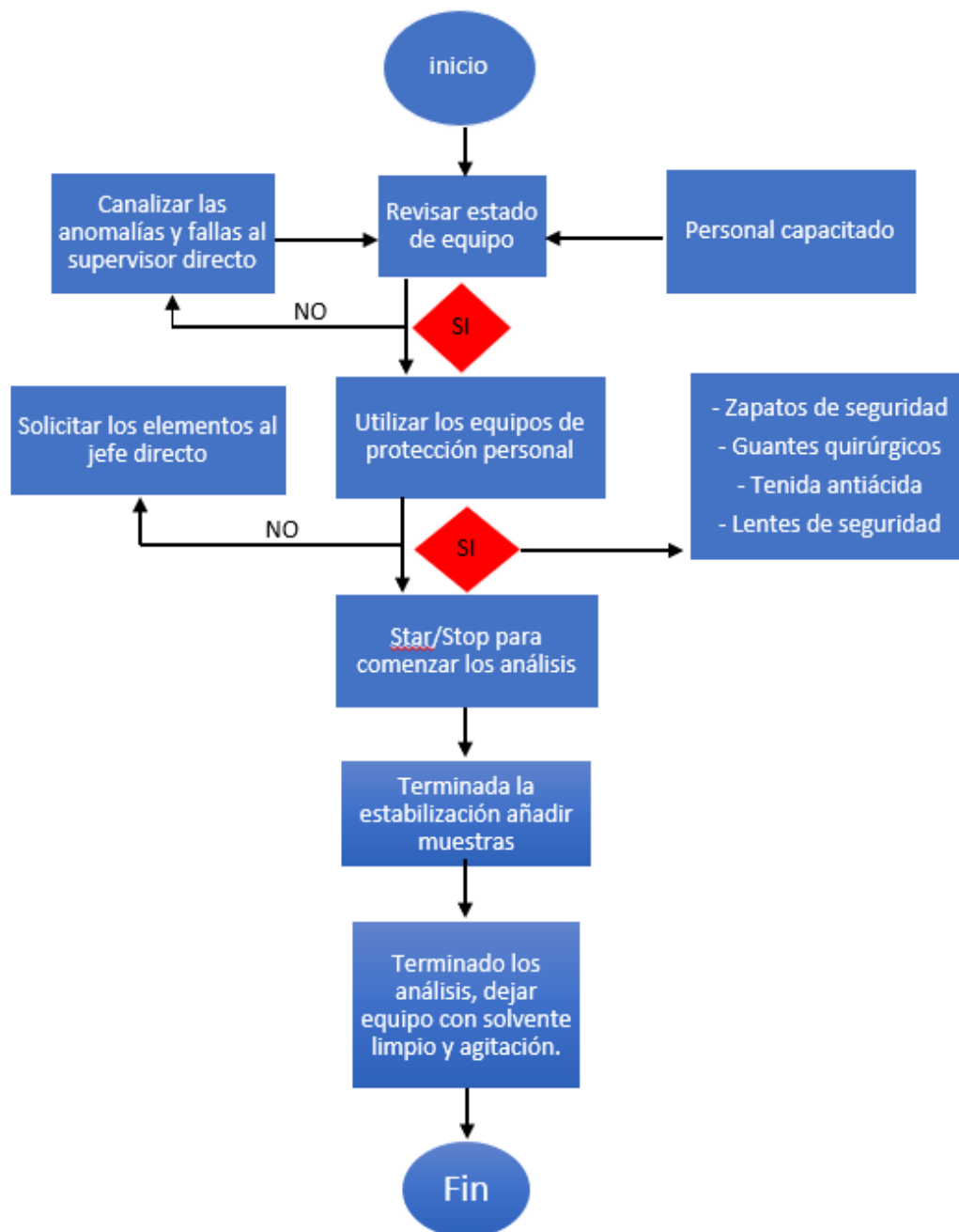
6.5. FICHAS TÉCNICAS DE LOS EQUIPOS

Código : LB-SP-GPD-LQC-0072	Última Revisión : 19-09-2024	8 de 10
Aprobado por : Maritza Jofre C		
Revisión : 03		
Doc. de Consulta o Entrenamiento. Este Documento impreso es válido solo para el día 26/01/2026		

Determinación de Humedad en orgánico Método Karl Fischer

Ficha técnica se encuentra en el laboratorio químico.

6.6. METODOLOGÍA DE TRABAJO



6.7 OTROS.

Código : LB-SP-GPD-LQC-0072

Aprobado por : Maritza Jofre C

Revisión : 03

Última Revisión : 19-09-2024

Doc. de Consulta o Entrenamiento. Este Documento impreso es válido solo para el día 26/01/2026

PLAN DE CONTINGENCIA O FALLA

Contingencia							
Suceso	Causa	Evento	Acción	Avisar	Número de contacto	Frecuencia radial	Plan de acción
Equipo pesado no operativo.	Sin funcionamiento	Falla de equipo	Queda fuera de Servicio	Jefe de Laboratorios	2628731	4	Cualquier falla o avería en los equipos se deberá informar a Jefe de laboratorio para que se comunique con proveedor
	Cánula tituladora quebrada						
	Falla de equipo o del comando			Proveedor			
	Sin energía eléctrica	Equipo no se podrá utilizar		Jefe de Laboratorios			Equipo fuera de servicio

- VII. **ANEXOS**
- Anexo 1. LB-SP-GGN-ALL-00A4 Formatos de portada y páginas
- [LB-IV-GPD-LQC-0001](#)