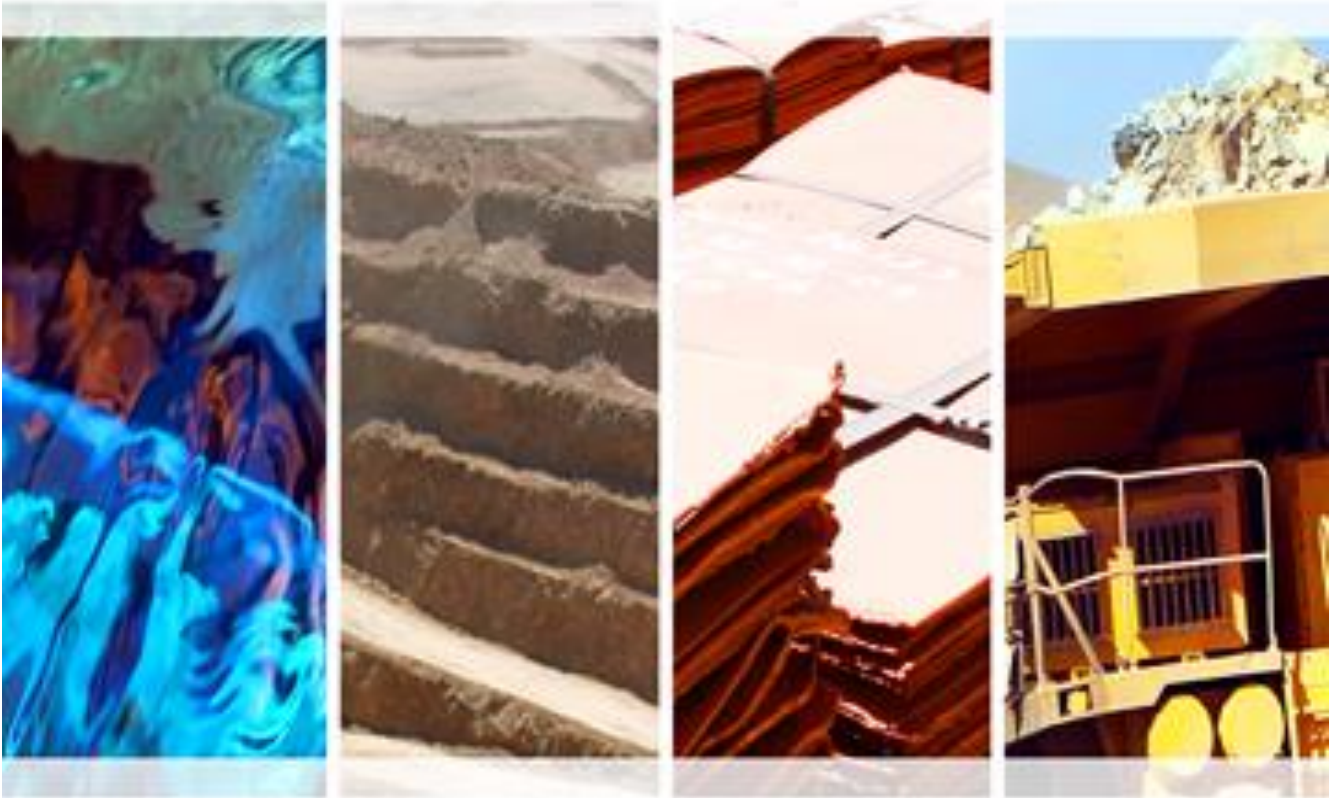




LB-SP-GPD-LQC-0077
OPERACIÓN DEL EQUIPO KARL FISCHER



Código : LB-SP-GPD-LQC-0077	Revisión: 04	
Emitido por: Laboratorio Químico Metalúrgico	Revisado Por: Ximena Moreira .	Aprobado Por: Maritza Jofre Concha
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	014-04-2024	Creación de procedimiento	Jefe de Laboratorios
02	22-04-2024	Revisión, ingreso de código, generación de QRA	Jefe de Laboratorios
03	30-06-2024	Cambio de Codificación	Jefe de Laboratorios
04	19-09-2024	Actualización de acuerdo con el control documental (Sin vigencia)	Jefe de Laboratorios

Operación del equipo 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 13
6.1. _RIESGOS ASOCIADOS A LA ACTIVIDAD	14
6.2. _EQUIPO DE TRABAJO	14
6.3. _EQUIPOS DE PROTECCIÓN PERSONAL (EPP)	14
6.4. _MAQUINARIA, HERRAMIENTAS Y MATERIALES.....	14
6.5. _FICHAS TÉCNICAS DE LOS EQUIPOS.....	15
6.6. _METODOLOGÍA DE TRABAJO	15
6.7. _OTROS.....	16
VII. _ ANEXOS	16

Código : LB-SP-GPD-LQC-0077

Aprobado por: Maritza Jofre C

Última Revisión: 19-09-2024

Revisión : 04

Doc. de Consulta o Entrenamiento. Este Documento impreso es válido solo para el día 22/12/2025

**3 de
17**

Operación del equipo Karl Fischer



I. PROPOSITO.

Establecer la metodología para la correcta operación del equipo Karl Fischer

II. ALCANCE

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

III. RESPONSABILIDADES

Analista Químico: Operar el equipo Karl Fisher, siguiendo el procedimiento he instructivo. Avisar al supervisor del laboratorio cualquier anomalía detectada.

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 corresponda o el equipo presente. Comunicar al jefe de Laboratorio cualquier anomalía o falla que presente el equipo.

Jefe de Laboratorio: Realizar las gestiones necesarias para el buen desarrollo de esta actividad, proporcionando los recursos necesarios que involucren, 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:** Es un método que sirve para la determinación de trazas de agua en compuestos orgánicos. En este caso se utiliza la Valoración Columbimétrica, mediante una disolución de yodo, dióxido de azufre y piridina en metanol absoluto (reactivo de Karl Fischer).
- **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 que dura un minuto y 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-0077

Aprobado por: Maritza Jofre C

Última Revisión: 19-09-2024

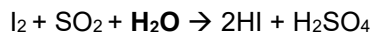
Revisión : 04

Doc. de Consulta o Entrenamiento. Este Documento impreso es válido solo para el día 22/12/2025

4 de
17

V. GENERALIDADES.

El equipo Karl-Fischer es usado para la determinación de humedad en muestras de orgánico, a través, de la Valoración de Karl Fischer. Es un método para determinar cuantitativamente el contenido de agua en líquidos y sólidos. Se basa en la reacción de Bunsen en donde el yodo se reduce a ion yoduro y el dióxido de azufre se oxida al complejo de ion sulfato, produciendo una reacción de estequiometría. Para que la reacción ocurra es necesaria la **presencia de agua**.



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 (H₂SO₄), 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 dióxido de azufre en presencia de agua que se encuentra presente en la muestra. Esta reacción ocurre en una razón estequiométrica de 1:1, pudiendo determinar la cantidad de agua presente en la muestra.



VI. DESCRIPCION DE LA ACTIVIDAD

Importante: todo el material a usar este limpio, ambientado con metanol y secado en estufa 30 min.

Uso de metanol estrictamente bajo campana.

La sílica gel del equipo Karl Fischer debe presentar un color amarillo/naranja.

- Agitar 1 litro de la muestra de orgánico en agitador de pedestal por 15 min a 1000 rpm aproximadamente.

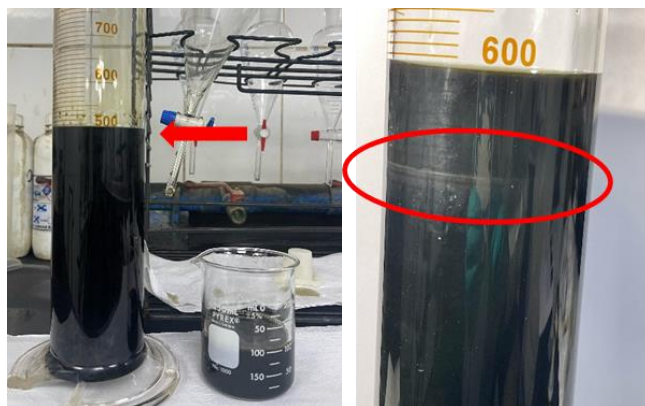


- Tomar 500 ml con probeta y trasvasiar a un embudo de decantación de 500 ml y añadir 100 ml de metanol bajo campana, agitar de manera constante por 10 minutos en shaker mecánico.

Operación del equipo Karl Fischer



- 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 100 ml de metanol recibir en un vaso precipitado (limpio y seco), esta es nuestra muestra para analizar.

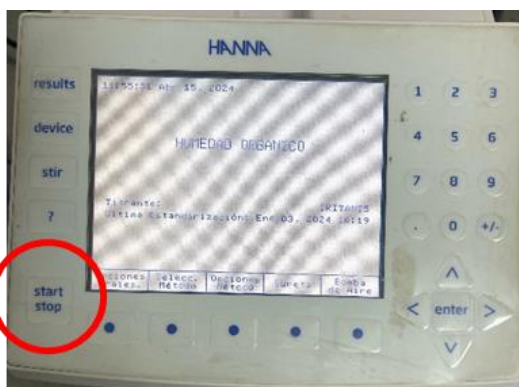


- Verificar que la botella de residuos del titulador Karl Fischer no tenga mas de 500 ml de solución.



- Pulsar el botón *STAR/STOP* para comenzar el análisis

Operación del equipo Karl Fischer



- El equipo comienza a realizar la **Pre-titración**.

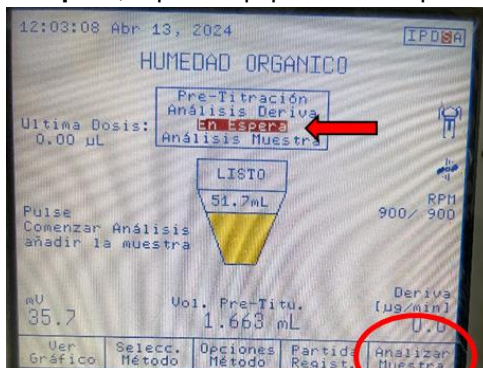


- Terminada la Pre-titración comenzará el **Análisis Deriva**, el cual dura un minuto.

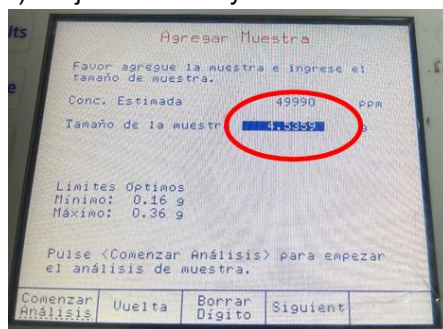


Operación del equipo Karl Fischer

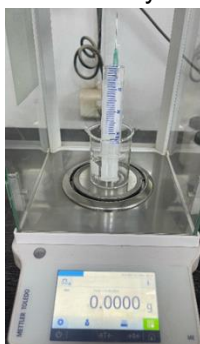
- Luego pasa a la etapa de **En Espera**, aquí el equipo está listo para realizar los análisis.



- Pulsar el botón *Analizar Muestra*. Se desplegará la siguiente pantalla, en donde se ingresa el tamaño de la muestra (peso de la muestra). Dejar en standby



- Tomar 1 mL de muestra o blanco (metanol) con jeringas de 5 ml mínimo, con aguja de 6 cm. Ambientar la jeringa con la muestra a analizar al menos dos veces extendiendo por completo el embolo para expulsar el residuo a un contenedor de recogida. Secar el exterior de la aguja con una toallita o pañuelo de papel cuidando de no dejar pelusas.
- Pesar la jeringa con la muestra a una balanza analítica y tarar.

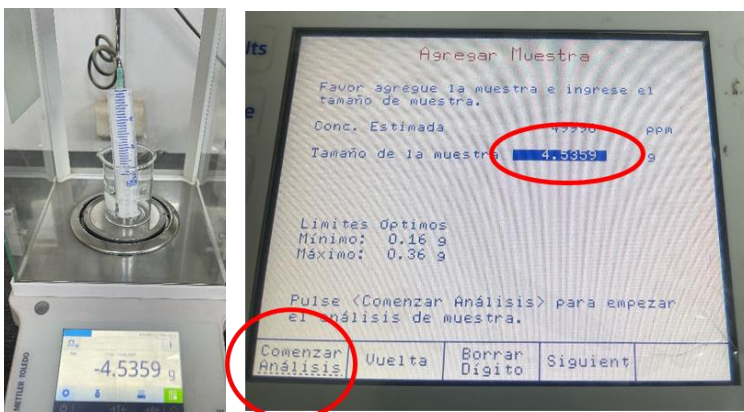


Operación del equipo Karl Fischer

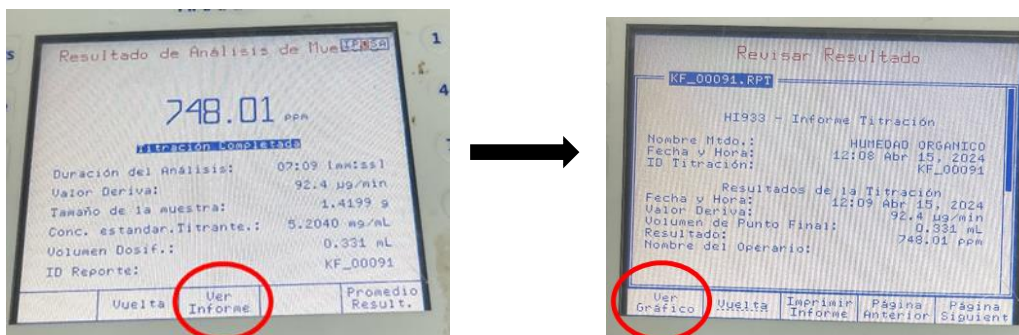
- Inyectar el contenido total la muestra en el recipiente de titulación, a través de la membrana del tabique del equipo, dispensar en forma constante cuidando de no salpicar las paredes, el electrodo o la punta de dispensación.



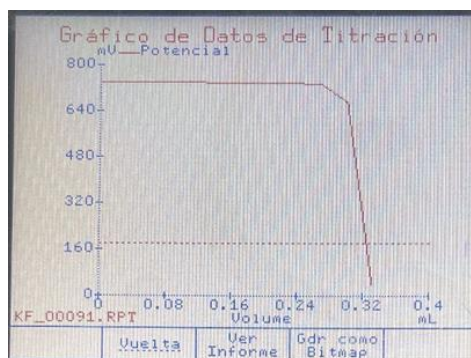
- Luego de inyectar la muestra pesar nuevamente la jeringa, la masa obtenida se digita en el equipo con ayuda de las teclas numéricas del costado del titulador. Pulsar el botón **Comenzar análisis**.



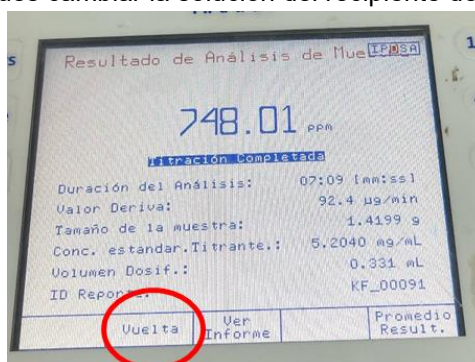
- Terminado el análisis en la pantalla el valor en ppm del agua, más información como gasto del titulante, tiempo de análisis, tamaño de la muestra y grafico con la curva del análisis.



Operación del equipo Karl Fischer



- Para analizar la siguiente muestra, presionar el botón **Vuelta** y siga los pasos desde el punto 6.5. Repetir este paso solo 3 veces, después cambiar la solución del recipiente de titulación.



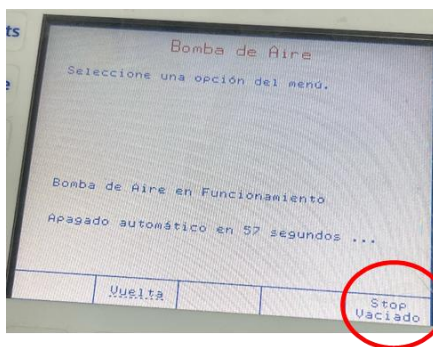
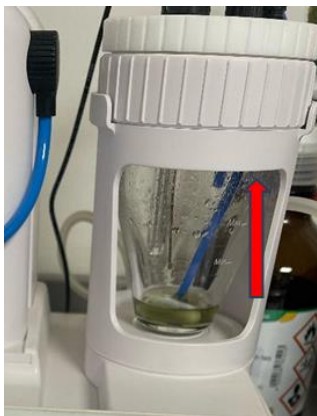
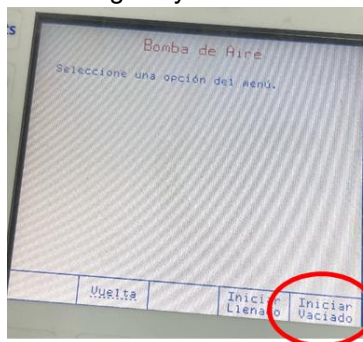
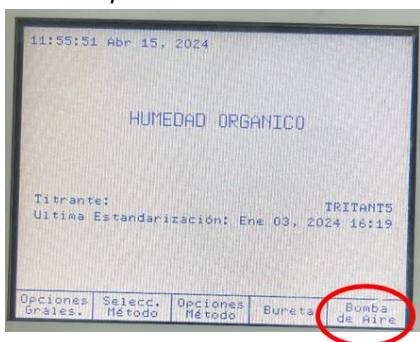
Vaciado del recipiente de titulación:

- En el vaso titulante soltar el conector que aloja la cánula que llega desde la botella de residuos, hasta que la cánula quede suelta. Bajar la cánula hasta el fondo del vaso.

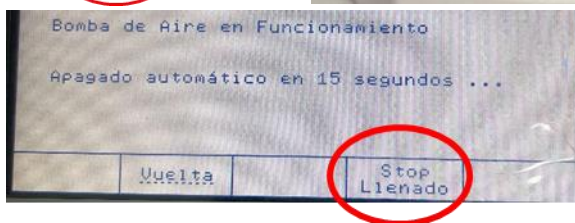
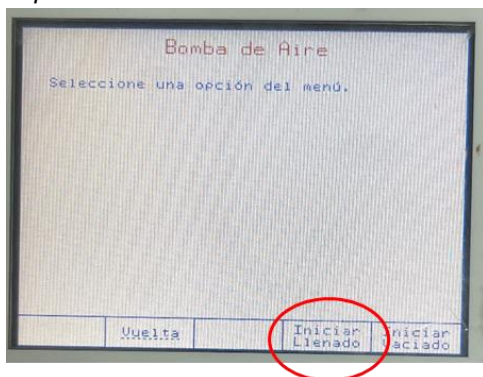


Operación del equipo Karl Fischer

- Pulsar el botón *Bomba de Aire* y luego pulsar *Iniciar Vaciado*, cuando se vacía por completo el recipiente de titulación pulsar *Stop Vaciado*. Subir la cánula al nivel original y cerrar el conector.

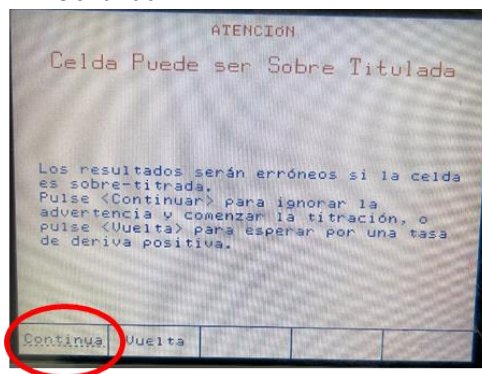
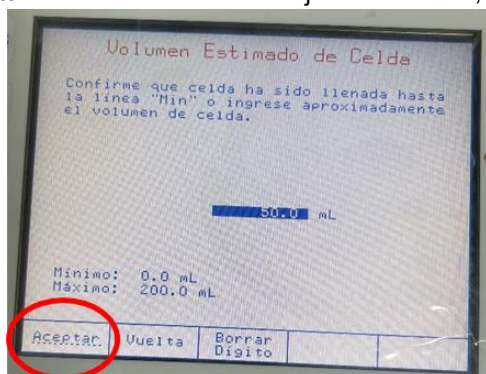


- Pulsar el botón de *Iniciar Llenado*, cuando la solución llegue a la marca Min del vaso titulante presionar el botón *Stop Llenado*.



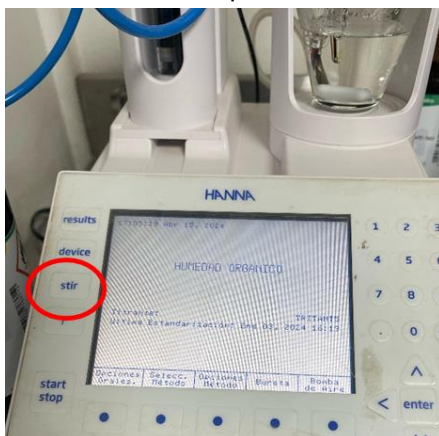
Operación del equipo Karl Fischer

- Luego en la pantalla “Volumen Estimado de celda” confirmar el volumen mínimo de 50 ml presionando *Aceptar*. Se muestra un mensaje de Atención, pulsar *Continuar*.



Dejar equipo en Stanby:

- Dejar el equipo con disolvente y en agitación constante para evitar la cristalización y deterioro de la cánula de titulante. Pulsar el botón **STIR** para accionar el agitador.



Operación del equipo Karl Fischer



Cálculos:

Calcular el contenido de humedad en ppm de acuerdo con la siguiente formula:

$$ppm \text{ Humedad} = \frac{(a - b)}{(c/d)}$$

Donde:

a = Lectura de la muestra en ppm

b = Lectura del blanco en ppm

c = Volumen de orgánico inicial en mL (entre 500 a 1000)

d= Volumen de metanol (100 mL)

Ejemplo:

A		Lectura de la muestra en ppm	REPLICAS	OC SX (PPM)	ppm H ₂ O
B	166.44	Lectura del blanco en ppm	1	3445.2	656
C	500	Volumen de organico (mL)	2	3573.1	681
D	100	Volumen de metanol (mL)	3	3733.8	713

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

Código : LB-SP-GPD-LQC-0077

Aprobado por: Maritza Jofre C

Última Revisión: 19-09-2024

Revisión : 04

Doc. de Consulta o Entrenamiento. Este Documento impreso es válido solo para el día 22/12/2025

13 de
17

	Operación del equipo Karl Fischer	
--	---	--

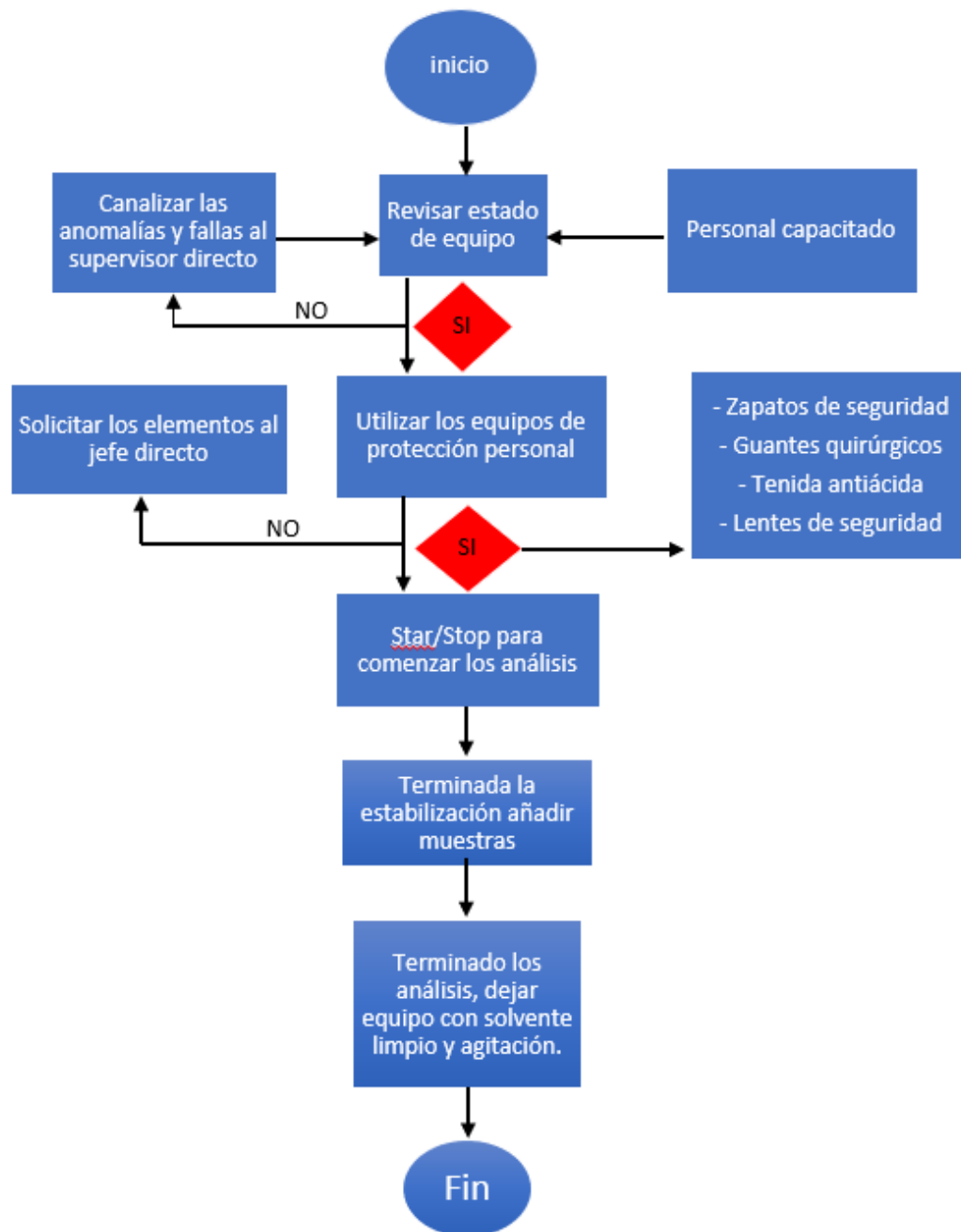
- Vaso precipitado 250 mL
- Vaso precipitado 1000 mL
- Agitador de pedestal
- Embudo de decantación 500 mL.
- Aguja 6 cm
- Jeringas 5 mL.
- Balanza Analítica

6.5. FICHAS TÉCNICAS DE LOS EQUIPOS

Ficha técnica se encuentra en el laboratorio químico.

Código : LB-SP-GPD-LQC-0077 Aprobado por: Maritza Jofre C Revisión : 04	Última Revisión: 19-09-2024	14 de 17
---	-----------------------------	---------------------

6.6. METODOLOGÍA DE TRABAJO



Operación del equipo Karl Fischer

6.7. OTROS.

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			Proveedor			
	Falla de equipo o del comando						
	Sin energía eléctrica	Equipo no se podrá utilizar		Jefe de Laboratorios			Equipo fuera de servicio

VII. ANEXOS

Anexo 1. "Flujograma y canales de comunicación en caso de emergencias"



Operación del equipo Karl Fischer

Anexo 2. Conexiones del Titulador.

